

HUTNICTWO	N O R M A   B R A N Ż O W A	BN-83
	Krzem monokrystaliczny Pręty	0894-06.00
	Podstawowe metody badań	Zamiast BN-74/0894-06
		Grupa katalogowa 0152

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy są metody i sposób przeprowadzania badań monokryształów krzemu w postaci prętów przeznaczonych do produkcji półprzewodnikowych elementów i mikroukładów scalonych.

### 1.2. Określenia

**1.2.1. płaszczyzny górne i dolne monokryształu** — płaszczyzny powstałe wskutek odcięcia części monokryształu od strony zarodki i przeciwnej.

**1.2.2. długość monokryształu** — najmniejsza długość tworzącej między dwoma punktami leżącymi na górnej i dolnej płaszczyźnie monokryształu.

**1.2.3. obwód monokryształu** — linia przecięcia powierzchni bocznej monokryształu z płaszczyzną prostopadłą do osi monokryształu.

**1.2.4. średnica monokryształu** — największa odległość w linii prostej między dwoma punktami leżącymi na obwodzie monokryształu.

**1.2.5. opór elektryczny właściwy (rezystywność elektryczna)** — stosunek natężenia pola elektrycznego do gęstości prądu elektrycznego płynącego pod wpływem tego pola.

**1.2.6. czas życia nośników mniejszościowych ładunku** — czas, po upływie którego koncentracja nadmiarowych nośników mniejszościowych wprowadzonych równomiernie do całej objętości nieskończonego rozciągniętego monokryształu maleje  $e$  razy (gdzie:  $e$  — podstawa logarytmu naturalnego).

**1.2.7. typ półprzewodnika n lub p.** Dla krzemu typu n nośnikami większościowymi są elektrony. Dla krzemu typu p nośnikami większościowymi są dziury.

**1.2.8. odchylenie osi monokryształu od kierunku krystalograficznego** — kąt utworzony przez oś geometryczną monokryształu i zadany kierunek krystalograficzny monokryształu.

**1.2.9. gęstość dyslokacji** — ilość liniowych defektów sieci monokryształu, ujawniających się na powierzchni  $1 \text{ cm}^2$  w postaci charakterystycznych jamek trawienia.

**1.2.10. poziom koncentracji atomów tlenu** — ilość atomów tlenu w  $1 \text{ cm}^3$  krzemu określona metodą absorpcji w podczerwieni.

**1.2.11. poziom koncentracji atomów węgla** — ilość atomów węgla w  $1 \text{ cm}^3$  krzemu określona metodą absorpcji w podczerwieni.

**1.2.12. niejednorodność oporu elektrycznego właściwego** — procentowa zmiana oporu elektrycznego właściwego na długości 1 mm.

## 2. METODY BADAŃ

### 2.1. Pomiary geometrii monokryształu

**2.1.1. Pomiar długości monokryształu** wykonuje się za pomocą suwmiarki.

**2.1.2. Pomiar średnicy monokryształu** wykonuje się za pomocą suwmiarki na obwodzie monokryształu, obracając go wokół osi. Maksymalny wynik pomiaru na danym obwodzie przyjmuje się za średnicę monokryształu. Wynik podaje się w milimetrach z dokładnością 0,1 mm.

**2.2. Pomiar masy monokryształu.** Masę monokryształu wyznacza się za pomocą wagi z dokładnością 1 g.

### 2.3. Pomiar oporu elektrycznego właściwego

**2.3.1. Cel i zakres stosowania.** Do określenia oporu elektrycznego właściwego monokryształu krzemu stosuje się metodę czterostrzową. Pomiar wykonuje się na płaszczyźnie dolnej i płaszczyźnie górnej monokryształu krzemu lub na płytkach przylegających do tych płaszczyzn odciętych od monokryształu. Minimalna grubość płytki —  $4s$ , gdzie  $s$  — odległość między ostrzami sondy.

Metoda może być stosowana w zakresie oporu elektrycznego właściwego od  $1 \times 10^{-4}$  do  $1 \times 10^3 \Omega \cdot \text{cm}$ . Błąd pomiaru elektrycznego oporu właściwego — nie większy niż  $\pm 10\%$ .

Zgłoszona przez Centrum Naukowo-Produkcyjne Materiałów Elektronicznych  
Ustanowiona przez Dyrektora Ośrodka Badawczo-Rozwojowego Podstaw Technologii i Konstrukcji Maszyn TEKOMA  
dnia 24 listopada 1983 r.  
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1984 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 3/1984 poz. 6)

**2.3.2. Zasada pomiaru** jest następująca: na płaszczyźnie monokryształu ustawia się sondę z czterema ostrzami ustawionymi w linii prostej, przy czym ostrza są rozstawione w jednakowej odległości od siebie. Do dwóch skrajnych ostrzy sondy doprowadza się prąd o określonej wartości i mierzy się spadek napięcia między dwoma środkowymi ostrzami. Wartość mierzonego oporu elektrycznego właściwego ( $\rho$ ) określa się w  $\Omega \cdot \text{cm}$  wg wzoru

$$\rho = 2 \pi s \frac{U}{I} \quad (1)$$

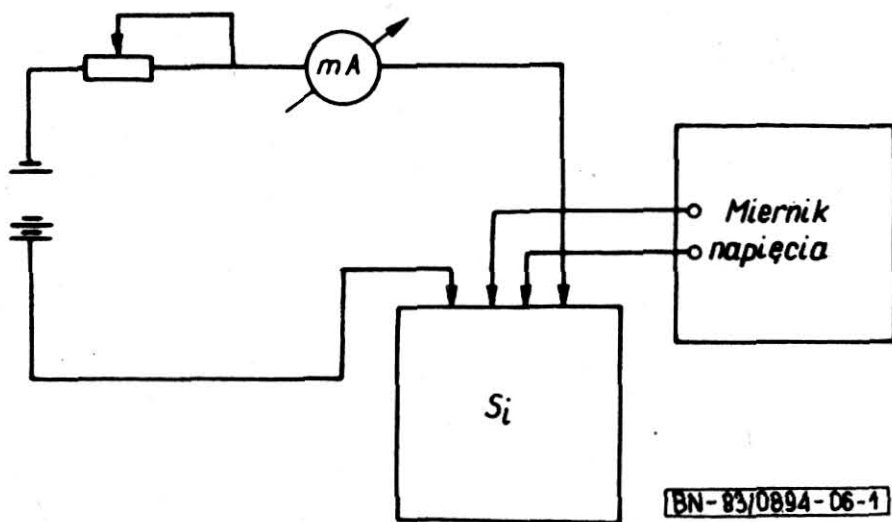
w którym:

$U$  — spadek napięcia pomiędzy środkowymi ostrzami sondy, mV,

$I$  — prąd zasilania, mA,

$s$  — odległość między ostrzami, cm.

Schemat ideowy układu pomiarowego przedstawiono na rys. 1.



Rys. 1

### 2.3.3. Wymagania dotyczące aparatury pomiarowej

#### 2.3.3.1. Wymagania dotyczące głowicy pomiarowej.

Ostrze sondy powinny być wykonane z osmu, węgla wolframu lub twardej stali.

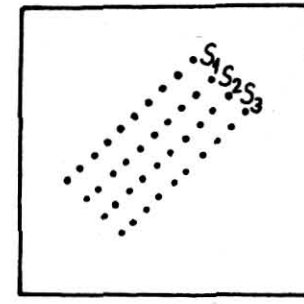
Promień zaokrąglenia ostrzy nie większy niż  $50 \mu\text{m}$ . Rozstawienie między sąsiednimi ostrzami powinno wynosić: 0,63; 1,00; 1,30 lub 1,59 mm. Nacisk pojedynczego ostrza na mierzoną powierzchnię powinien wynosić:

$1,0 \div 2 \text{ N}$  dla krzemu o oporności  $2 \times 10^{-4} - 5 \times 10^1 \Omega \cdot \text{cm}$ ,

$1,5 \div 2 \text{ N}$  dla krzemu o oporności powyżej  $5 \times 10^1 \Omega \cdot \text{cm}$ .

Opór izolacji między sąsiednimi ostrzami sondy powinien być większy niż  $100 \text{ M}\Omega$ .

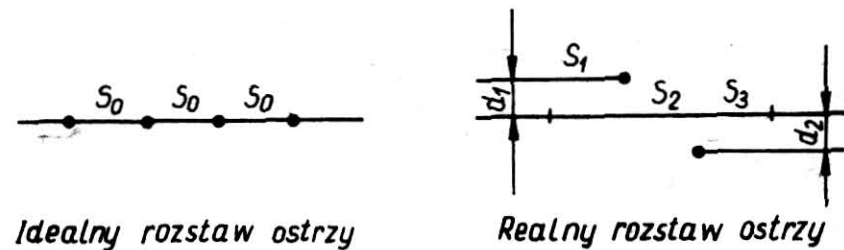
Sprawdzenie rozstawu ostrzy przeprowadza się w następujący sposób: na płytce szklanej szlifowanej wg 2.3.4 pokrytej sadzą lub płytce krzemowej szlifowanej wg 2.3.4 wykonuje się 10 odbić sondy jak pokazano na rys. 2.



BN-83/0894-06-2

Rys. 2

Odległość pomiędzy odbiciami ostrzy sondy mierzy się za pomocą mikroskopu.



BN-83/0894-06-3

Rys. 3

Odchylenie odległości między śladami ostrza sondy  $S_1, S_2, S_3$ , od wartości nominalnej  $s_0$  nie może przekroczyć 2% tej wartości (rys. 3). Odchylenie odległości między śladami ostrzy środkowych sondy od linii poprowadzonej przez ślady ostrz brzegowych  $d_2$  i  $d_1$  nie może przekraczać 2% wartości  $s_0$ ; średnie odchylenie kwadratowe mierzonej wielkości dla 10 pomiarów nie może przekraczać 1% wartości  $s_0$ .

#### 2.3.3.2. Wymagania dotyczące układu pomiarowego.

Układ pomiarowy powinien spełniać następujące wymagania:

a) źródło natężenia prądu może stanowić bateria anodowa lub zasilacz stabilizowany o stabilizacji natężenia prądu nie mniejszej niż 0,5% i składowej zmiennej nie większej niż 0,5%; układ zasilający powinien zapewniać regulację w zakresie  $0,01 \div 100 \text{ mA}$ ; dopuszczalny błąd pomiaru natężenia prądu 1%,

b) miernik spadku napięcia powinien zapewniać możliwość pomiaru napięcia w zakresie  $10^{-4} - 1 \text{ V}$  z dokładnością nie mniejszą niż 1,5%; opór wewnętrzny miernika nie mniejszy niż  $10^5 \cdot \rho (\Omega \cdot \text{cm})$ ; dokładność pomiaru spadku napięcia nie powinna być gorsza niż 1,5%.

#### 2.3.4. Przygotowanie płaszczyzn monokryształu do pomiaru oporu elektrycznego właściwego.

Płaszczyzna monokryształu, na której wykonywany jest pomiar, powinna być wyszlifowana w miejscach pomiarowych nie mniejszych niż  $6 s_0$ , wodną zawiesiną proszku ściernego o granulacji 800 i przemyta wodą dejonizowaną. Temperatura monokryształu powinna być równa temperaturze pomieszczenia, w którym wykonywany jest pomiar. Czas pomiędzy przygotowaniem płaszczyzn a pomiarem nie powinien przekraczać 24 h.



### 2.3.5. Warunki wykonywania pomiaru oporu elektrycznego właściwego

**2.3.5.1. Natężenie prądu.** W zależności od zakresu mierzonego oporu elektrycznego właściwego należy dobrać odpowiednie natężenie prądu zasilającego, którego wartości nominalne podano w tabl. 1.

Tablica 1

Opór elektryczny właściwy ( $\Omega \cdot \text{cm}$ )	Natężenie prądu zasilającego (mA)
$< 0,012$	100
$0,008 \div 0,6$	10
$0,4 \div 60$	1
$40 \div 1000$	0,1

Dopuszczalne jest odchylenie natężenia prądu zasilającego od wartości nominalnej do 20%.

**2.3.5.2. Temperatura.** Zaleca się wykonywanie pomiarów w temperaturze 23°C. Przy wykonywaniu pomiarów w temperaturze innej niż podana należy uwzględnić temperaturowy współczynnik korekcyjny i wartość oporu elektrycznego właściwego w temperaturze 23°C wyznaczać wg zależności

$$\rho_{23} = \rho_T \cdot F \quad (2)$$

w którym:

$\rho_T$  — opór elektryczny właściwy zmierzony w temperaturze otoczenia,

$F$  — temperaturowy współczynnik korekcyjny, który określony jest zależnością

$$F_T = 1 - C_T (T' - T) \quad (3)$$

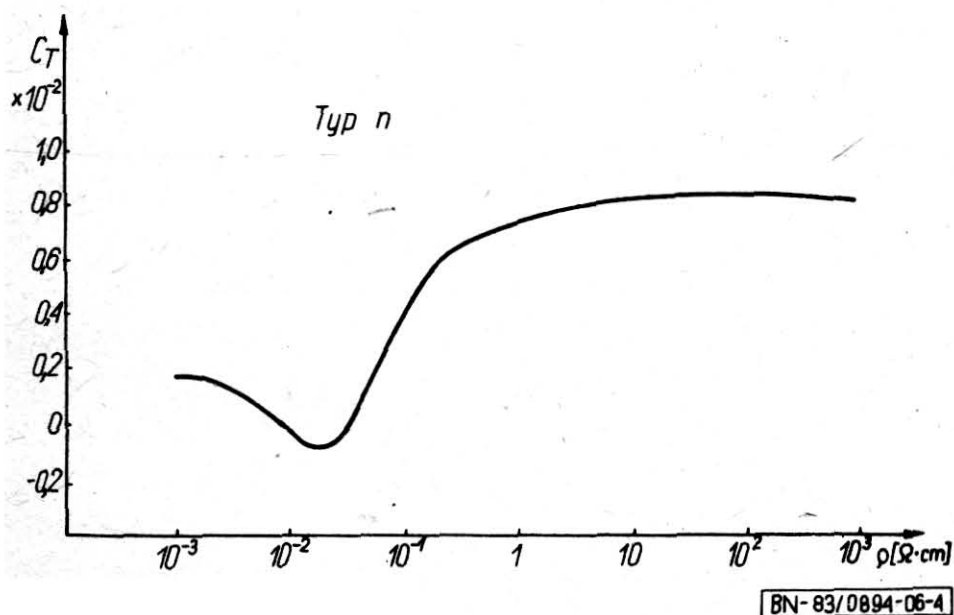
w którym:

$C_T$  — temperaturowy współczynnik oporu elektrycznego właściwego,

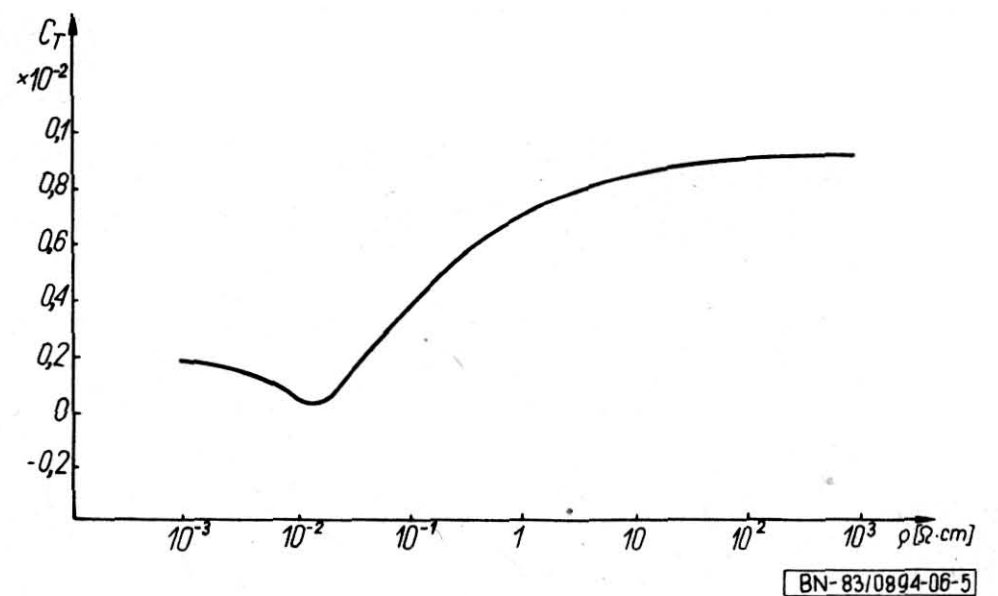
$T$  — temperatura odniesienia (tj. 23°C),

$T'$  — temperatura otoczenia, w której wykonywany jest pomiar.

Na wykresach rys. 4 i 5 podane są temperaturowe współczynniki oporu elektrycznego właściwego w zależności od wartości oporu elektrycznego właściwego odpowiednio dla typu n i p.



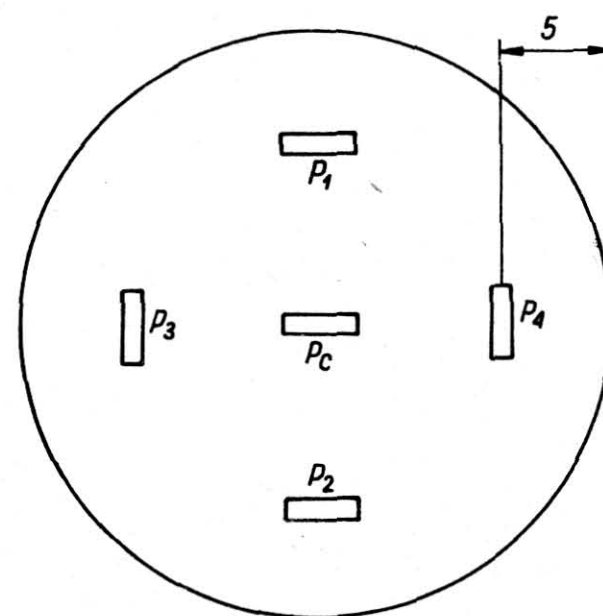
Rys. 4



Rys. 5

**2.3.5.3. Oświetlenie.** Pomiar oporu elektrycznego właściwego dla krzemu typu n o  $\rho > 500 \Omega \cdot \text{cm}$  i p o  $\rho > 100 \Omega \cdot \text{cm}$  należy wykonywać w ciemni. Przy pomiarze oporu elektrycznego właściwego o wartościach niższych dopuszcza się oświetlenie o natężeniu do 500 Lx.

**2.3.6. Sposób przeprowadzania pomiaru.** Pomiar wykonuje się na górnej i dolnej płaszczyźnie monokryształu w 5 punktach na dwóch prostokątnych średnicach. Dla kryształów o średnicy do 30 mm punkty pomiarowe rozmieszczone są w następujący sposób: jeden punkt w środku, a cztery pozostałe w odległości  $r/2$  ( $r$ -promień kryształu). Dla kryształów o średnicy większej od 30 mm punkty pomiarowe rozmieszczone są w następujący sposób: jeden punkt w środku, a cztery pozostałe 5 mm od brzegu kryształu wg rys. 6.



Rys. 6

Rozrzut elektrycznego oporu właściwego wynosi w procentach wg wzoru

$$\left| \frac{\rho_c - \frac{\rho_1 + \rho_2 + \rho_3 + \rho_4}{4}}{\rho_c} \right| \cdot 100 \quad (4)$$

w którym:

$\rho_c$  — elektryczny opór właściwy w środku płaszczyzny,

$\rho_1, \rho_2, \rho_3, \rho_4$  — elektryczny opór właściwy pozostałych punktów.

**2.4. Pomiar niejednorodności oporu elektrycznego właściwego** wykonuje się tylko sondą czteroostrzową o rozstawieniu ostrzy co 1 mm w linii prostej. Zasada pomiaru i przygotowanie płaszczyzny — wg 2.3.2 i 2.3.4. Pomiar należy wykonać wzdłuż średnicy monokryształu w odległości co najmniej 4 mm od brzegu w dwóch prostopadłych kierunkach, przy czym punkty pomiarowe powinny być odległe od siebie o 2 mm. Płaszczyznę ostrzy sondy należy ustawić prostopadle do średnicy, na której wykonuje się pomiar.

Niejednorodność oporu elektrycznego właściwego wynosi w %/mm wg wzoru

$$\frac{\Delta \rho}{\rho_{sr}} \cdot 100 \quad (5)$$

w którym:

- $\Delta \rho$  — maksymalna różnica elektrycznych oporów właściwych między dwoma sąsiednimi punktami pomiarowymi,
- $\rho_{sr}$  — średnia arytmetyczna wartość elektrycznego oporu właściwego w tych punktach.
- $l$  — odległość między sąsiednimi punktami pomiarowymi.

#### 2.5. Pomiar czasu życia nośników mniejszościowych ładunku

**2.5.1. Metody pomiaru.** Do pomiaru czasu życia nośników mniejszościowych ładunku w krzemie należy stosować:

a) metodę fotoprzewodnictwa kontaktową — dla krzemu o elektrycznym oporze właściwym od 1 do 250  $\Omega \cdot \text{cm}$  i czasach życia nośników mniejszościowych  $> 1 \mu\text{s}$ ,

b) metodę fotoprzewodnictwa bezkontaktową — dla krzemu o oporze elektrycznym właściwym  $\geq 50 \Omega \cdot \text{cm}$  i czasach życia nośników mniejszościowych  $\geq 20 \mu\text{s}$ .

#### 2.5.2. Metoda fotoprzewodnictwa kontaktowa

**2.5.2.1. Zasada pomiaru** metodą fotoprzewodnictwa polega na modulacji przewodnictwa w kryształach pod wpływem oświetlenia (krótkiego błysku). Do monokryształu mającego omowe kontakty (na górnej i dolnej płaszczyźnie) doprowadzany jest prąd stały. Spadek napięcia na kryształach określany jest jako  $V_0$ . W wyniku oświetlenia kryształu krótkimi błyskami generowane są nośniki nadmiarowe, co powoduje zmniejszenie napięcia na kryształach. W czasie między kolejnymi błyskami wprowadzone nadmiarowe nośniki rekombinują powodując zmniejszenie przewodnictwa kryształu, a tym samym powrót spadku napięcia na kryształach do wartości  $V_0$ .

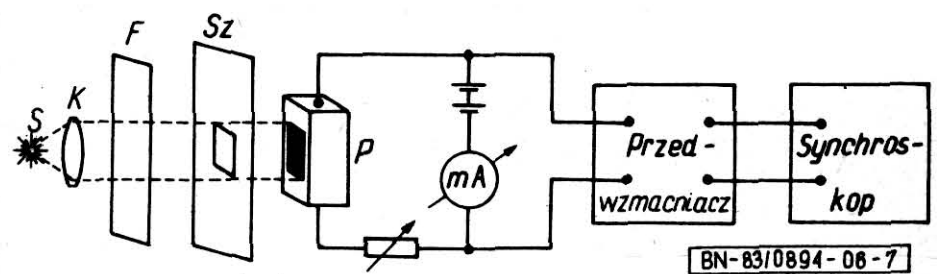
W przypadku małych koncentracji wprowadzonych nośników nadmiarowych w stosunku do równowagowych rozwiązanie równania ciągłości prowadzi do równania wykładniczego

$$V(t) = \text{const} \exp(-t/\tau_{ef}) \quad (6)$$

w którym:

- $V(t)$  — zmiana spadku napięcia w czasie,
- $\tau_{ef}$  — efektywny czas życia nośników.

**2.5.2.2. Wymagania dotyczące układu pomiarowego.** Schemat blokowy układu pomiarowego przedstawiono na rys. 7.



Rys. 7

S — źródło światła impulsowego, K — kondensator optyczny, F — filtr, Sz — szczelina, P — mierzony krystal.

Układ pomiarowy powinien spełniać następujące wymagania:

- a) natężenie światła pochodzącego ze źródła powinno zapewnić nie większą niż 5% zmianę przewodnictwa mierzonego kryształu: czas zaniku światła  $\leq 0,2 \tau_{ef}$ ,
- b) filtr światła stosowany dla zmniejszenia rekombinacji powierzchniowej (obcięcie promieniowania krótkofalowego) powinien spełniać następujące wymagania:
  - opór elektryczny właściwy materiału  $\geq 200 \Omega \cdot \text{cm}$ ,
  - grubość 0,2 ÷ 0,7 mm,
  - płaskorównoległość  $\leq 10 \mu\text{m}$ ,
  - falistość  $\leq 10 \mu\text{m}$ ,
  - filtr ustawiony jest prostopadle do wiązki światła,
- c) układ zasilania prądu stałego powinien spełniać następujące wymagania:
  - opór wewnętrzny nie mniejszy niż 20 razy od oporu mierzonego kryształu,
  - pomiar prądu z dokładnością 2,5%,
- d) synchronoskop i przedwzmacniacz powinien spełniać następujące wymagania:
  - czułość pionowego odchylenia nie mniejsza niż 0,5 V/cm,
  - płynna regulacja pionowego odchylenia,
  - liniowość pionowego odchylenia  $\leq 2\%$ ,
  - czas narastania impulsu nie większy niż 0,2  $\mu\text{s}$ ,
  - wyzwalana podstawa czasu w zakresie 1  $\mu\text{s}/\text{cm}$  ÷ 10 ms/cm,
  - liniowość podstawy czasu  $\leq 3\%$ ,
  - kalibracja podstawy czasu,
  - ekran synchronoskopu wyposażony w siatkę z naniesioną krzywą teoretyczną określoną równaniem

$$Y = Y_0 \exp(-x/l) \quad (7)$$

gdzie wartość  $Y_0$  i  $l$  dobierane są w zależności od siatki ekranu.

**2.5.2.3. Przygotowanie kryształu do pomiaru.** Pomiar czasu życia należy wykonywać wzdłuż kryształu co 5 cm. Odległość punktu pomiarowego od płaszczyzn górnej i dolnej monokryształu powinna wynosić co najmniej 5 cm. Pomiar przeprowadza się na powierzchniach obtoczonych lub obtoczonych i trawionych (falistość  $\leq 50 \mu\text{m}$ ). Kontakty omowe do górnej i dolnej płaszczyzny wykonuje się poprzez naniesienie akwadażu, a następnie srebrnej pasty przewodzącej.



**2.5.2.4. Warunki wykonywania pomiaru.** Natężenie światła ustala się za pomocą przesłony. Wartość natężenia światła dobiera się tak, aby przy zerowym prądzie amplituda sygnału fotowoltaicznego była nie większa niż 1% wymaganego sygnału fotoprzewodnictwa. Omowość kontaktów sprawdza się poprzez zmianę polaryzacji zasilania. Jeżeli napięcie różni się nie więcej niż 2% w obu kierunkach, kontakty można uważać za omowe. Prąd płynący przez kryształ powinien być taki, żeby pole elektryczne (V/cm) wewnątrz kryształu spełniło warunek

$$E \leq \frac{300}{\sqrt{\tau_{ef}\mu}} \quad (8)$$

gdzie  $\mu$  — ruchliwość nośników.

**2.5.2.5. Sposób przeprowadzania pomiaru.** Za pomocą wzmocnienia pionowego i podstawy czasu synchronoskopu sygnał zaniku fotoprzewodnictwa ustawia się tak, aby pokrył się z krzywą teoretyczną.

Jeśli synchronoskop ma podstawę czasu kalibrowaną w sposób ciągły, to wartość czasu życia można odczytać ze wzoru

$$\tau_{ef} = l \cdot s \quad (9)$$

w którym:

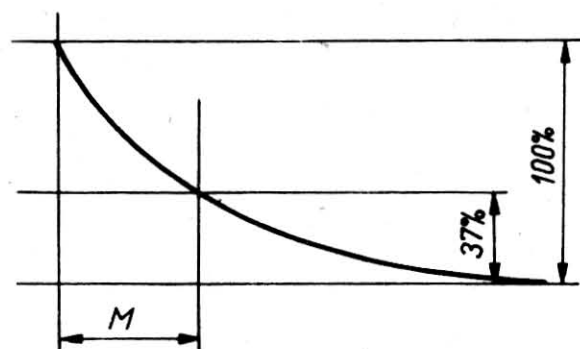
- $l$  — stała przyjęta z teoretycznej krzywej,
- $s$  — podstawa czasu,  $\mu\text{s/cm}$ .

W przypadku nie ciągłej kalibracji podstawy czasu, podstawę czasu należy ustawić w pozycji kalibrowanej i wartość czasu życia odczytać z równania

$$\tau_{ef} = s \cdot M \quad (10)$$

w którym:

- $s$  — kalibrowana podstawa czasu,  $\mu\text{s/cm}$ ,
- $M$  — odległość w cm od początku sygnału do przecięcia z krzywą zaniku fotoprzewodnictwa na poziomie 37% (rys. 8).

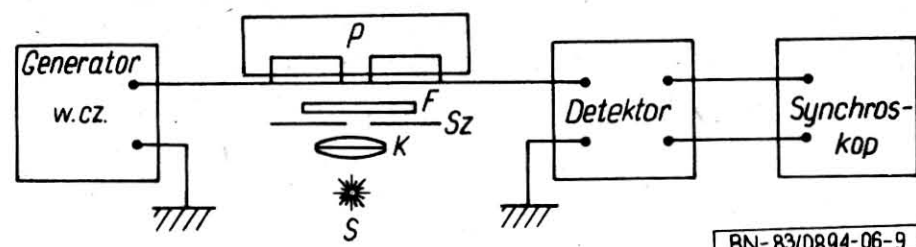


BN-83/0894-06-8

Rys. 8

**2.5.3. Metoda bezkontaktowa.** Z punktu widzenia zjawiska fizycznego zasada pomiaru czasu życia nośników metodą bezkontaktową nie różni się od kontaktowej. W metodzie bezkontaktowej inaczej rozwiązany jest sposób przekazania sygnału zaniku fotoprzewodnictwa do synchronoskopu.

Na rys. 9 pokazano schemat blokowy układu pomiarowego.



BN-83/0894-06-9

Rys. 9

$S$  — źródło światła,  $F$  — filtr,  $K$  kondensator,  $Sz$  — szczelina,  $P$  — kryształ.

Mierzony kryształ umieszcza się w specjalnej obejmie, która jest podłączona do generatora w.cz. Kryształ jest sprzężony pojemnościowo z obwodem drgającym generatora. Przy oświetlaniu zmienia się opór elektryczny kryształu, a tym samym dobroć obwodu drgającego. Wprowadzone przez błysk światła nośniki rekombinują i opór kryształu powraca do równowagi w czasie zależnym od czasu życia nośników. Zmiana oporu kryształu w czasie powoduje zmianę prądu w obwodzie drgającym, którą po detekcji wysokiej częstotliwości można obserwować na synchronoskopie. W ten sposób eliminuje się konieczność wykonywania kontaktów omowych do kryształu. W układach należy stosować generatory w.cz. o częstotliwości około 30 MHz i regulowanej amplitudzie do 15 V. Pozostałe wymagania odnośnie układu pomiarowego oraz sposób przeprowadzania pomiaru są identyczne jak w metodzie kontaktowej.

**2.6. Określanie typu przewodnictwa.** Typ przewodnictwa krzemu należy określić metodą termosondy dla krzemu o  $\rho < 100 \Omega \cdot \text{cm}$  i metodą charakterystyki prądowo-napięciowej dla krzemu o  $\rho \geq 100 \Omega \cdot \text{cm}$ .

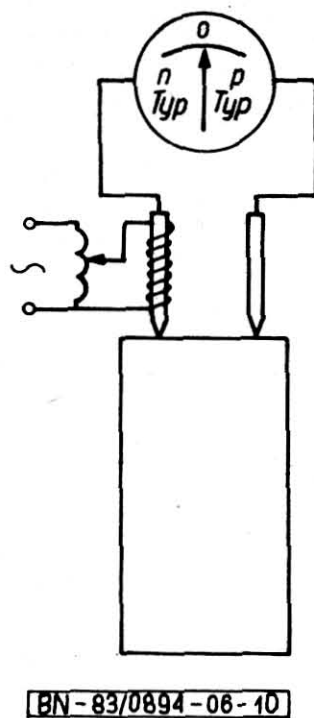
**a) Określanie typu przewodnictwa za pomocą termosondy** oparte jest na zjawisku termoelektrycznym. Typ przewodnictwa materiału określa się ze znaku napięcia Seebecka. Do wyznaczenia tego napięcia służą dwie sondy (zimna i gorąca). Napięcie Seebecka wywołane jest poprzez dyfuzję termiczną generowanych nośników z obszaru gorącego do obszaru zimnego. Dyfuzja ta powoduje niezrównoważoną koncentrację nośników w obszarze zimnym, co jest przyczyną powstawania pola elektrycznego zapobiegającego dalszej dyfuzji. Gdy w materiale typu p termiczne generowane dziury dyfundują do elektrody zimnej, to potencjał elektrody zimnej staje się dodatni względem potencjału elektrody gorącej. Odwrotna sytuacja występuje w przypadku materiału typu n.

Schemat pomiarowy przedstawiono na rys. 10.

Wymagania dotyczące układu pomiarowego:

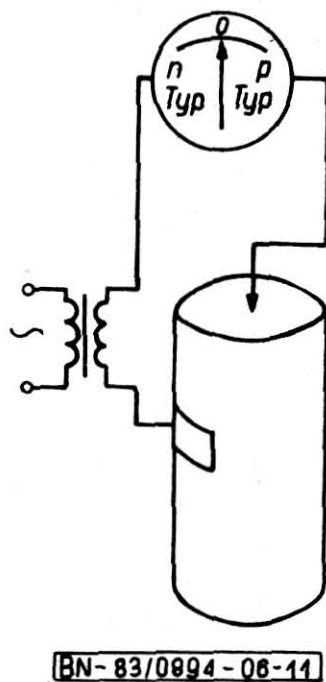
- miernik z zerem pośrodku skali o czułości rzędu  $10^{-5} \text{ A/mm}$ ,
- temperatura sondy gorącej  $80 \div 100^\circ\text{C}$ ,
- sondy powinny być wykonane ze stali lub niklu, średnica ostrza około  $200 \mu\text{m}$ .

Pomiar należy wykonywać na górnej i dolnej płaszczynie monokryształu.



Rys. 10

b) Określenie typu przewodnictwa z charakterystyki prądowo-napięciowej oparte jest na zjawisku prostowania prądu przez kontakt punktowy metal-półprzewodnik. Dla materiału typu n prąd płynie w kierunku przewodzenia od półprzewodnika do metalicznego ostrza, dla materiału typu p kierunek prądu przewodzenia jest przeciwny. Schemat układu pomiarowego przedstawiono na rys. 11.



Rys. 11

Wymagania dotyczące układu pomiarowego:

- miernik z zerem w środku skali o czułości  $10^{-9}$  A/mm,
- zasilacz napięcia zmiennego 50 Hz z regulowaną amplitudą  $0 \div 25$  V,
- sonda stalowa z promieniem ostrza  $50 \div 100$   $\mu\text{m}$ .

Pomiar należy przeprowadzać na powierzchniach górnej i dolnej monokryształu. W tym celu sondę stalową ustawia się na powierzchnię górną i dolną kryształu, a do obwodu monokryształu dociska się obejmę w odległości nie większej niż 5 cm od płaszczyzny z ustawioną sondą stalową. Dla zapewnienia lepszego kontaktu omowego między obejmą a kryształem należy umieścić folię ołowiową lub indową.

## 2.7. Pomiar koncentracji atomów tlenu w krzemie

**2.7.1. Zasada pomiaru.** Koncentrację atomów tlenu w krzemie określa się metodą absorpcji w podczerwieni, wykorzystując zjawisko występowania absorpcji przy długości fali  $9,1 \mu\text{m}$  uwarunkowane wiązaniem tlen-krzem. Pomiar jest możliwy dla krzemu o oporze elektrycznym właściwym większym niż  $0,5 \Omega \cdot \text{m}$  oraz koncentracji atomów tlenu powyżej  $5 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ . Pomiar wykonywać na spektrofotometrze w podczerwieni.

**2.7.2. Wymagania dotyczące aparatury pomiarowej** — spektrofotometr dwukanałowy o zakresie długości fal  $2 \div 20 \mu\text{m}$ , zdolności rozdzielczej nie gorszej niż  $2 \text{ cm}^{-1}$  w zakresie  $8 \div 16 \mu\text{m}$  i możliwością zwiększenia czułości 10-krotnie.

**2.7.3. Przygotowanie próbek.** Grubość płytki do pomiaru koncentracji atomów tlenu zależna jest od poziomu jego koncentracji w krzemie. Należy wykonać wstępny pomiar na płytce o grubości 8 mm.

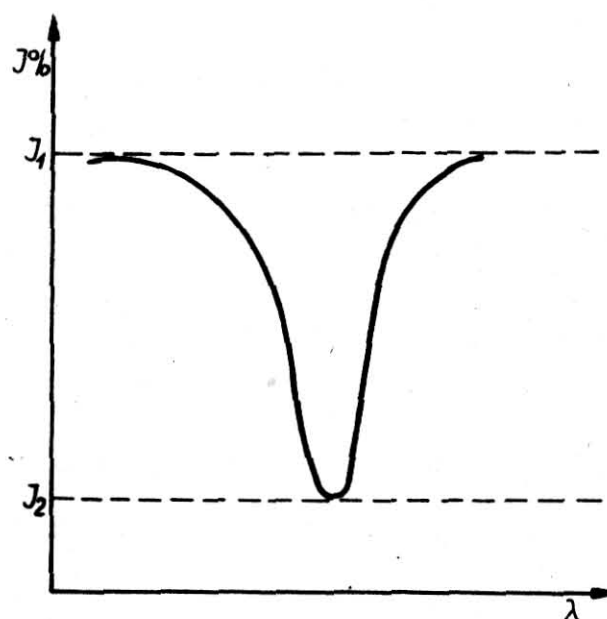
Na podstawie wstępnej oceny koncentracji atomów tlenu przygotować płytkę pomiarową o grubości zgodnej z tabl. 2.

Tablica 2

Koncentracja atomów tlenu	Grubość płytki, mm
$5 \cdot 10^{16} \div 3 \cdot 10^{17}$	8
$2 \cdot 10^{17} \div 4 \cdot 10^{17}$	6
$3 \cdot 10^{17} \div 5 \cdot 10^{17}$	5
$4 \cdot 10^{17} \div 7 \cdot 10^{17}$	4
$6 \cdot 10^{17} \div 9,5 \cdot 10^{17}$	3
$8 \cdot 10^{17} \div 1,5 \cdot 10^{18}$	2

Płytki do pomiaru koncentracji atomów tlenu powinny być obustronnie polerowane metodą mechaniczno-chemiczną. Płaskorównoległość płytek powinna być nie gorsza niż  $50 \mu\text{m}$ , a falistość — niż  $10 \mu\text{m}$ .

**2.7.4. Przeprowadzenie pomiaru.** Pomiar absorpcji przeprowadza się w zakresie widma  $8 \div 10 \mu\text{m}$ .



BN-83/0894-06-12

Rys. 12



Współczynnik absorpcji ( $\alpha$ ) należy obliczyć w  $\text{cm}^{-1}$  wg wzoru

$$\alpha = \frac{1}{d} \ln \frac{I_1}{I_2} \quad (11)$$

w którym:

$I_1$  i  $I_2$  — maksymalna i minimalna wartość przepuszczenia światła w % przy długości fali 9,1  $\mu\text{m}$  (rys. 12),

$d$  — grubość płytki, cm.

Koncentrację atomów tlenu ( $N_{O_2}$ ) należy wyznaczyć w  $\text{at}/\text{cm}^3$  wg wzoru

$$N_{O_2} = 4,81 \cdot 10^{17} (\alpha - 0,40) \quad (12)$$

## 2.8. Pomiar koncentracji atomów węgla w krzemie

**2.8.1. Zasada pomiaru.** Zawartość atomów węgla w krzemie wyznacza się na podstawie pomiarów absorpcji w podczerwieni. Atomy węgla  $^{12}\text{C}$  zajmują zazwyczaj węzłowe położenie w sieci krzemu, co jest związane z występowaniem absorpcji przy długości fali 16  $\mu\text{m}$  ( $604 \text{ cm}^{-1}$ ).

Pomiar koncentracji atomów węgla w krzemie jest możliwy dla krzemu o oporze elektrycznym właściwym większym niż  $0,5 \Omega \cdot \text{cm}$  oraz dla koncentracji atomów węgla powyżej  $10^{16} \text{ cm}^{-3}$ . Aparatura wymagana do pomiarów jest taka sama, jak dla określenia koncentracji atomów tlenu.

**2.8.2. Wymagania dotyczące próbek pomiarowych.** Pomiar przeprowadza się na płytkach krzemu o grubości  $2 \div 0,05 \text{ mm}$ .

**2.8.3. Wykonanie pomiaru.** Pomiar absorpcji przeprowadza się techniką różnicową w zakresie widma  $14 \div 18 \mu\text{m}$ . W jednym kanale należy umieścić płytkę wzorcową o koncentracji węgla niższej niż czułość metody tzn.  $10^{15} \text{ at}/\text{cm}^3$ , w drugim kanale umieścić próbkę badaną. Różnica grubości płytek nie może przekraczać  $5 \mu\text{m}$ .

Obliczyć współczynnik absorpcji (podobnie jak dla tlenu) i wyznaczyć koncentrację atomów węgla z zależności

$$N_I = 1,1 \cdot 10^{17} \cdot \alpha \quad (13)$$

## 2.9. Określanie gęstości dyslokacji

**2.9.1. Cel i zakres.** Celem pomiaru jest określanie gęstości dyslokacji przecinających badaną płaszczyznę górną lub dolną monokryształu i ujawniających się w procesie trawienia chemicznego w postaci charakterystycznych jamek. Gęstość dyslokacji określa się na płaszczyznach górnych i dolnych monokryształów. Odchylenie branych pod uwagę w danym pomiarze płasz-

czyzn od płaszczyzn krystalograficznych prostopadłych do kierunku wzrostu monokryształów nie może przekraczać  $3^\circ$ . Metoda dotyczy monokryształów wzrastających w kierunku (111) (110) (100).

**2.9.2. Zasada pomiaru.** Określanie gęstości dyslokacji należy przeprowadzać metodą trawienia chemicznego i obserwacji za pomocą mikroskopu metalograficznego. Dyslokacje są defektami typu liniowego w strukturze monokryształu i uwidaczniają się w procesie trawienia chemicznego w postaci charakterystycznych jamek trawienia ze względu na lokalne różnice w energii powierzchniowej w stosunku do otaczającej powierzchni. Wybór punktów pomiarowych uzależniony jest od średnicy monokryształu, wybór promieni pola obserwacji zależy od średniej gęstości dyslokacji. Policzoną ilość dyslokacji w danym polu obserwacji przelicza się na pole  $1 \text{ cm}^2$ .

**2.9.3. Wymagania dotyczące układu pomiarowego.** Wymagany jest mikroskop metalograficzny z możliwością zmiany wielkości pola obserwacji oraz zamierzonego wyboru pól obserwacji.

**2.9.4. Przygotowanie monokryształu do pomiaru.** Badane płaszczyzny monokryształu należy zeszlifować na szkle proszkiem karborundowym o ziarnistości 800, lub proszkiem alundowym o ziarnistości 1200. Po wypłukaniu w wodzie destylowanej lub dejonizowanej badaną powierzchnię należy wytrawić do momentu uzyskania lustrzanej powierzchni ( $4 \div 6 \text{ min}$ ) w roztworze polejującym [1] o następującym składzie:

10 cz. obj.  $\cdot \text{HF}$  (czystość p.o., stężenie  $48 \div 54\%$ ),

5 cz. obj.  $\cdot \text{HNO}_3$  (czystość p.p., stężenie  $62 \div 65\%$ ),

14 cz. obj.  $\cdot \text{CH}_3\text{COOH}$  (czystość p.p., stężenie lodowaty).

Po wypłukaniu w wodzie destylowanej lub dejonizowanej i osuszeniu monokryształu należy wykonać trawienie w roztworze ujawniającym defekty struktury uwzględniając orientację krystalograficzną badanej płaszczyzny zgodnej z tabl. 3.

Proces trawienia należy zakończyć płukaniem w wodzie destylowanej lub dejonizowanej.

Roztwory można używać po 30 min od czasu ich przygotowania. Ilość roztworu powinna być tak dobrana, aby temperatura w czasie trawienia nie przekraczała  $60^\circ\text{C}$ .

Nie należy przechowywać gotowych mieszanek o składach podanych w tabl. 3 dłużej niż 1 dzień. Roztwory  $\text{CrO}_3$  w wodzie oraz  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  w wodzie mogą natomiast być przechowywane do 1 miesiąca. W przypadku nieujawnienia się dyslokacji podczas trawienia na badanej płaszczyźnie monokryształu, należy ją ponownie trawić razem z próbką tzw. wzorcową. Próbka

Tablica 3

Płaszczyzna	Składniki roztworu, pp.			Czas trawienia min	Literatura wg Informacji dodatkowych p. 3
	HF	$\text{CrO}_3$	$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$		
(111)	1 cz. obj.	1 cz. obj. (5 M rozt. w $\text{H}_2\text{O}$ )		3 $\div$ 6	[1]
(110) (100)	2 cz. obj.		1 cz. obj. (0,15 M rozt. w $\text{H}_2\text{O}$ )	20 $\div$ 40	[2] [3]

wzorcowa powinna mieć dyslokacje i zakres oporu elektrycznego właściwego odpowiadający oporowi elektrycznemu właściwemu badanemu monokryształu. Jeżeli w tym samym procesie trawienia na próbce wzorcowej ujawnią się dyslokacje, a nie ujawnią się na badanej płaszczyźnie, będzie to dowodem, że badany monokryształ jest bezdyslokacyjny.

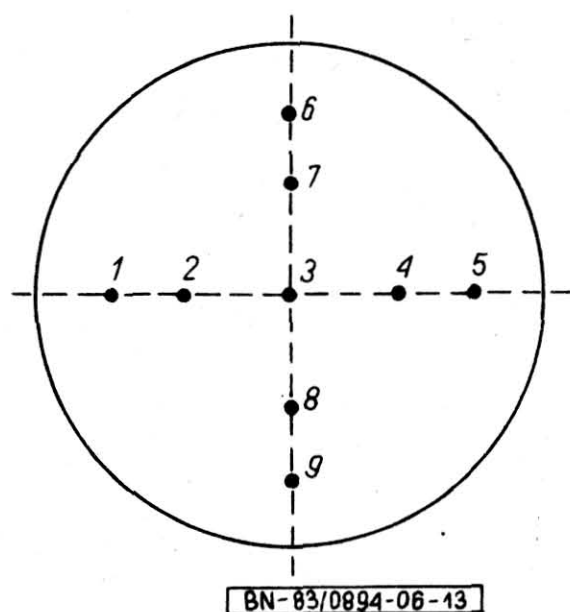
Kształt jamek trawienia zależy od stosowanego roztworu.

Dla podanych w tabl. 3 roztworów:

a) na płaszczyźnie (111) kształt dyslokacyjnych jamek trawienia jest określony przez orientację krystalograficzną, jamki mają kształt zbliżony do ostrosłupa o podstawie trójkąta,

b) na płaszczyznach (110) i (100) jamki mają kształt zagłębień stożkowych o przekroju koła lub elipsy, zależy to od kierunku dyslokacji w pobliżu badanej płaszczyzny, a nie od orientacji krystalograficznej.

**2.9.5. Przeprowadzenie pomiaru.** Gęstość dyslokacji należy obliczać zliczając na badanych płaszczyznach monokryształu dyslokacyjne jamki trawienia w polu widzenia mikroskopu, a następnie przeliczać ich ilość na powierzchnię  $1 \text{ cm}^2$ . Obliczenia należy przeprowadzić w 9 polach obserwacji rozłożonych na wzajemnie prostopadłych średnicach [1] wg rys. 13.



Rys. 13

Wzajemny rozkład pól pomiarowych zależy od średnicy badanego monokryształu. Rozkład pól obserwacji podano w tabl. 4.

Tablica 4

Lp.	Średnica monokryształu	Odległość punktów obserwacji od krawędzi, mm				
		pole obserwacji 1 i 6	pole obserwacji 2 i 7	pole obserwacji 3	pole obserwacji 4 i 8	pole obserwacji 5 i 9
1	2	3	4	5	6	7
1	15	1,8	3,7	7,5	11,3	13,2
2	16	1,8	4,0	8,0	12,0	14,2
3	17	1,9	4,2	8,5	12,8	15,1
4	18	1,9	4,4	9,0	13,6	16,1
5	19	2,0	4,6	9,5	14,4	17,0
6	20	2,1	4,8	10,0	15,2	17,9
7	21	2,1	5,0	10,5	16,0	18,9
8	22	2,2	5,2	11,0	16,8	19,8
9	23	2,2	5,4	11,5	17,6	20,8
10	24	2,3	5,6	12,0	18,4	21,7

cd. tabl. 4

Lp.	Średnica monokryształu	Odległość punktów obserwacji od krawędzi, mm				
		pole obserwacji 1 i 6	pole obserwacji 2 i 7	pole obserwacji 3	pole obserwacji 4 i 8	pole obserwacji 5 i 9
1	2	3	4	5	6	7
11	25	2,4	5,9	12,5	19,1	22,6
12	26	2,4	6,1	13,0	19,9	23,6
13	27	2,5	6,3	13,5	20,7	24,5
14	28	2,5	6,5	14,0	21,5	25,5
15	29	2,6	6,7	14,5	22,3	26,4
16	30	2,7	6,9	15,0	23,1	27,3
17	31	2,7	7,1	15,5	23,9	28,3
18	32	2,8	7,3	16,0	24,7	29,2
19	33	2,8	7,5	16,5	25,5	30,2
20	34	2,9	7,8	17,0	26,2	31,1
21	35	3,0	8,0	17,5	27,0	32,0
22	36	3,0	8,22	18,0	27,8	33,0
23	37	3,1	8,4	18,5	28,6	33,9
24	38	3,1	8,6	19,0	29,4	34,9
25	39	3,2	8,8	19,5	30,2	35,8
26	40	3,2	9,0	20,0	31,0	36,8
27	41	3,3	9,2	20,5	31,8	37,7
28	42	3,4	9,5	21,0	32,5	38,6
29	43	3,4	9,7	21,5	33,3	39,6
30	44	3,5	9,9	22,0	34,1	40,5
31	45	3,5	10,1	22,5	34,9	41,5
32	46	3,6	10,3	23,0	35,7	42,4
33	47	3,7	10,5	23,5	36,5	43,3
34	48	3,7	10,7	24,0	37,3	44,3
35	49	3,8	10,9	24,5	38,1	45,2
36	50	3,8	11,1	25,0	38,9	46,2
37	51	3,9	11,4	25,4	39,6	47,1
38	52	4,0	11,8	26,5	41,2	49,0
39	53	4,1	12,0	27,0	42,0	49,9
40	54	4,1	12,2	27,5	42,8	50,9
41	55	4,2	12,4	28,0	43,6	51,8
42	56	4,2	12,6	28,5	44,4	52,8
43	57	4,3	12,8	29,0	45,2	53,7
44	58	4,4	13,0	29,5	46,0	54,6
45	59	4,4	13,3	30,0	46,7	55,6
46	60	4,5	13,5	30,5	47,5	56,5
47	61	4,5	13,7	31,0	48,3	57,5
48	62	4,6	13,9	31,5	49,1	58,4
49	63	4,7	14,1	32,0	49,9	59,3
50	64	4,7	14,3	32,5	50,7	60,3
51	65	4,8	14,5	33,0	51,5	61,2
52	66	4,8	14,7	33,5	52,3	62,2
53	67	4,9	14,9	34,0	53,1	63,1
54	68	5,0	15,2	34,5	53,8	64,0
55	69	5,0	15,4	35,0	54,6	65,0
56	70	5,1	15,6	35,5	55,4	65,9
57	71	5,1	15,8	36,0	56,2	66,9
58	72	5,2	16,0	36,5	57,0	67,8
59	73	5,3	16,2	37,0	57,0	68,7
60	74	5,3	16,4	37,5	58,6	69,7
61	75	5,4	16,6	38,0	59,4	70,6
62	76	5,4	16,6	38,0	59,4	70,6
63	77	5,4	16,8	38,5	60,2	71,6

Wielkość pola obserwacji należy dobrać w zależności od średniej gęstości dyslokacji zgodnie z tabl. 5.

Tablica 5

Średnia gęstość dyslokacji, $\text{cm}^{-2}$	Promień pola obserwacji, cm	Pole obserwacji, $\text{cm}^2$
0 ÷ 2000	0,056	$1 \cdot 10^{-2}$
2000 ÷ 5000	0,040	$0,5 \cdot 10^{-2}$
5000 ÷ 10000	0,028	$0,25 \cdot 10^{-2}$
ponad 10000	0,020	$0,1256 \cdot 10^{-2}$



Gęstość dyslokacji należy podawać w ilości jamek trawienia przypadających na pole o powierzchni 1 cm<sup>2</sup>. W wynikach pomiaru należy podać wszystkie 9 wartości pomiaru gęstości dyslokacji.

### 2.10. Pomiar odchylenia osi monokryształu od kierunku krystalograficznego

**2.10.1. Cel i zakres.** Celem pomiaru jest określenie odchylenia między osią monokryształu i kierunkiem krystalograficznym. Stosuje się do pomiaru zeszlifowanych na okrągło monokryształów wzrastających w kierunkach krystalograficznych (111) (110) (100).

**2.10.2. Zasada pomiaru.** Pomiar wykonuje się metodą dyfrakcji promieni rentgenowskich na płaszczyznach krystalograficznych prostopadłych do kierunku wzrostu monokryształu. W zjawisku dyfrakcji wzmocnienie interferencyjne monochromatycznej wiązki promieni rentgenowskich zachodzi tylko przy kącie padania wiązki spełniającym równanie

$$n \lambda = 2 d \sin \theta \quad (14)$$

w którym:

- $n$  — rząd ugięcia,
- $\lambda$  — długość fali charakterystycznego promieniowania rentgenowskiego,
- $d$  — odległość między kolejnymi płaszczyznami atomowymi o wskaźnikach (hkl),
- $\theta$  — kąt padania promieni rentgenowskich na płaszczyznę o wskaźnikach (hkl).

Przy wykorzystaniu charakterystycznego promieniowania rentgenowskiego między kąty dla płaszczyzn krystalograficznych odpowiadających określonemu w p. 2 zakresowi pomiarów podano w tabl. 6 (z uwzględnieniem prawa wygaszeń w dyfrakcji promieni rentgenowskich).

Tablica 6

Płaszczyzna krystalograficzna (hkl)	Kąt $\theta$
(111)	14°14'
(400)	34°36'
(220)	23°40'

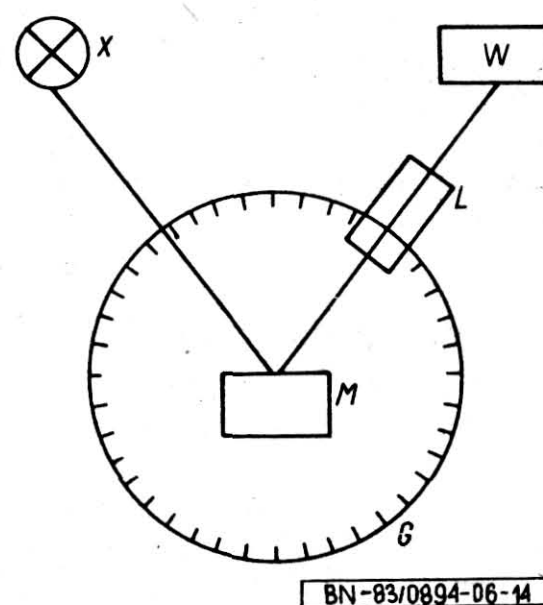
Przyjęto stałą sieci dla krzemu  $a_{sc} = 5,43073 \text{ \AA}^\circ$  i  $\lambda_{CuK} = 1,54178 \text{ \AA}^\circ$ .

**2.10.3. Wymagania dotyczące układu pomiarowego.** Pomiar wykonuje się za pomocą goniometru rentgenowskiego. Zestaw elementów wchodzących w skład goniometru podano na rys. 14.

Dokładność pomiaru orientacji zależy od typu goniometru, dokładność jego ustawienia oraz staranności wykonywania pomiarów (ustawienia monokryształu i odczytu kątów na skali goniometru). Sumaryczny błąd pomiaru nie powinien przekraczać 20'.

**2.10.4. Przygotowanie monokryształu do pomiaru.** Mierzony monokryształu ma mieć boczną powierzchnię zeszlifowaną na okrągło. Rozrzut wielkości średnicy w każdym punkcie pomiarowym na całej długości monokryształu nie może przekraczać 0,2 mm.

**2.10.5. Sposób przeprowadzenia pomiaru.** Mierzony monokryształu należy umieścić na stoliku goniometru rentgenowskiego w ten sposób, aby jego oś geometryczna była prostopadła do osi obrotu goniometru (mo-



Rys. 14

$X$  — źródło promieniowania rentgenowskiego,  $G$  — stolik goniometru,  $M$  — mierzony monokryształu,  $L$  — licznik promieniowania rentgenowskiego,  $W$  — wskaźnik intensywności promieniowania

nokryształu leży wzdłuż promienia goniometru) i punkt przecięcia osi geometrycznej monokryształu z jedną z płaszczyzn odcięcia monokryształu (płaszczyzna górna lub dolna monokryształu) znalazł się na osi obrotu goniometru. Goniometr ustawiony jest tak, aby spełnione było równanie dyfrakcji promieni rentgenowskich dla płaszczyzny krystalograficznej prostopadłej do kierunku wzrostu monokryształu (tabl. 6). Obracając monokryształu wokół jego osi geometrycznej doprowadza się do uzyskania maksimum wychylenia na mierniku intensywności promieniowania. Przy tym ustawieniu monokryształu spełnione jest prawo dyfrakcji dla płaszczyzn krystalograficznych (hkl) prostopadłych do osi krystalograficznej monokryształu. Następnie należy obrócić monokryształu wokół jego osi geometrycznej o 90° oraz pokrętelem zmian kąta  $\theta$  osiągnąć położenie, przy którym na wskaźniku intensywności promieniowania obserwuje się ponowne maksymalne wychylenie. Różnica wartości odczytanego kąta i kąta  $\theta$  dla mierzonych płaszczyzn krystalograficznych jest wartością kąta między płaszczyzną krystalograficzną i płaszczyzną prostopadłą do osi monokryształu. Ze względu na prostopadłość kierunków krystalograficznych do uwzględnianych w pomiarach płaszczyzn krystalograficznych uzyskana wartość odpowiada kątowi odchylenia osi monokryształu od kierunku krystalograficznego. Dla monokryształów wzrastających w kierunku (111) dopuszcza się pomiar odchylenia osi monokryształu od kierunku krystalograficznego za pomocą goniometru optycznego. Jedną z płaszczyzn odcięcia mierzonego monokryształu należy zeszlifować za pomocą papieru ściernego o ziarnistości 220, a następnie trawić w ciągu 2 ÷ 4 min we wrzącym, 30% roztworze wodorotlenku sodowego lub potasowego. Następnie za pomocą goniometru optycznego ustawić płaszczyznę (111) badanego monokryształu prostopadle do padającej na nią wiązki światła. Odczytać kąt odchylenia stolika wraz z monokryształem od położenia zerowego. Dokładność pomiaru tej metody wynosi 30'. Powyższą metodę można stosować w przypadkach kiedy wymagania dokładności nie są mniejsze od 30'.

## INFORMACJE DODATKOWE

**1. Instytucja opracowująca normę** — Centrum Naukowo-Produkcyjne Materiałów Elektronicznych, Warszawa.

**2. Istotne zmiany w stosunku do BN-74/0894-06**

- a) rozszerzono liczbę określeń,
- b) rozszerzono i uściślono warunki pomiaru oporu elektrycznego właściwego,
- c) rozszerzono i uściślono warunki pomiaru czasu życia nośników mniejszościowych metodą zaniku fotoprzewodnictwa; usunięto z normy pozostałe metody pomiaru czasu życia nośników mniejszościowych;
- d) uściślono metody pomiaru typu przewodnictwa,
- e) uściślono pomiar koncentracji atomów tlenu w krzemie,
- f) wprowadzono pomiar koncentracji atomów węgla w krzemie,

- g) uściślono określenia i metody pomiaru gęstości dyslokacji,
- h) uściślono i rozszerzono metody pomiaru odchylenia osi monokryształu od kierunku krystalograficznego.

**3. Literatura**

- [1] Standard Method of Test for Crystallographic Perfection of Silicon by Preferential Etch Techniques ASTM F47-70
- [2] F. Seecod Aragona, J. Electrochem. Soc. Vol. 119 No 7. str. 948—951 1972
- [3] D.G. Schimmel J. Electrochem. Soc. Vol. 123. No. 5 str. 734—741 1976

**4. Symbol wg SWW** — 0532-100.

**5. Autorzy projektu normy** — dr inż. Karol Nowysz, mgr inż. Janusz Drągowski, mgr Marta Pawłowska, mgr Eugeniusz Szyszka — Centrum Naukowo-Produkcyjne Materiałów Elektronicznych.