

# (10) PL 242398 B1

# **Opis patentowy**

- (21) Numer zgłoszenia: 434393
- (22) Data zgłoszenia: 2020.06.20
- (43) Data publikacji o zgłoszeniu: 2021.12.27 BUP 39/2021
- (45) Data publikacji o udzieleniu patentu: 2023.02.20 WUP 08/2023
- (51) MKP:

G01R 27/08 (2006.01)

- (73) Uprawniony z patentu:
   UNIWERSYTET W BIAŁYMSTOKU, Białystok, PL
- (72) Twórca(-y) wynalazku: KRZYSZTOF R. SZYMAŃSKI, Białystok, PL
  (74) Pełnomocnik:
  - Adam Pawłowski, Łódź, PL

(54) Tytuł:

(12)

Sposób określania oporności powierzchniowej

# Opis wynalazku

# DZIEDZINA TECHNIKI

Niniejszy wynalazek dotyczy sposobu określania oporności powierzchniowej przy pięciu kontaktach punktowych.

### TŁO

Istnieją dobrze znane sposoby pomiaru oporności powierzchniowej z czterema punktowymi stykami sondy, na przykład jak opisano w poniższych publikacjach:

- "Measurement of Sheet Resistivities with the Four-Point Probe" autorstwa F.M. Smitsa (Bell System Technical J. 37, 711 (1958)) [1];
- "The 100th anniversary of the four-point probe technique: the role of probe geometries in isotropic and anisotropic systems" autorstwa Miccoli i in. (J. Phys.: Condens. Matter 27 (2015) 223201) [2];
- "New method for calculation of the correction factors for the measurement of sheet resistivity of a square sample with a square four-point probe" autorstwa J. Shi i in. (Rev. Sci. Instrum. 68 1814(1997)) [3];
- "A method of measuring specific resistivity and Hall effect of discs of arbitrary shape" autorstwa L. J. van der Pauwa (Phil. Res. Repts 13 (1958)) [4].

Najważniejszymi sposobami są sonda z czterema punktowymi kontaktami leżącymi na linii prostej w równych odstępach, z kontaktami leżącymi w narożach kwadratu i sposób van der Pauwa. Dwie pierwsze techniki są zasadniczo lokalne i ich dokładność zależy od precyzji ustawienia kontaktów. Wiele prac opisuje sposoby wprowadzania automatycznych pomiarów, zwiększania dokładności i korekt dotyczących niedoskonałości kontaktów. Takie sposoby ujawniono na przykład w dokumentach patentowych: US4383217, US6815959, EP0299875, US9030219, EP0134908, US3783375, EP1698905.

W celu zwiększenia liczby niezależnych pomiarów stosuje się sondy wielopunktowe. W analizie danych do pozyskania oporności właściwej stosowano pomiary z czterema sondami, jak ujawniono na przykład w dokumentach patentowych: EP1095282, US3345567, US8536572.

#### PODSUMOWANIE

Istnieje potrzeba zapewnienia nowego, alternatywnego sposobu określania oporności powierzchniowej, który nie wymagałby umieszczania sond w konkretnych pozycjach, umożliwił większą swobodę w umieszczaniu sond, i uniezależnił precyzję pomiaru od precyzji rozmieszczenia sond.

Sposób według wynalazku obejmuje zastosowanie pięciu sond położonych blisko siebie, daleko od krawędzi próbki, lecz w niemal dowolnych pozycjach. Pomiar z użyciem pięciu sond co do zasady daje więcej informacji niż pomiary z czterema kontaktami, a te dodatkowe informacje można wykorzystać do określenia oporności powierzchniowej zgodnie z równaniami Laplace'a dla przepływów w jednorodnej nieskończonej płaszczyźnie.

W porównaniu ze sposobem van der Pauwa (w którym kontakty mogą być ułożone niemal dowolnie na krawędzi próbki), sposób według niniejszego wynalazku pozwala na ułożenie pięciu styków w oddaleniu od krawędzi.

W porównaniu ze znanymi rozwiązaniami czteropunktowymi (z kontaktami leżącymi na linii prostej w równych odstępach, z kontaktami leżącymi w narożach kwadratu), w których styki mogą być położone daleko od krawędzi, sposób według niniejszego wynalazku nie wymaga dokładnego pozycjonowania sond (podczas gdy sposoby czteropunktowe wymagają dokładnego pozycjonowania, co jest problematyczne zwłaszcza w skali mikroskopowej lub nanoskopowej), ponieważ niniejszy sposób jest oparty o równanie (5) (jak omówiono poniżej), które zostało opracowane dla rozwiązania z pięcioma sondami.

Przedmiotem wynalazku jest realizowany przy pomocy komputera sposób określania oporności powierzchniowej próbki przy zastosowaniu kontaktów punktowych, znamienny tym, że obejmuje następujące etapy:

- (a) pozycjonuje się (101) pięć kontaktów punktowych (2a, 2b, 2c, 2d, 2e) na próbce (1) w wybranych pozycjach, które są oddalone od krawędzi próbki (1);
- (b) łączy się (102) pięć kontaktów punktowych (2a, 2b, 2c, 2d, 2e) w pięciu konfiguracjach, przy czym każda konfiguracja obejmuje inny zestaw czterech kontaktów punktowych (*abcd*, *bcde*, *cdea*, *deab*, *eabc*) i mierzy się (103) oporności (*r*<sub>1</sub> = *r<sub>abcd</sub>*, *r*<sub>2</sub> = *r<sub>bcde</sub>*, *r*<sub>3</sub> = *r<sub>cdea</sub>*, *r*<sub>4</sub> = *r<sub>deab</sub>*, *r*<sub>5</sub> = *r<sub>eabc</sub>*) między czterema kontaktami punktowymi dla każdej konfiguracji;

(c) za pomocą procesora danych (4) określa się (104) oporność powierzchniową ( $\rho_0$ ) w oparciu o równanie  $f(\rho_0, r_1, r_2, r_3, r_4, r_5) = 1$ , przy czym

$$f(\rho, r_1, r_2, r_3, r_4, r_5) = \sum_{i=1}^{5} (x_i - x_i x_{i+2} - x_i x_{i+1} x_{i+3} + x_i x_{i+2}^2 x_{i+4}) - x_1 x_2 x_3 x_4 x_5$$

oraz

$$x_i = \exp\frac{-4\pi r_i}{\rho}, i = 1, \dots 5.$$

Korzystnie, względne pozycje pięciu kontaktów punktowych (2a, 2b, 2c, 2d, 2e) obejmują: {(1,00; 0,00), (0,45; 0,24), (-0,95; 0,30), (-0,95; -0,30), (-0,30; -0,81)}, każda w zakresie ±0,05.

Korzystnie, pozycjonuje się więcej niż pięć kontaktów w etapie (a) i przeprowadza się etapy (b) i (c) dla różnych zestawów pięciu kontaktów dla uzyskania niezależnej informacji o mierzonej oporności powierzchniowej dla każdego zestawu.

Korzystnie, jeden spośród kontaktów jest kontaktem skanującym (2e) i sposób obejmuje powtarzanie etapów (a)–(c), przy czym etap (a) w kolejnych iteracjach obejmuje zmianę pozycji kontaktu skanującego (2e), tak, że określona oporność powierzchniowa ( $\rho_0$ ) w etapie (c) dla kolejnych iteracji może być zastosowana do określania rozkładu planarnego oporności powierzchniowej odpowiadającego pozycjom kontaktu skanującego (2e).

Przedmiotem wynalazku jest ponadto system do określania oporności powierzchniowej próbki (1) przez zastosowanie kontaktów punktowych, przy czym system zawiera:

pięć kontaktów punktowych (2a, 2b, 2c, 2d, 2e) do pozycjonowania na próbce (1);

miernik (3) natężenia prądu i napięcia, który mierzy natężenie i napięcie oraz oblicza wartości oporności ( $r_1 = r_{abcd}$ ,  $r_2 = r_{bcde}$ ,  $r_3 = r_{cdea}$ ,  $r_4 = r_{deab}$ ,  $r_5 = r_{eabc}$ ) między kontaktami punktowymi (2a, 2b, 2c, 2d, 2e); procesor danych (4) połączony z miernikiem (3), który określa oporność powierzchniową ( $\rho_0$ ) w oparciu

$$f(\rho, r_1, r_2, r_3, r_4, r_5) = \sum_{i=1}^{5} (x_i - x_i x_{i+2} - x_i x_{i+1} x_{i+3} + x_i x_{i+2}^2 x_{i+4}) - x_1 x_2 x_3 x_4 x_5$$

oraz

$$x_i = \exp\frac{-4\pi r_i}{\rho}, i = 1, \dots 5.$$

przy czym wartości oporności ( $r_1 = r_{abcd}$ ,  $r_2 = r_{bcde}$ ,  $r_3 = r_{cdea}$ ,  $r_4 = r_{deab}$ ,  $r_5 = r_{eabc}$ ) odpowiadają opornościom czteropunktowym otrzymanym z miernika natężenia prądu i napięcia (3) podczas procedury, która obejmuje:

- (a) pozycjonowanie pięciu kontaktów punktowych (2a, 2b, 2c, 2d, 2e) na próbce (1) w wybranych pozycjach, które są oddalone od krawędzi próbki (1);
- (b) łączenie pięciu kontaktów punktowych (2a, 2b, 2c, 2d, 2e) w pięciu konfiguracjach (*abcd*, *bcde*, *cdea*, *deab*, *eabc*) i mierzenie przez miernik natężenia prądu i napięcia (3) oporności dla każdej konfiguracji.

Te i inne cechy, aspekty i korzyści wynalazku staną się lepiej zrozumiałe w odniesieniu do poniższych figur rysunku, opisów i zastrzeżeń.

# KRÓTKI OPIS RYSUNKÓW

o równanie  $f(\rho_0, r_1, r_2, r_3, r_4, r_5) = 1$ , przy czym

Rozwiązanie według wynalazku zostało przedstawione w przykładach wykonania na rysunku, na którym:

Fig. 1 przedstawia przykładowy układ czterech kontaktów położonych na krawędzi próbki;

Fig. 2 przedstawia linię przecinającą krzywą  $f(\rho, r_1, r_2)$  z rzędną równą 1 w punkcie  $\rho_0$ ;

Fig. 3 przedstawia przykład układu pięciu punktowych kontaktów w pozycjach *a*, *b*, *c*, *d*, *e*, gdzie jest wykonywany pomiar oporności *r<sub>abcd</sub>*;

Fig. 4a przedstawia układ kontaktów abcde, przy czym trójkąty abe i cde są foremne;

Fig. 4b przedstawia układ kontaktów abcde, przy czym trójkąty abe, bce i cde są foremne;

Fig. 4c przedstawia układ kontaktów abcde, przy czym abcd jest kwadratem;

Fig. 4d przedstawia układ kontaktów abcde, przy czym abcde jest pięciokątem foremnym;

Fig. 4e przedstawia układ kontaktów *abcde*, przy czym wydłużony pięciokąt ma oś symetrii, kąty *ao 'e=co 'a=do 'c=*80,55 stopni, *o 'a*=1,479*o 'b*;

Fig. 4f przedstawia układ kontaktów *abcde*, przy czym względne współrzędne kontaktów {*a*, *b*, *c*, *d*, *e*} wynoszą odpowiednio {(1; 0), (0,446; 0,244), (-0,953; 0,303), (-0,953; -0,302), (-0,300; -0,809)}.

Fig. 5a–5f przedstawiają wartości *f* według równania (3) wykreślone jako funkcja  $\rho_0$  dla układów styków *abcde* przedstawionych na odpowiadających Fig. 4a–4f i dla nierównoważnych permutacji *abcde* wymienionych w tabeli według Fig. 8.

Fig. 6 przedstawia schematyczny układ systemu pomiarowego;

Fig. 7 przedstawia schematyczną sieć działań według sposobu;

Fig. 8 przedstawia tabelę z wartościami parametru niepewności u według równania (18) dla nierównoważnych permutacji kontaktów z układami przedstawionymi na Fig. 4a–4f;

Fig. 9 przedstawia tabelę z wynikami pomiarów na dysku o średnicy 150 mm w konfiguracji kontaktów bliskiej tej przedstawionej na Fig. 4c na okręgu wewnętrznym o średnicy 15 mm (rzędy od 1 do 4) i o średnicy 2,8 mm (rzędy 5, 6), przy czym wszystkie oporności są podane w [m $\Omega$ ].

# OPIS SZCZEGÓŁOWY

Poniższy opis dotyczy najlepszego aktualnie rozważanego wykonania wynalazku. Opis nie powinien być odbierany w sensie ograniczającym, jest przedstawiony jedynie w celu objaśnienia ogólnych zasad wynalazku.

## Wstęp – pomiar czteropunktowy

Na początku, tytułem wstępu, opisana zostanie metoda pomiaru oporności powierzchniowej z użyciem czterech sond. Zakłada się, że sondy są położone w dowolnych pozycjach *a*, *b*, *c*, *d* na jednorodnej nieskończonej cienkiej płaszczyźnie przewodzącej. Oporność czteropunktowa może być zdefiniowana w sposób standardowy jako  $r_{abcd} = V_{cd}/j_{ab}$ , przy czym natężenie prądu  $j_{ab}$  wchodzi do próbki przez kontakt *a* i opuszcza przez kontakt *b*, natomiast potencjał  $V_{cd}$  jest mierzony między kontaktami *c* i *d*, jak przedstawiono na Fig. 1. Dwie oporności  $r_1 = r_{abcd}$  i  $r_2 = r_{bcda}$  są mierzone na próbce o dowolnym kształcie, z czterema kontaktami położonymi na krawędzi w dowolnych pozycjach. Funkcja  $f(\rho, r_1, r_2)$  może być zdefiniowana jako:

$$f(\rho, r_1, r_2) = x_1 + x_1, \tag{1}$$

przy czym  $x_1 = \exp(-\pi r_1/\rho)$ ,  $x_2 = \exp(-\pi r_2/\rho)$ . Linia krzywa powstała z wykreślenia  $f(\rho, r_1, r_2)$  jako funkcji  $\rho$ , jak przedstawiono na Fig. 2, przecina linię poziomą o rzędnej równej 1 w punkcie  $\rho_0$ , co jest wartością, która spełnia równanie van der Pauwa

$$\exp\frac{-\pi r_1}{\rho_0} + \exp\frac{-\pi r_2}{\rho_0} = 1$$
 (2)

gdzie  $\rho_0$  jest opornością powierzchniową. Opisuje to pokrótce sposób van der Pauwa w formie niekonwencjonalnej, i będzie pomocne w dalszym objaśnieniu wynalazku.

# Pomiar pięciopunktowy

W odniesieniu do sposobu według wynalazku, rozważyć można pięć punktowych kontaktów położonych w dowolnych pozycjach *a*, *b*, *c*, *d*, *e* na jednorodnej cienkiej płaszczyźnie przewodzącej, blisko siebie i daleko od krawędzi próbki, jak przedstawiono na Fig. 3. Mierzonych jest pięć oporności czteropunktowych *r*<sub>1</sub>, *r*<sub>2</sub>, *r*<sub>3</sub>, *r*<sub>4</sub>, *r*<sub>5</sub>, a ich wartości są zdefiniowane jako *r*<sub>1</sub> = *r*<sub>abcd</sub>, *r*<sub>2</sub> = *r*<sub>bcde</sub>, *r*<sub>3</sub> = *r*<sub>cdea</sub>, *r*<sub>4</sub> = *r*<sub>deab</sub>, *r*<sub>5</sub> = *r*<sub>eabc</sub>. Funkcja *f*( $\rho$ , *r*<sub>1</sub>, *r*<sub>2</sub>, *r*<sub>3</sub>, *r*<sub>4</sub>, *r*<sub>5</sub>) jest zdefiniowana jako:

$$f(\rho, r_1, r_2, r_3, r_4, r_5) = \sum_{i=1}^{5} (x_i - x_i x_{i+2} - x_i x_{i+1} x_{i+3} + x_i x_{i+2}^2 x_{i+4}) - x_1 x_2 x_3 x_4 x_5,$$
(3)

przy czym  $x_{i+5} = x_i$  stosuje się w celu zdefiniowania  $x_i$  dla wskaźników spoza zakresu 1, ...5, oraz

$$x_i = \exp\frac{4\pi r_i}{\rho}, i = 1,...5.$$
 (4)

Można wykazać, że

$$f(\rho_0, r_1, r_2, r_3, r_4, r_5) = 1, \tag{5}$$

gdzie  $\rho_0$  jest opornością powierzchniową. Tym samym, dla pięciu kontaktów *a*, *b*, *c*, *d*, *e* położonych w dowolnych pozycjach, linia krzywa  $f(\rho, r_1, r_2, r_3, r_4, r_5)$  jako funkcja  $\rho$  przecina linię poziomą o rzędnej 1 w punkcie  $\rho_0$ , który jest opornością powierzchniową. W ten sposób można określić oporność powierzchniową  $\rho_0$ .

Fig. 4a–4f przedstawiają przykłady różnych układów kontaktów, natomiast wykresy  $f(\rho, r_1, r_2, r_3, r_4, r_5)$  przedstawione na Fig. 5a–5f przedstawiają sposób graficznego określenia oporności powierzchniowej  $\rho_0$ . Wartości  $r_i$  według równania (4) w równaniu (3) odpowiadają opornościom czteropunktowym kontaktów położonych na płaszczyźnie z opornością powierzchniową  $\rho_0$ . W niektórych przypadkach nierówno ważnych permutacji krzywe pokrywają się, jednak wszystkie krzywe przecinają linię poziomą o rzędnej równej 1  $\rho = \rho_0$ .

## Wyznaczenie równania dla metody pięciopunktowej

Rozważamy cztery punktowe kontakty w dowolnych pozycjach *a*, *b*, *c*, *d* na jednorodnej nieskończonej cienkiej płaszczyźnie przewodzącej. Z elementarnej analizy wynika, że oporność czteropunktowa *r*<sub>abcd</sub>,

$$r_{abcd} = \frac{\rho_0}{2\pi} \ln \frac{|ac| |bd|}{|ad| |bc|},\tag{6}$$

przy czym |ac| jest odległością między punktami a i c. Parametr  $\rho_0$  jest opornością powierzchniową. Wygodnie jest przeprowadzać dalszą analizę wprowadzając płaszczyznę zespoloną. Traktujemy położenia pięciu kontaktów a, b, c, d, e, jako liczby zespolone (a, b, c, d,  $e \in \mathbb{C}$ ). Z analizy liczb zespolonych wiadomo, że potencjały i natężenia prądu są niezmiennikami transformacji konforemnej obszaru zespolonego. Transformacja Möbiusa:

$$z \to f(z) = \frac{\alpha z + \beta}{\gamma z + \delta} \tag{7}$$

jest przykładem przekształcenia konforemnego płaszczyzny zespolonej w samą siebie (przy czym nie należy mylić *f* w równaniu (7) z *f* w równaniach (1) i (3)). Ma ona taką dodatkową własność, że jest jednoznacznie zdefiniowana przez wskazanie trzech argumentów *z*<sub>1</sub>, *z*<sub>2</sub>, *z*<sub>3</sub>  $\in \mathbb{C}$  i ich obrazów *f*<sub>1</sub>, *f*<sub>2</sub>, *f*<sub>3</sub>  $\in \mathbb{C}$ . Oznacza to, że jeśli wybierze się trzy punkty na płaszczyźnie zespolonej *z*<sub>1</sub>, *z*<sub>2</sub>, *z*<sub>3</sub> i trzy inne punkty *f*<sub>1</sub>, *f*<sub>2</sub>, *f*<sub>3</sub>, to jest możliwym określenie jednoznacznej postaci przekształcenia Möbiusa, tj. współczynników  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ ,  $\delta$  takich, że *f*(*z*<sub>1</sub>) = *f<sub>i</sub>* dla *i* = 1, 2, 3. Rozważania te pokazują, że dla jakichkolwiek trzech punktów *a*, *b*, *c* można określić przekształcenie Möbiusa *f* przez ich transformację do 1, 0 i –1. Równanie (6) wyrażone przez zmienne zespolone ma postać:

$$r_{abcd} = \frac{\rho_0}{2\pi} \ln \frac{|a-c| |b-d|}{|a-d| |b-c|'}$$
(8)

przy czym |*z*| jest modułem liczby zespolonej *z*. Przez bezpośrednie obliczenia można pokazać, że równanie (6) jest niezmiennicze w przekształceniu Möbiusa. Tym samym, nie ograniczając poziomu ogólności, można rozważyć problem czterech kontaktów położonych tak, że trzy spośród nich mają konkretne współrzędne, a = -1, b = 0, c = 1, natomiast dwa inne są położone w pozycjach ogólnych,  $d = \mu_1 + i\nu_1$ ,  $e = \mu_2 + i\nu_2$ , przy czym  $\mu_1$ ,  $\nu_1$ ,  $\mu_2$ ,  $\nu_2$  są liczbami rzeczywistymi. Stosując oznaczenie wprowadzone przez równanie (4), można otrzymać:

$$x_{1} = \frac{(1+\mu_{1})^{2} + \nu_{1}^{2}}{4(\mu_{1}^{2} + \nu_{1}^{2})},$$

$$x_{2} = \frac{(1-2\mu_{1} + \mu_{1}^{2} + \nu_{1}^{2})(\mu_{2}^{2} + \nu_{2}^{2})}{(1-2\mu_{2} + \mu_{2}^{2} + \nu_{2}^{2})(\mu_{1}^{2} + \nu_{1}^{2})},$$
(10)

$$x_{3} = \frac{4(\mu_{1} - \mu_{2})^{2} + 4(\nu_{1} - \nu_{2})^{2}}{(1 + 2\mu_{1} + \mu_{1}^{2} + \nu_{1}^{2})(1 - 2\mu_{2} + \mu_{2}^{2} + \nu_{2}^{2})},$$
(11)

$$x_{4} = \frac{(1+2\mu_{2}+\mu_{2}^{2}+\nu_{2}^{2})(\mu_{1}^{2}+\nu_{1}^{2})}{(1+2\mu_{1}+\mu_{1}^{2}+\nu_{1}^{2})(\mu_{2}^{2}+\nu_{2}^{2})},$$
(12)

$$x_5 = \frac{(1-\mu_2)^2 + \nu_2^2}{4(\mu_2^2 + \nu_2^2)}.$$
(13)

Stosując równania (9) i (13) można obliczyć 
$$\nu_1$$
 i  $\nu_2$ , wprowadzić je do równań (10), (11), (12) a następnie z równań (10) i (12) można obliczyć  $\mu_1$  i  $\mu_2$ . Otrzymujemy wynik:

$$\nu_1 = \pm \frac{\sqrt{4x_1 - (1 + x_1 - x_2 x_5)^2}}{1 - 2x_1 - 2x_2 x_5},$$
(14)

$$\nu_2 = \pm \frac{\sqrt{4x_5 - (1 + x_5 - x_1 x_4)^2}}{1 - 2x_5 - 2x_1 x_4},$$
(15)

$$\mu_1 = \frac{x_2 x_5 - x_1}{1 - 2x_1 - 2x_2 x_5},\tag{16}$$

$$\mu_2 = \frac{x_5 - x_1 x_4}{1 - 2x_5 - 2x_1 x_4}.$$
(17)

Na koniec, wprowadzając  $v_1$ ,  $v_2$ ,  $\mu_1$ ,  $\mu_2$  do równania (11) otrzymuje się zależności pomiędzy  $x_1$ ,  $x_2$ ,  $x_3$ ,  $x_4$ ,  $x_5$  z wyeliminowanymi zmiennymi  $v_1$ ,  $v_2$ ,  $\mu_1$ ,  $\mu_2$ . Ponieważ oporności  $r_i$  w równaniu (3) odpowiadają cyklicznym permutacjom kontaktów, równanie (11) przyjmuje postać (3).

Równania (14) i (15) służą dwóm możliwym rozwiązaniom; tym samym, mogą pojawić się dwa rozwiązania pomiaru oporności powierzchniowej. Efekt ten jest objaśniony na Fig. 5. Rozwiązania niefizyczne pojawiają się odpowiednio dla  $\rho < \rho_0$  (patrz  $\rho \approx 0.4\rho_0$ ,  $\rho \approx 0.92\rho_0$  i  $\rho \approx 0.75\rho_0$  dla Fig. 5b), 5e) i 5f).

W praktyce, już dwa niezależne pomiary o dwóch różnych układach pięciu kontaktów wskażą, która wartość powinna być uznana za oporność powierzchniową. Można wykazać, że pięć pozycji położonych na linii prostej lub na okręgu teoretycznie odpowiada pojedynczemu rozwiązaniu dla  $\rho_0$  (Fig. 5d). Jednakże, niedoskonałe ustawienie kontaktów na linii prostej lub na okręgu daje dwa różne i podobne rozwiązania dla  $\rho_0$ . Takie konfiguracje są trudniejsze w analizie i należy ich unikać podczas mierzenia oporności powierzchniowej.

## Dokładność sposobu

Z równania (3) wynika, że *f* jest niezmiennicza względem jakiejkolwiek permutacji *r<sub>i</sub>*. Tym samym, równanie (5) jest słuszne dla dowolnej permutacji kontaktów. Dokładność wyznaczenia  $\rho_0$  przy użyciu równania (5) zależy od pozycji kontaktów *a*, *b*, *c*, *d*, *e*, a także od permutacji *r<sub>i</sub>*. Przyjmując sensowne założenie, że niepewności wszystkich pomierzonych wartości *r<sub>i</sub>* są takie same, równe  $\delta r$ , niepewność oporności powierzchniowej  $\delta \rho$  można oszacować jako:

$$(\delta\rho)^2 = \left(\frac{\partial f}{\partial\rho}\right)^{-2} \sum_{i=1}^{5} \left(\frac{\partial f}{\partial r_i}\right)^2 (\delta r)^2 \stackrel{\text{def}}{=} u^2 (\delta r)^2.$$
<sup>(18)</sup>

Dla danej kolejności styków *abcde* istnieje pięć permutacji cyklicznych wygenerowanych przez przesunięcie ostatniego elementu na miejsce pierwsze: *abcde*, *eabcd*, *deabc*, *cdeab*, *bcdea*. Podobna sytuacja ma miejsce dla kolejności odwróconej *edcba*. Dla wszystkich tych dziesięciu permutacji parametr niepewności *u* (18) ma tę samą wartość. Tym samym, spodziewane jest 5!/10 = 12 różnych wartości *u*. Niektóre objaśniające to przykłady zostały przedstawione na Fig. 1 i zostały wymienione w tabeli na Fig. 8 (permutacje, dla których jest osiągnięta najlepsza wartość *u* są wskazane przez zaznaczone komórki). Najlepsza dokładność odpowiada najmniejszej wartości *u* lub największemu nachyleniu linii przecinającej linię poziomą o rzędnej równej 1 na Fig. 5a–5f. Ma to miejsce dla pewnej permutacji kontaktów z pozycjami tworzącymi wierzchołki sześciokąta nieforemnego (jak na Fig. 5f i w tabeli według Fig. 8, kolumna 7).

Interesującym jest, jakie są rozwiązania równania (5) dla różnych nierównoważnych permutacji styków *abcde*. Obliczono oporności  $r_i$  (4) dla układów kontaktów przedstawionych na Fig. 5a–5f dla płaszczyzny o oporności powierzchniowej  $\rho_0$  i wykreślono wartości funkcji *f* dla nierównoważnych permutacji styków *abcde*, jak na Fig. 5a–5f. We wszystkich przypadkach funkcja *f* jest równa 1, kiedy  $\rho = \rho_0$ , jak należało się spodziewać na podstawie równania (5).

# System i sposób pomiaru

System do pięciopunktowego sposobu mierzenia oporności powierzchniowej został przedstawiony na Fig. 6. System zawiera pięć kontaktów punktowych 2a, 2b, 2c, 2d, 2e do przyczepienia do próbki 1 przeznaczonej do pomiaru. Zastosowano miernik natężenia prądu i napięcia 3. Miernik 3 jest przystosowany do pomiaru natężenia prądu i napięcia oraz do obliczania oporności *r* między sondami, a wyniki pomiarów wprowadza się do procesora 4 w celu analizy danych. Procesor danych 4 (połączony z miernikiem natężenia prądu i napięcia 3) jest przystosowany do określania oporności powierzchniowej w oparciu o równanie (5) lub równanie będące jego algebraicznym równoważnikiem.

Fig. 7 podsumowuje sposób według wynalazku za pomocą następujących etapów:

- (a) pozycjonuje się (101) pięć kontaktów punktowych (2a, 2b, 2c, 2d, 2e) na próbce (1) w wybranych pozycjach, które są oddalone od krawędzi próbki (1);
- (b) łączy się (102) pięć sond punktowych (2a, 2b, 2c, 2d, 2e) i na układach kontaktów (*abcd*, *bcde*, *cdea*, *deab*, *eabc*) i dokonuje się pomiaru pięciu (103) oporności czteropunktowych (r1 = r<sub>abcd</sub>, r2 = r<sub>bcde</sub>, r3 = r<sub>cdea</sub>, r4 = r<sub>deab</sub>, r5 = r<sub>eabc</sub>);
- (c) za pomocą procesora danych (4) określa się (104) oporność powierzchniową (ρ<sub>0</sub>) w oparciu o równanie f(ρ<sub>0</sub>, r<sub>1</sub>, r<sub>2</sub>, r<sub>3</sub>, r<sub>4</sub>, r<sub>5</sub>) = 1 lub równanie, które jest jego algebraicznym równoważnikiem, przy czym

$$f(\rho, r_1, r_2, r_3, r_4, r_5) = \sum_{i=1}^{5} (x_i - x_i x_{i+2} - x_i x_{i+1} x_{i+3} + x_i x_{i+2}^2 x_{i+4}) - x_1 x_2 x_3 x_4 x_5$$

i

$$x_i = \exp\frac{-4\pi r_i}{\rho}, i = 1, \dots 5$$

W szczególnych przykładach realizacji sposobu do pomiaru w etapie 103 oporności pomiędzy kontaktami punktowymi dla każdej konfiguracji kontaktów stosuje się miernik prądu i napięcia 3 sprzężony z procesorem danych 4.

#### Przykład

Dysk o średnicy 150 mm wykonany ze stopu Cr-Co-Fe-Al o wysokiej oporności zmierzono aparatem znanym ze stanu techniki, tak jak opisano w publikacji "Precise Measurement of Inhomogeneity of 2-D System by Six-Point Method" autorstwa K. Szymańskiego i P. Zaleskiego (IEEE Trans. Instr. Meas. 66 (2017) 1243). Pomiar wykonano w warunkach normalnego otoczenia, bez stabilizacji temperatury. Pomiar średniej oporności czterech sond zrealizowano przez automatyczną zmianę natężenia prądu i napięcia styków w celu uzyskania wszystkich permutacji *abcd*. Z zastosowaniem twierdzenia o zastępczych elementach obwodów, słusznego dla dowolnych oporności czteropunkowych:  $r_{abcd} - r_{acbd} + r_{adbc} = 0$ ,  $r_{abcd}$  i jego niepewność  $\delta r_{abcd}$  oszacowano jako średnie:

$$\bar{r}_{abcd} = \frac{1}{2} (\langle r_{abcd} \rangle + \langle r_{acbd} \rangle - \langle r_{adbc} \rangle), \tag{14}$$

$$\delta \bar{r}_{abcd} = \langle r_{abcd} \rangle - \langle r_{acbd} \rangle + \langle r_{adbc} \rangle, \tag{15}$$

gdzie

$$\langle r_{abcd} \rangle = \frac{1}{8} (r_{abcd} + r_{badc} + r_{cdab} + r_{dcba} - r_{bacd} - r_{abdc} - r_{dcab} - r_{dcab}).$$
 (16)

Wszystkie pomiary wykonano przy stabilizowanym natężeniu prądu 100, 200, 300, 400 mA, a oporności ekstrapolowano do zerowego natężenia prądu celem wyeliminowania , ewentualnych nieliniowości prądu.

Wyniki dwóch niezależnych eksperymentów przedstawiono w rzędach 1 i 2 tabeli według Fig. 9. Kontakty rozmieszono zgodnie z Fig. 4c umieszczając je ręcznie na okręgu o średnicy 15 mm. W przypadku kontaktów *abcde* (Fig. 4c) na umieszczonych na nieskończonej płaszczyźnie, teoretyczne wartości oporności ( $r_1$ ,  $r_2$ ,  $r_3$ ,  $r_4$ ,  $r_5$ ) =  $\rho(+2, +1, -1, -1, +1)\ln 2/(4\pi)$ . Widocznym jest, że ze względu na niedoskonałe ustawienie kontaktów, zgodność i odtwarzalność zmierzonych wartości  $r_i$  w rzędzie 1 i 2 jest słaba, natomiast oszacowane oporności powierzchniowe  $\rho$  (2) są sobie bliskie. Inne niezależne doświadczenie wykonano dla kolejności kontaktów *abdce* i wyniki przedstawiono w rzędzie 3 i 4 tabeli według Fig. 9. Podobne doświadczenie wykonano dla kontaktów położonych na okręgu o średnicy 2,8 mm (rzędy 5, 6). Wyniki analizy dotyczące równań (5) i niepewności (18) przedstawiono odpowiednio w kol. 7, 8. Wszystkie wyniki pozostają w dobrej zgodności z wynikami standardowych pomiarów van der Pauwa wykonanych z kontaktami położonymi na krawędzi dysku: dziesięć niezależnych pomiarów daje  $\rho = 25,670(7)$  mΩ.

## Zastosowanie praktyczne

W sposobie van der Pauwa oporność powierzchniową mierzy się na kształcie o dobrze zdefiniowanej krawędzi. Ponieważ oporność powierzchniowa jest pewnego rodzaju własnością masową (lub planarną), krawędź może mieć wpływ na pomiary, ponieważ wprowadza ona granicę, która co do zasady ma inne własności od tych, które ma wnętrze. Inną zaletą jest to, że przez odpowiednią separację między stykami można zmieniać skalę przestrzenną pomiarów. W szczególności prezentowany sposób może być wykorzystywany do pomiaru obiektu planarnego w skali nanometrycznej z sondą lokalną.

Własności transportowe w pobliżu krawędzi nie muszą być takie same jak swoiste własności próbki planarnej. W tym kontekście sposób pięciopunktowy umożliwia wykorzystanie lokalnej sondy, i przeprowadzenie pomiaru nie zaburzanego efektami krawędziowymi.

Jednym spośród zastosowań praktycznych niniejszego wynalazku jest zastosowanie warstw molekularnych jako standardu oporności powierzchniowej, co ma znaczenie w metrologii. Ten typ standardu oporności powierzchniowej byłby uzupełniający względem niedawno ogłoszonego obliczalnego stosunku oporności, jak omówiono w publikacji "Using a Natural Ratio to Compare DC and AC Resistances" autorstwa K. M. Yu i in. (IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement 2020).

Wskazywano, że polimerowe sfery wielkości mikrometrów pokryte warstwą metaliczną zmierzono z zastosowaniem sposobu van der Pauwa, gdzie do analizy danych zastosowano metodę obliczeniową elementów skończonych ("Resistance Analysis of Spherical Metal Thin Films Combining Van Der Pauw and Electromechanical Nanoindentation Methods" autorstwa M. Bazilchuka i in. (Journal of Electronic Materials, 47 (2018) 6378), lub ogniskowaną wiązkę jonów zastosowano do wyfrezowania struktur w kształcie krzyży dla pomiarów van der Pauwa z czterema sondami ("Electrical four-point probing of spherical metallic thin films coated onto micron sized polymer particles" autorstwa S. R. Pettersena i in. (Appl. Phys. Lett. 109 (2016) 043103)). Ponieważ sfera w sensie funkcji homograficznej jest równoważna płaszczyźnie, to sposób pięciopunktowy według wynalazku można zastosować do pomiaru oporności powierzchniowej warstw sferycznych. Sposób według wynalazku może być odpowiedni do tego typu pomiarów i może być potencjalnie stosowany do obiektów o wymiarach mikro- i nano- metrycznych, ponieważ wyniki pomiaru nie zależą od pozycji sond, w tych przypadkach trudnych do kontrolowania.

Sposób według wynalazku jest szczególnie odpowiedni do kontrolowania własności warstw metalicznych deponowanych na polimerach. W zastosowaniach komercyjnych warstwy metaliczne są deponowane na powierzchniach niekoniecznie płaskich. Warstwy zakrzywione nie mogą być dokładnie mierzone technikami z czterema sondami, ponieważ krzywizna powierzchni ma wpływ na odległości między sondami. W przypadku sposobu według wynalazku, ponieważ pozycja sondy nie wpływa na wyniki pomiarów, sondy mogą być położone na warstwach mających wyraźną krzywiznę.

Innym istotnym polem dla zastosowania niniejszego wynalazku jest mikroskopia skaningowa. Cztery sondy można zamocować w pewnych pozycjach na wnętrzu próbki, daleko od krawędzi i daleko od obszaru zainteresowania, natomiast piąta sonda może być zastosowana do przeprowadzenia skanowania. W niniejszym wynalazku, w przypadku próbki jednorodnej, rozwiązanie równania (5) powinno przynieść stałą wartość  $\rho_0$ , niezależnie od pozycji piątej sondy. W przeciwnym przypadku wyniki wykażą niejednorodności próbki.

Wynalazek opisano w odniesieniu do ograniczonej liczby przykładów wykonania, należy jednak zauważyć, że możliwe są różne jego odmiany, modyfikacje i inne zastosowania. Tym samym, zastrzegany wynalazek, jak podano w poniższych zastrzeżeniach, nie jest ograniczony do opisanych tu przykładów wykonania.

# Zastrzeżenia patentowe

- - (a) pozycjonuje się (101) pięć kontaktów punktowych (2a, 2b, 2c, 2d, 2e) na próbce (1) w wybranych pozycjach, które są oddalone od krawędzi próbki (1);
  - (b) łączy się (102) pięć kontaktów punktowych (2a, 2b, 2c, 2d, 2e) w pięciu konfiguracjach, przy czym każda konfiguracja obejmuje inny zestaw czterech kontaktów punktowych (*abcd*, *bcde*, *cdea*, *deab*, *eabc*) i mierzy się (103) oporności (r<sub>1</sub> = r<sub>abcd</sub>, r<sub>2</sub> = r<sub>bcde</sub>, r<sub>3</sub> = r<sub>cdea</sub>, r<sub>4</sub> = r<sub>deab</sub>, r<sub>5</sub> = r<sub>eabc</sub>) między czterema kontaktami punktowymi dla każdej konfiguracji;
  - (c) za pomocą procesora danych (4) określa się (104) oporność powierzchniową (ρ<sub>0</sub>) w oparciu o równanie f(ρ<sub>0</sub>, r<sub>1</sub>, r<sub>2</sub>, r<sub>3</sub>, r<sub>4</sub>, r<sub>5</sub>) = 1, przy czym

$$f(\rho, r_1, r_2, r_3, r_4, r_5) = \sum_{i=1}^{5} (x_i - x_i x_{i+2} - x_i x_{i+1} x_{i+3} + x_i x_{i+2}^2 x_{i+4}) - x_1 x_2 x_3 x_4 x_5$$

oraz

$$x_i = \exp\frac{-4\pi r_i}{\rho}, i = 1, \dots 5$$

- Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że względne pozycje pięciu kontaktów punktowych (2a, 2b, 2c, 2d, 2e) obejmują: {(1,00; 0,00), (0,45; 0,24), (-0,95; 0,30), (-0,95; -0,30), (-0,30; -0,81)}, każda w zakresie ±0,05.
- Sposób według zastrz. 1 znamienny tym, że pozycjonuje się więcej niż pięć kontaktów w etapie (a) i przeprowadza się etapy (b) i (c) dla różnych zestawów pięciu kontaktów dla uzyskania niezależnej informacji o mierzonej oporności powierzchniowej dla każdego zestawu.
- 4. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że jeden spośród kontaktów jest kontaktem skanującym (2e) i sposób obejmuje powtarzanie etapów (a)–(c), przy czym etap (a) w kolejnych iteracjach obejmuje zmianę pozycji kontaktu skanującego (2e), tak, że określona oporność powierzchniowa (ρ<sub>0</sub>) w etapie (c) dla kolejnych iteracji może być zastosowana do określania rozkładu planarnego oporności powierzchniowej odpowiadającego pozycjom kontaktu skanującego (2e).
- System do określania oporności powierzchniowej próbki (1) przez zastosowanie kontaktów punktowych, przy czym system zawiera:

pięć kontaktów punktowych (2a, 2b, 2c, 2d, 2e) do pozycjonowania na próbce (1); miernik (3) natężenia prądu i napięcia, który mierzy natężenie i napięcie oraz oblicza wartości oporności ( $r_1 = r_{abcd}, r_2 = r_{bcde}, r_3 = r_{cdea}, r_4 = r_{deab}, r_5 = r_{eabc}$ ) między kontaktami punktowymi (2a, 2b, 2c, 2d, 2e);

procesor danych (4) połączony z miernikiem (3), który określa oporność powierzchniową ( $\rho_0$ ) w oparciu o równanie  $f(\rho_0, r_1, r_2, r_3, r_4, r_5) = 1$ , przy czym

$$f(\rho, r_1, r_2, r_3, r_4, r_5) = \sum_{i=1}^{5} (x_i - x_i x_{i+2} - x_i x_{i+1} x_{i+3} + x_i x_{i+2}^2 x_{i+4}) - x_1 x_2 x_3 x_4 x_5$$

oraz

$$x_i = \exp\frac{-4\pi r_i}{\rho}, i = 1, \dots 5.$$

przy czym wartości oporności ( $r_1 = r_{abcd}$ ,  $r_2 = r_{bcde}$ ,  $r_3 = r_{cdea}$ ,  $r_4 = r_{deab}$ ,  $r_5 = r_{eabc}$ ) odpowiadają opornościom czteropunktowym otrzymanym z miernika natężenia prądu i napięcia (3) podczas procedury, która obejmuje:

- (a) pozycjonowanie pięciu kontaktów punktowych (2a, 2b, 2c, 2d, 2e) na próbce (1) w wybranych pozycjach, które są oddalone od krawędzi próbki (1);
- (b) łączenie pięciu kontaktów punktowych (2a, 2b, 2c, 2d, 2e) w pięciu konfiguracjach (*abcd*, *bcde*, *cdea*, *deab*, *eabc*) i mierzenie przez miernik natężenia prądu i napięcia (3) oporności dla każdej konfiguracji.













Fig. 4a

Fig. 4b





Fig. 4d









Fig. 6



Fig. 7

	konfiguracja na Fig. 4								
	<i>a</i> )	<i>b</i> )	c)	ď)	e)	ſ			
1	2	3	4 nr kolu	mny <sub>5</sub>	6	7			
koleiność styków			wartos	sci u					
abcde	9.2645	8.0598	7.8503	7.7553	7.6640	7.9960			
abced	12.1759	9.8712	7.8503	10.7385	10.7607	12.2412			
abdce	11.8512	10.9131	11.1020	14.5819	14.0250	12.2788			
abdec	16.0465	14.3426	13.5971	13.8405	13.5932	13.1827			
abecd	9.2645	8.0598	7.8503	12.5484	11.8171	11.0600			
abedc	11.8512	10.9131	11.1020	9.0121	8.4061	7.7088			
acbde	17.8861	15.4334	13.5971	10.7385	10.7607	9.8877			
acbed	16.2879	13.5667	11.1020	7.7553	7.6640	8.3260			
acdbe	16.0465	14.3426	13.5971	12.5484	11.8171	8.3811			
acebd	17.8861	15.4334	13.5971	14.5819	14.0250	12.4962			
adbce	16.2879	13.5667	11.1020	13.8405	13.5932	12.6754			
adcbe	12.1759	9.8712	7.8503	9.0121	8.4061	6.8050			

Fig. 8

	$r_1 [m\Omega]$	$r_2 [m\Omega]$	$r_3 [\mathrm{m}\Omega]$	$r_4 [m\Omega]$	$r_5 [m\Omega]$	$\rho [m\Omega]$	$\delta \rho [m\Omega]$
1	2	3	4	5	6	7	8
abcde	+2.860(1)	+1.830(1)	-1.491(2)	-1.6730(7)	+1.094(1)	26.25	0.01
abcde	+3.053(2)	+0.877(2)	-1.181(1)	-1.222(1)	+1.855(3)	26.19	0.01
abdce	-3.0309(7)	-0.9874(9)	+1.145(1)	+1.8502(9)	+0.708(1)	26.19	0.01
abdce	-1.851(1)	-1.886(1)	+0.863(2)	+3.0298(7)	+1.8874(6)	26.18	0.01
abcde	+3.682(1)	+1.1031(8)	-0.184(6)	-0.256(2)	+1.037(2)	25.74	0.02
abcde	+3.053(2)	+0.877(2)	-1.182(1)	-1.222(1)	+1.855(3)	26.19	0.01

Fig. 9