

НИЗКОТЕМПЕРАТУРНАЯ ЯЧЕЙКА ДЛЯ ПРОВЕДЕНИЯ ВЫСОКОЧАСТОТНЫХ ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ ПОЛУПРОВОДНИКОВЫХ УСТРОЙСТВ

© 2021 г. К. П. Аймаганбетов^{a,*}, А. У. Алдияров^b, С. Р. Жантуаров^a,
Н. Ж. Алмасов^{a,c}, Е. И. Теруков^d, Н. С. Токмолдин^{e,**}

^a Satbayev University, Физико-технический институт, Алматы, Казахстан

^b Казахский национальный университет им. аль-Фараби, Алматы, Казахстан

^c Назарбаев Университет, Нур-Султан, Казахстан

^d ООО «НТЦ тонкопленочных технологий в энергетике» при ФТИ им. А.Ф. Иоффе,
Санкт-Петербург, Россия

^e Universität Potsdam, Потсдам, Германия

*e-mail: kazybek012@gmail.com

**e-mail: tokmoldin@uni-potsdam.de

Поступила в редакцию 26.01.2021 г.

После доработки 12.04.2021 г.

Принята к публикации 28.04.2021 г.

Приведено описание экспериментальной измерительной ячейки, предназначенной для исследования электрофизических характеристик полупроводниковых элементов при низких температурах. В отличие от традиционных двухконтактных установок такого типа, разработанная экспериментальная ячейка имеет три измерительных контакта, позволяющих проводить электрофизические измерения плоских и объемных образцов. Рабочий температурный диапазон ячейки составляет ≥ 16 К. Проведены измерения импедансных характеристик гетеропереходного кремниевого и перовскитного солнечных элементов в диапазонах частоты от 100 Гц до 5 МГц и температуры 120–300 К. Результаты измерений удовлетворительно согласуются с литературными данными.

DOI: 10.31857/S0032816221050165

ВВЕДЕНИЕ

Известно, что параметры среды, окружающей исследуемые образцы, оказывают влияние на качество измерений их электрофизических свойств [1]. Особенно чувствительными в этом отношении являются измерения свойств полупроводниковых материалов, проводимые при низких температурах. Основная проблема в таких случаях состоит в конденсации атмосферных паров на образце, что может приводить к искажению и потере сигнала. Стабилизация температуры образца и окружающей его атмосферы является важным условием проведения качественных низкотемпературных измерений. При таких измерениях обычно используют криостаты (или охлаждающие системы замкнутого цикла) [2–4]. При этом проведение конкретного вида измерений предполагает, как правило, наличие отдельного криостата или уникальной измерительной ячейки, адаптированной под тип, размер и форму образцов [5–10]. Таким образом, одной из технически важных задач при комплексном исследовании свойств ма-

териалов является поиск возможности проведения измерений образцов различных видов, дающих комплементарную информацию, при использовании одного и того же измерительного устройства.

В настоящей статье описана разработанная нами измерительная ячейка низкотемпературного криостата для исследования электрофизических свойств материалов методом импеданс-спектроскопии, а также приведены результаты измерений импедансных характеристик гетеропереходного кремниевого и органоаллоидного перовскитного солнечных элементов. В целом работа направлена на создание комплексной измерительной установки, объединяющей в себе низкотемпературную ячейку, трехконтактный универсальный держатель образцов и импеданс-спектрометр (HF2 Impedance Spectroscopy, Zurich instruments), для проведения измерений в частотном диапазоне от 0.7 мкГц до 50 МГц.

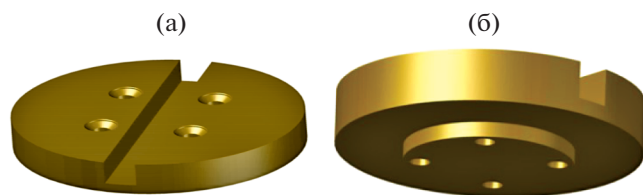


Рис. 1. Внешний вид подложки для размещения образцов: а – вид сверху, б – вид снизу.

ИЗМЕРИТЕЛЬНАЯ УСТАНОВКА

Измерительная ячейка разработана на основе микрокриогенной машины Cryomech Model ST15 Cryostat. Основной частью измерительной ячейки является подложка с вмонтированным в нее электрическим контактом, предназначенным для снятия электрического сигнала с исследуемых образцов. Внешний вид подложки приведен на рис. 1. Подложка диаметром 45 мм и высотой 7 мм изготовлена из меди для обеспечения высокой теплопроводности. Она устанавливается на верхний охлаждаемый фланец второй ступени микрокриогенной машины, работающей по циклу Гиффорда–Мак-Магона. Для согласования размеров подложки с геометрическими размерами верхней части фланца криостата предусмотрен выступ высотой 2 мм и диаметром 25 мм. В нижней части подложки выполнена канавка для установки термодатчика. Для проведения измерений при различных температурных режимах система оснащена терморегулятором.

Одной из задач настоящей работы была разработка нижнего измерительного контакта (рис. 2) для возможности тестирования как пленочных образцов полупроводниковых фотоэлементов (с положительным и отрицательным контактами, расположенными с одной стороны фотоактивной пленки), так и объемных образцов (с электрическими контактами, расположенными по обе стороны фотоактивной пленки). Для размещения нижнего контакта был вырезан шлиц шириной и глубиной 5 мм вдоль диаметра подложки. Корпус 3 контакта выполнен из текстолитового материала и выполняет роль изолятора. Длина корпуса

45 мм, площадь поперечного сечения $3 \times 5 \text{ мм}^2$. Корпус крепится на подложке при помощи шурупов. Позолоченная плоская контактная пружина 1 установлена в специальном углублении корпуса. Текстолитовая вставка выровнена с поверхностью подложки путем полировки для обеспечения качественного теплового контакта образца с подложкой. Вдоль оси корпуса выполнено отверстие для вывода коаксиального измерительного кабеля 2.

Важным компонентом измерительной системы являются верхние измерительные контакты. Устройство верхней части контактной системы измерительной ячейки приведено на рис. 3. Верхний измерительный контакт состоит из двух изготовленных из дюралюминия стоек: подвижной 5 длиной 35 мм и неподвижной высотой 25 мм. Неподвижная стойка зафиксирована на борту микрокриогенной машины 6, при этом подвижная стойка способна поворачиваться в азимутальном направлении. Прижим контакта к образцу обеспечивается посредством спиралевидной пружины, закрепленной между подвижной 5 и вертикальной неподвижной стойками. Упругость пружины подобрана таким образом, чтобы не допустить повреждения поверхности измеряемого образца. Подвижное соединение двух частей стоек с помощью специального подшипника ($D = 4 \text{ мм}$) обеспечивает контакт исследуемого образца 1, расположенного на измерительной подложке 7, с нижним электрическим контактом. Позолоченный электрический контакт 2 с помощью изолирующего эпоксидного клея 3 закреплен на кончике подвижной стойки. Металлический контакт 2 соединен с коаксиальным кабелем 4.

Общий вид низкотемпературной измерительной установки приведен на рис. 4. Подложка 9 крепится сверху на верхний фланец микрокриогенной машины. Закрепленный на подложке образец 7 закрыт сверху дюралюминиевой крышкой 2 диаметром 80 и высотой 60 мм, в которой выполнено смотровое окно 5 диаметром 30 мм. Крышка соединяется посредством болтов с корпусом 1, что позволяет изолировать образец от окружающей среды. Борт микрокриогенной машины, на котором закреплена измерительная си-

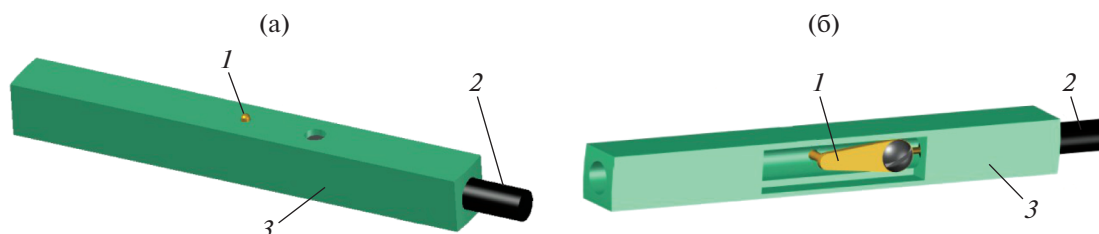


Рис. 2. Общий вид нижнего электрического контакта: а – вид сверху, б – вид снизу. 1 – позолоченная контактная пружина, 2 – коаксиальный кабель, 3 – корпус из текстолита.

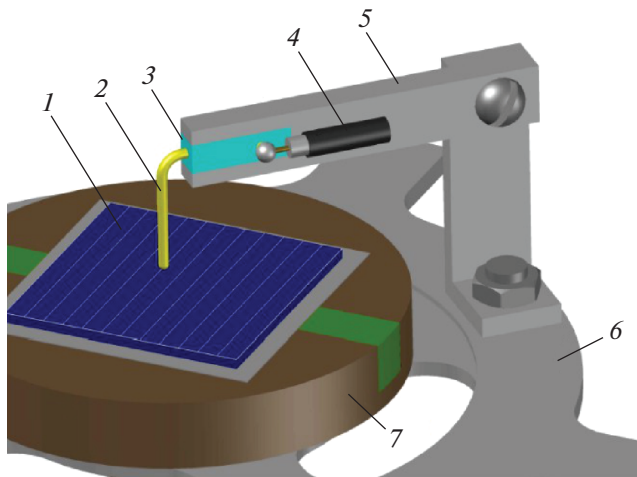


Рис. 3. Контактная система измерительной ячейки, верхняя контактная часть системы. 1 – исследуемый образец, 2 – электрический контакт, 3 – крепление контакта, 4 – коаксиальный кабель, 5 – подвижная стойка, 6 – борт микрокриогенной машины, 7 – подложка.

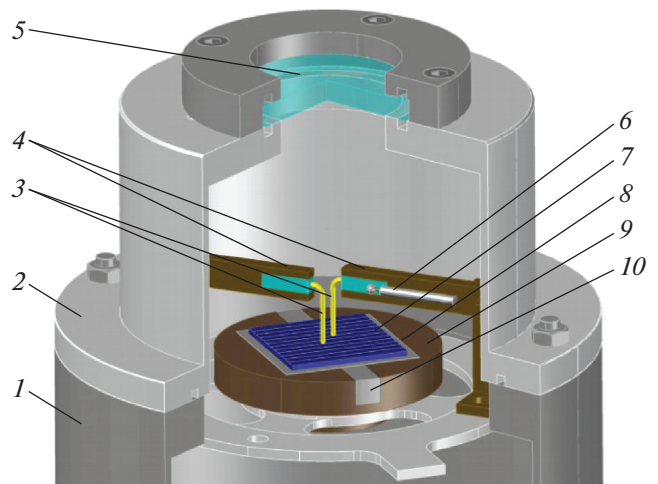


Рис. 4. Низкотемпературная измерительная установка. 1 – корпус микрокриогенной машины; 2 – крышка ячейки; 3 – электрические контакты; 4 – держатели контактов; 5 – смотровое окно; 6 – коаксиальный кабель; 7 – исследуемый образец; 8 – слюдяной изолятор; 9 – подложка; 10 – держатель нижнего контакта.

стема, не имеет теплового контакта с корпусом криогенератора. Узел, изображенный на рис. 4, является герметичным, позволяя поддерживать внутреннее давление не выше 10^{-4} Торр. Для соединения корпуса микрокриогенной машины с крышкой ячейки, а также корпуса микрокриогенной машины со смотровым окном использованы резиновые кольцевые прокладки. После стабилизации требуемой температуры сигнал с образца снимается при помощи позолоченных контактов 3, закрепленных в держателях 4 и 10 и соединенных с коаксиальным кабелем марки РК-50 (6), имеющим волновое сопротивление 50 Ом.

Для измерения и регулировки температуры подложки был установлен датчик температуры Silicon diode, Scientific Instruments, Inc. Model Si-400, управляемый регулятором температуры 9600-1 от Scientific Instruments, Inc. Реальная температура исследуемого образца устанавливается вследствие теплового баланса между внешним теплопритоком, теплопроводностью образца и электроизолирующего материала. Для точного измерения температуры на образце дополнительно установлена термопара производства LakeShore, тип E, с погрешностью измерений до 0.5 К. Измерительный конец датчика температуры находится в тепловом контакте с образцом.

ПРИМЕНЕНИЕ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОЙ МИКРОКРИОГЕННОЙ ЯЧЕЙКИ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ХАРАКТЕРИСТИК СОЛНЕЧНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ

При помощи изготовленной измерительной ячейки были проведены измерения полупровод-

никовых образцов методом импедансной спектроскопии. В качестве исследуемых образцов были выбраны гетеропереходный кремниевый солнечный элемент с контактами, выведенными по разные стороны подложки, и гибкий перовскитный солнечный элемент на подложке PET с контактами, расположенными с одной стороны подложки. Вследствие того что при точечных измерениях двухконтактным методом сопротивление контактов может вносить большой вклад в измеряемое сопротивление изучаемой структуры, поверхности образцов покрывали металлическими электродами для минимизации внутреннего сопротивления при измерениях и предотвращения возможности окисления. Кремниевый солнечный элемент с одной стороны покрывали слоем оксида индия–олова с токоотъемными нитями из серебросодержащей пасты, а с другой стороны – слоем серебра. На рабочую сторону перовскитного солнечного элемента термовакuumным напылением наносили контакты из золота. Размеры кремниевого солнечного элемента составляли $\sim 5 \times 5$ мм, а перовскитного солнечного элемента – 25×25 мм. Это соответственно минимальные и максимальные размеры исследуемых образцов для данной ячейки.

Были проведены измерения частотных зависимостей в диапазоне от 100 Гц до 5 МГц темновых комплексных сопротивлений гетеропереходного кремниевого солнечного элемента при различной температуре образца. Соответствующие кривые Найквиста представлены на рис. 5. Согласно полученным данным, комплексное сопро-

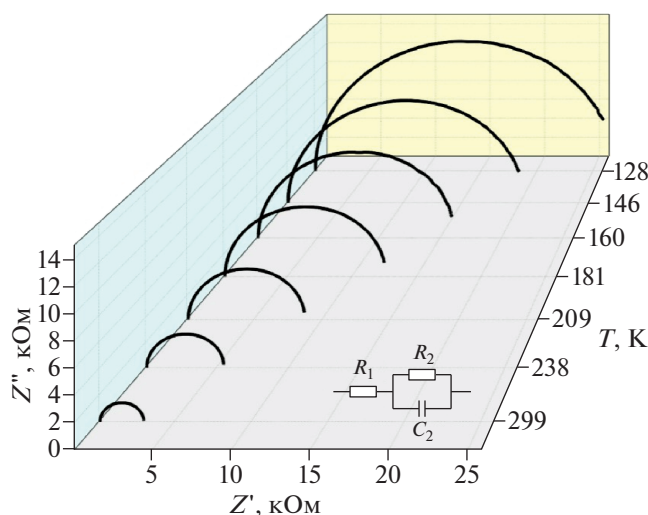


Рис. 5. Кривые Найквиста кремниевого образца при различных температурах.

тивление образца возрастает от 3 кОм при 299 К до 25 кОм при 128 К.

Далее аналогичным образом исследовался перовскитный солнечный элемент с архитектурой PЕТ/ITO/SnO₂/CH₃NH₃PbI₃/Spiro-Me-TAD/Au. Были измерены темновые комплексные сопротивления этого элемента при различной температуре образца. Температурный диапазон варьировался от комнатной температуры (298 К) до 127 К. Результаты измерений приведены на рис. 6. Амплитуда темнового комплексного сопротивления образца возрастала с уменьшением температуры от ≈25 кОм при 298 К до 120 кОм при 127 К. Параметры элементов эквивалентной схемы, представленной на рис. 5, для разных образцов приведены соответственно в табл. 1 и 2.

Полученные значения параметров эквивалентной схемы согласуются с ожидаемыми физическими характеристиками исследуемых солнечных элементов. В частности, последовательное сопротивление R₁ представляет собой суммарное омическое сопротивление, включающее в себя со-

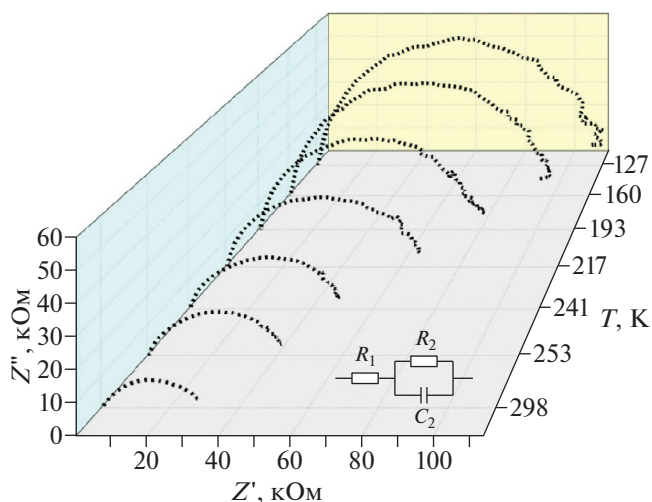


Рис. 6. Кривые Найквиста перовскитного элемента в диапазоне температур 127–298 К.

противление электродов, барьерных контактов и объемное сопротивление полупроводникового материала, в то время как параллельное сопротивление R₂ характеризует внутреннее сопротивление полупроводника и связано с процессом переноса зарядов в нем, а C₂ соответствует барьерной емкости [11]. При этом влияние температуры на каждый из этих параметров различное. Так, в рассматриваемом температурном диапазоне R₁ изменяется незначительно, а величина параллельного сопротивления R₂ (сопротивления рекомбинации) уменьшается в 4 раза при повышении температуры от 127 до 297 К. При этом изменение R₂ соответствует поведению внутреннего сопротивления полупроводниковых солнечных элементов при изменении температуры, связанному с ростом подвижности носителей заряда [12, 13]. Суммарное изменение параметров параллельной RC-цепочки рассматриваемых эквивалентных схем описывается зависимостью времени релаксации τ от температуры, демонстрируя активационный характер процессов, отвечающих за транспорт носителей в исследуемых структурах.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Представлен вариант измерительной ячейки для микрокриогенной машины, позволяющей осуществлять низкотемпературные измерения плоских тонкопленочных образцов с электрическими контактами, выведенными как на одну, так и на обе стороны образца. Ключевыми элементами низкотемпературной измерительной ячейки являются медная подложка специальной формы и электрическая трехконтактная измерительная система, состоящая из одного нижнего и двух верхних контактов. При помощи данной микрокрио-

Таблица 1. Параметры эквивалентной схемы для кремниевого гетеропереходного солнечного элемента

T, K	R ₁ , Ом · см ²	R ₂ , Ом · см ²	C ₂ , 10 ⁻⁸ Ф/см ²	τ, мс
128	78.16	13446.00	2.56	0.347
146	88.93	10095.00	2.74	0.279
160	96.00	8075.00	2.82	0.237
181	98.84	6269.50	2.76	0.172
209	96.27	4313.55	2.78	0.124
238	100.09	2698.00	3.00	0.0845
299	79.01	1443.50	3.12	0.0464

Таблица 2. Параметры эквивалентной схемы для перовскитного солнечного элемента

T, K	$R_1, \text{Ом} \cdot \text{см}^2$	$R_2, \text{Ом} \cdot \text{см}^2$	$C_2, 10^{-9} \text{Ф/см}^2$	$\tau, \text{мс}$
127	447.80	109863.60	9.70	1.07
160	408.60	95200.20	9.81	0.934
193	369.70	81365.70	9.42	0.767
217	355.30	66651.00	10.8	0.717
241	323.90	48561.80	13.8	0.672
253	301.80	40929.50	15.4	0.629
297	299.00	28030.90	19.7	0.551

генной ячейки измерены спектры частотной зависимости комплексного сопротивления солнечных элементов на основе кремния и органогаллоидных перовскитов в диапазонах частоты от 100 Гц до 5 МГц и температур от 120 до 300 К, определены электрофизические характеристики. Представленная низкотемпературная ячейка позволяет измерять температурные зависимости импедансных спектров различных полупроводниковых приборов с целью исследования их электрофизических свойств.

ФИНАНСИРОВАНИЕ РАБОТЫ

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Республики Казахстан, гранты AP05133651, AP09260940.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Flickett F.R.* Electrical properties of materials and their measurement at low temperatures. Washington D.C.: Government Printing Office, 1982.
2. *Ekin J.* Experimental techniques for low-temperature measurements: cryostat design, material properties and superconductor critical-current testing. NY.: Oxford U. Press, 2006. ISBN 978-0-19-857054-7. <https://doi.org/10.1063/1.2743130>
3. *Flynn T.M.* Cryogenic Engineering. 2nd Edition. NY.: Marcel Dekker, 1997. P. 158–180.
4. *Parma V.* Cryostat Design. CERN, 2014. arXiv: 1501.07154.
5. *Das A., Das P., Banerjee S., Reza A., Bannerjee K.D.* A Study for Developing a Cryostat for Circuit Testing at Low Temperatures // Excerpt from the Proceedings of the 2015 COMSOL Conference in Pune. https://www.comsol.de/paper/download/295521/das_poster.pdf
6. *Moliá J., Ibarra A., Mariñeda J., Zamarro J.M., Hernández A.* Dielectric properties measurement system at cryogenic temperatures and microwave frequencies. Madrid: Ciemat 735, 1994. https://inis.iaea.org/collection/NCLCollectionStore/_Public/26/008/26008650.pdf
7. *Singh M., Chaujar R., Rakshit R.K.* // Current Science. 2018. V. 115. № 6. P. 1085. <https://doi.org/10.18520/CS/V115/I6/1085-1090>
8. *Novak P., Pechousek J., Malina O., Navarik J., Machala L.* // AIP Conference Proc. 2014. V. 1622. № 1. P. 67. <https://doi.org/10.1063/1.4898612>
9. *Thakkar H., Joshi S.U., Dave B.V., Trivedi S.J.* // Journal of Sci-Tech Research. 2010. V. 1. Issue 2. P. 30. <https://www.researchgate.net/publication/327437887>
10. *Singh Y.* // International Journal of Modern Physics: Conference Series. 2013. V. 22. P. 741. <https://doi.org/10.1142/S2010194513010969>
11. *Zhang Y., Li L., Yuan S., Li G., Zhang W.* // Electrochimica Acta. 2013. V. 109. P. 221. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2013.07.152>
12. *Garland J.E., Crain D.J., Roy D.* // Solar Energy. 2011. V. 85 (11). P. 2912. <https://doi.org/10.1016/j.solener.2011.08.029>
13. *Wang M., Yim W.-L., Liao P., Shen Y.* // Chemistry Select. 2017. V. 2 (16). P. 4469. <https://doi.org/10.1002/slct.201700776>