

Ermittlung spezifischer Materialkennwerte von Schichten mittels Interdigital-Elektroden

Jörg Exner und Ralf Moos

Lehrstuhl für Funktionsmaterialien, Universität Bayreuth, Deutschland

Kontakt: funktionsmaterialien@uni-bayreuth.de

Zusammenfassung

Eine einfache aber genaue Ermittlung von spezifischen Materialkennwerten ist nicht nur für die Materialforschung, sondern auch in der späteren Anwendung von großem Interesse. Gerade Interdigital-Elektroden ermöglichen ein besonders einfaches Aufbringen der Beschichtung, da keine Deckelektrode benötigt wird, erschweren aber im Gegenzug die Bestimmung von elektrischen Materialkennwerten durch einen komplexen, zunächst unbekanntem Verlauf der Feldlinien. In dieser Arbeit wird deshalb ein einfach anzuwendender und nur von der Dicke der Schicht abhängiger Korrekturfaktor F_{geo} vorgestellt, welcher durch eine Modellierung und Simulation mit der Software COMSOL Multiphysics ermittelt wurde. Eine Validierung erfolgt anhand von siebgedruckten bzw. per Aerosoldeposition (ADM) erzeugten ionenleitfähigen 8YSZ-Schichten verschiedener Dicken. Die ermittelten Leitfähigkeiten σ stimmen für alle Schichtdicken gut mit der Literatur überein.

Keywords: Interdigital-Elektroden, spezifische Materialkennwerte, Simulation, Korrekturfaktor

Einleitung

Die genaue Bestimmung elektrischer Kennwerte von Schichten (z.B. die Leitfähigkeit σ oder die Permittivität ϵ_r) ist für viele Anwendungen in der Sensorik [1] und Materialforschung [2] von großem Interesse. Um zu vermeiden, dass auf die Schichten eine Deckelektrode aufgebracht werden muss, können alternativ Schichten auf Interdigital-Elektroden (IDE) aufgebracht werden. Hierfür wird das zu beschichtende Substrat zuerst mit der Interdigital-Elektrode z.B. mittels Siebdruck oder einem strukturierten Dünnschichtprozess versehen, und anschließend der gegebenenfalls notwendige Einbrenn- bzw. Auslagerungsschritt durchgeführt. Die abschließend aufgebraute Beschichtung kann danach im Idealfall direkt elektrisch vermessen werden, ohne weitere Prozessschritte erforderlich zu machen. Folglich können auch temperaturempfindliche, mechanisch anfällige oder poröse Beschichtungen untersucht werden.

Will man damit nicht nur geometrieabhängige Impedanzen Z , sondern auch spezifische Materialkenngrößen bestimmen, muss eine genaue Feldverteilung bekannt sein. Zwar ist dieses Thema bereits oft in der Literatur behandelt worden, jedoch soll hier ein relativ einfach anzuwendendes Verfahren vorgestellt werden. Dieses verwendet lediglich einen simulationsbasierten Korrekturfaktor bzw. Geometriefaktor F_{geo} , der nur von der Elekt-

rodengeometrie und der Schichtdicke abhängig ist. Damit ist dann ein einfaches Bestimmen elektrischer Materialkennwerte möglich.

Simulation

Für die Modellierung der elektrischen Feldlinien an der Interdigital-Elektrode inklusive Beschichtung und Substrat wurde das AC/DC-Modul der Software COMSOL Multiphysics verwendet.

Berechnungen erfolgten exemplarisch für eine Elektrodenstruktur, bestehend aus den Zuleitungen für Elektrode A und B (Abb. 1) und jeweils 15 Fingern mit einer Länge von 4,7 mm, einer Breite von 100 μm und einem Abstand zwischen den Fingern von ebenfalls 100 μm (siehe Detailzeichnung).

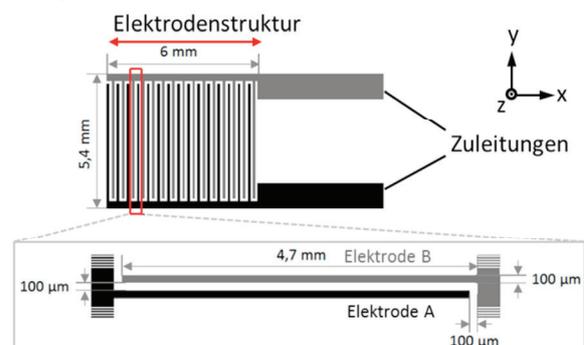


Abb. 1: Geometrie der Interdigital-Elektrode (Aufsicht)

Unter dieser Struktur befindet sich ein Aluminiumoxid-Substrat mit einer Dicke von 630 μm , oberhalb die Beschichtung mit variierender Schichtdicke (1 μm – 2 mm). Abschließend enthält das Modell eine 4 mm hohe Luftschicht oberhalb der Probe. Ein Querschnitt des Modells ist in Abb. 2 dargestellt.

Der Korrekturfaktor F_{geo} wurde parallel über zwei verschiedene Untermodule ermittelt, um die Verlässlichkeit der Ergebnisse zu erhöhen. Hierzu wurde einerseits die gesamte in Abb. 1 dargestellte Struktur mit einer darauf befindlichen leitfähigen Beschichtung (mit variierenden vorgegebenen Leitfähigkeiten $\sigma_{\text{Schicht,Modell}}$) unter Verwendung des Untermoduls *electric current (EC)* simuliert. Dazu wurde als Randbedingung an den Zuleitungen eine Potentialdifferenz U_S vorgegeben und der resultierende Strom I_C berechnet und daraus der simulierte Widerstand R_C ermittelt.

Andererseits wurde nur ein Elektrodenpaar, dargestellt wie in der Detailzeichnung von Abb. 1, mit Hilfe des *electro static (ES)* Untermoduls simuliert, wobei die modellierte Schichtdicke und die vorgegebene Permittivität $\epsilon_{r,\text{Modell}}$ variiert wurden.

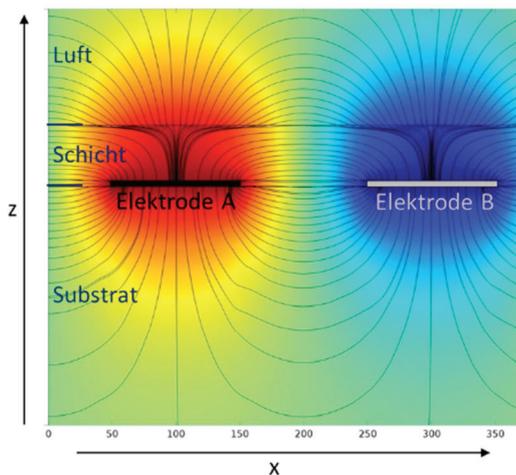


Abb. 2: E-Feld-Simulation eines Elektrodenpaares für ein dielektrisches Beschichtungsmaterial: Potential (farbig) und Verlauf der Feldlinien (schwarz)

Die für dieses Elektrodenpaar ermittelte Einzelkapazität wurde anschließend auf die Gesamtkapazität C der Parallelschaltung umgerechnet. Für die Auswertung wurde die vorgegebene Permittivität $\epsilon_{r,\text{Modell}}$ der Schicht mit der berechneten Kapazität korreliert (analoge Vorgehensweise bei σ und $G = 1/R$).

Experimentelle Durchführung

Die Simulationsergebnisse wurden anhand von ionisch leitfähigen YSZ-Schichten auf Goldelektro-

den (Höhe 5 μm , Abstand und Breite der Elektroden je 100 μm) überprüft. Hierzu wurden 8YSZ-Schichten verschiedener Dicke per Siebdruck hergestellt und bei 1270 $^{\circ}\text{C}$ eingebrannt. Zur Einstellung der Schichtdicke wurden die Substrate zwischen einem und 4 Mal bedruckt, was zu Schichtdicken (nach dem Einbrennen) zwischen 7 und 39 μm führte (siehe Abb. 3).

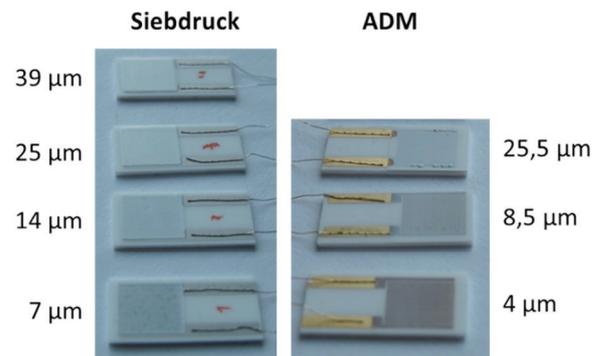


Abb. 3: Übersicht über die per Siebdruck und ADM hergestellten 8YSZ-Schichten

Da siebgedruckte Schichten oft porös sind, wurden zusätzlich drei Proben per Aerosoldeposition (ADM) hergestellt, welche die Abscheidung von dichten keramischen Schichten bei Raumtemperatur ermöglicht. Eine genauere Funktionsweise der ADM und die hierfür eingesetzte Beschichtungsanlage sind in [3][4] beschrieben. Per ADM erzeugte Schichten hatten eine Dicke zwischen 4 und 25 μm (Abb. 3). Vor der elektrischen Vermessung wurden die Schichten bei 800 $^{\circ}\text{C}$ 5 h lang getempert.

Alle hergestellten 8YSZ-Schichten wurden in einem mit synthetischer Luft gespülten Aluminiumoxid-Rohröfen bei 400, 500 und 600 $^{\circ}\text{C}$ per Impedanzspektroskopie (Anregungsspannung U_{rms} 50 mV, Frequenz 1 Hz bis 10 MHz) elektrisch vermessen. Der Gesamtwiderstand R wurde aus Nyquist-Plots der gemessenen Impedanz Z abgelesen. Anschließend wurde daraus die Leitfähigkeit σ mittels gemessener Schichtdicke und dem hier vorgestellten Korrekturfaktor F_{geo} ermittelt.

Ergebnisse und Diskussion

Mit Hilfe des simulierten Korrekturfaktors F_{geo} können aus den gemessenen Werten R und C die Materialkennwerte σ und ϵ_r über die Gleichungen (1) bzw. (2) ermittelt werden:

$$\sigma = \frac{1}{R \cdot F_{\text{geo}}} \quad (1)$$

$$\epsilon_r = \frac{C_{\text{Schicht}}}{F_{\text{geo}} \cdot \epsilon_0} + 1 \quad (2)$$

Die hierbei benötigte Kapazität der Schicht C_{Schicht} bestimmt sich aus der Differenz der gemessenen Kapazität C mit und ohne Beschichtung.

Der für leitfähige Schichten mittels EC -Untermodul und für dielektrische Schichten mittels ES -Untermodul bestimmte Korrekturfaktor F_{geo} ist für beide simulierten Wege identisch, womit die prinzipielle Gültigkeit der Modellierung gezeigt werden kann. Für den IDE mit der zugrunde liegenden Struktur aus Abb. 1 ergeben sich bei F_{geo} drei verschiedene Bereiche in Abhängigkeit der Schichtdicke (Abb. 4).

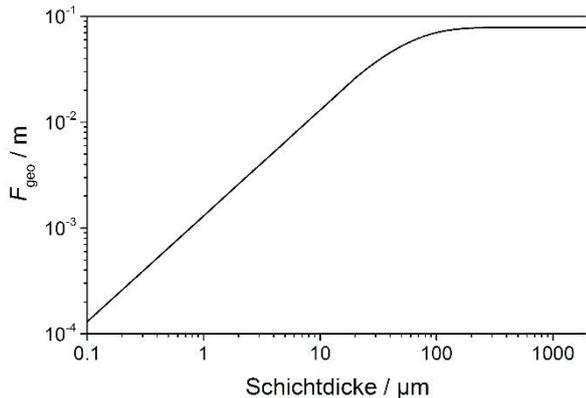


Abb. 4: Korrekturfaktor für den IDE mit 100 µm Elektrodenbreite und -abstand

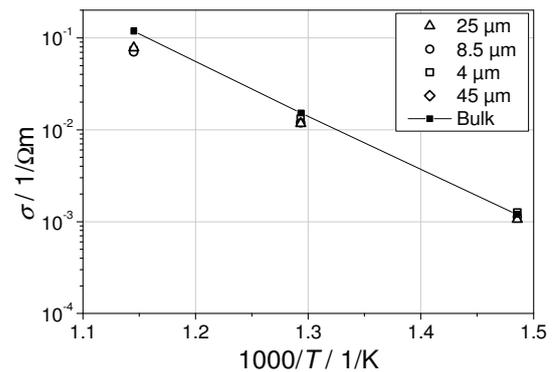
Für dünne Schichten bis 20 µm nimmt F_{geo} in der doppellogarithmischen Darstellung zunächst linear mit steigender Schichtdicke zu. In diesem Bereich stimmt F_{geo} mit der analytischen Berechnung [5] unter Annahme ausschließlich parallel verlaufender Feldlinien zwischen den Elektroden A und B überein. Eine Verdoppelung der Schichtdicke führt direkt zu einer Verdoppelung des vom Strom durchflossenen Querschnitts und damit zu einer identischen Zunahme von F_{geo} .

Übersteigt die Schichtdicke nun das 0,2 fache des Elektrodenabstandes (hier 20 µm), nimmt die Steigung zu höheren Schichtdicken zunehmend ab und die Abweichung zur analytischen Lösung nimmt zu. Die Feldliniendichte in den oberen Teilen der Beschichtung nimmt ab, da die Feldlinien hier deutlich verlängert sind im Vergleich zum direkten Abstand zwischen den beiden Elektroden.

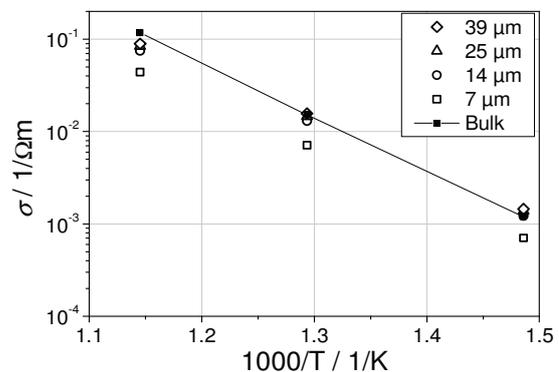
Für Schichtdicken oberhalb des doppelten Elektrodenabstandes (200 µm) ist der Korrekturfaktor F_{geo} dann annähernd konstant, da die Feldliniendichte hier vernachlässigbar klein wird. In diesem Bereich stimmt F_{geo} sehr gut mit dem an Wassertropfen bestimmten Geometriefaktor von 0,07 m überein [6]. Der mittels Simulation bestimmte Korrekturfaktor passt somit sehr gut zu den bisher veröffentlichten Umrechnungsansätzen für kleine und sehr große Schichtdicken, erweitert jedoch den Gültig-

keitsbereich auf die interessanten mittlere Schichtdickenbereiche zwischen 20 und 200 µm.

Für die bei 400, 500 und 600 °C untersuchten 8YSZ-Beschichtungen wurde nun mit Hilfe des Korrekturfaktors aus den gemessenen Widerständen R die Leitfähigkeit σ ermittelt. In Abb. 5a ist σ der ADM-Schichten in Abhängigkeit der Temperatur T (Arrhenius-artige Darstellung) gezeigt. Zusätzlich sind Bulk-Werte aus [7] eingezeichnet. Alle ADM-Schichten zeigen in Folge des Geometriefaktors unabhängig von der Schichtdicke gleiche Leitfähigkeiten, welche gut mit Bulk-Werten übereinstimmen.



a) mittels ADM hergestellt



b) siebgedruckte Schichten

Abb. 5: Arrhenius-artige Darstellung der Leitfähigkeit σ von 8YSZ-Schichten für verschiedene Schichtdicken

Die siebgedruckten Schichten folgen dem gleichen Verlauf wie ADM-Schichten. Mit Ausnahme der Probe mit 7 µm Schichtdicke stimmen die gemessenen Leitfähigkeiten der Proben überein. Die Probe mit 7 µm Schichtdicke fällt etwas nach unten hin ab, was jedoch mit einer ungleichmäßigen Morphologie begründet werden kann.

Mit Hilfe des Geometriefaktors können folglich Leitfähigkeiten einfach und genau an Interdigital-Elektroden gemessen werden.

Literatur

- [1] GROSS, A.; HANFT, D.; BEULERTZ, G.; MARR, I.; KUBINSKI, D. J.; VISSER, J. H.; MOOS, R.: The effect of SO₂ on the sensitive layer of a NO_x dosimeter. In: *Sensors and Actuators B: Chemical* 187 (2013), S. 153-161, doi: 10.1016/j.snb.2012.10.039
- [2] SHIBUYA, M.; NISHINA, T.; MATSUE, T.; UCHIDA, I.: In Situ Conductivity Measurements of LiCoO₂ Film during Lithium Insertion/Extraction by Using Interdigitated Microarray Electrodes. In: *Journal of The Electrochemical Society* 143 (1996), S. 3157-3160, doi: 10.1149/1.1837180
- [3] EXNER, J.; FUIERER, P.; MOOS, R.: Aerosol deposition of (Cu,Ti) substituted bismuth vanadate films. In: *Thin Solid Films* 573 (2014), S. 185–190, doi: 10.1016/j.tsf.2014.11.037.
- [4] HANFT, D.; EXNER, J.; SCHUBERT, M.; STÖCKER, T.; FUIERER, P.; MOOS, R.: An Overview of the Aerosol Deposition Method: Process Fundamentals and New Trends in Materials Applications. In: *J. Cerm. Sci. Technol.* 6 (2015), S. 147–182, doi: 10.4416/JCST2015-00018.
- [5] SHU, J. H.; WIKLE, H. C.; CHIN, B. A.: Passive chemiresistor sensor based on iron (II) phthalocyanine thin films for monitoring of nitrogen dioxide. In: *Sensors and Actuators B: Chemical* 148 (2010), S. 498–503, doi: 10.1016/j.snb.2010.05.017.
- [6] SCHÖNAUER, D.; MOOS, R.: Detection of water droplets on exhaust gas sensors. In: *Sensors and Actuators B: Chemical* 148 (2010), S. 624–629. doi: 10.1016/j.snb.2010.05.060.
- [7] GHATEE, M.; SHARIAT, M. H.; IRVINE, J. T. S.: Investigation of electrical and mechanical properties of 3YSZ/8YSZ composite electrolytes. In: *Solid State Ionics* 180 (2009), S. 57–62. doi: 10.1016/j.ssi.2008.10.006.