

HUTNICTWO METALI NIEŻELAZNYCH	NORMA BRANŻOWA	BN-72 0894-05
	German i krzem polikrystaliczny	
	Metody pomiaru parametrów elektrycznych	Grupa katalogowa XIX 19

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są metody pomiaru parametrów elektrycznych germanu i krzemu polikrystalicznego i próbných monokryształów germanu i krzemu.

1.2. Określenia — wg BN-70/0894-04 i BN-72/0891-01.

1.3. Normy związane

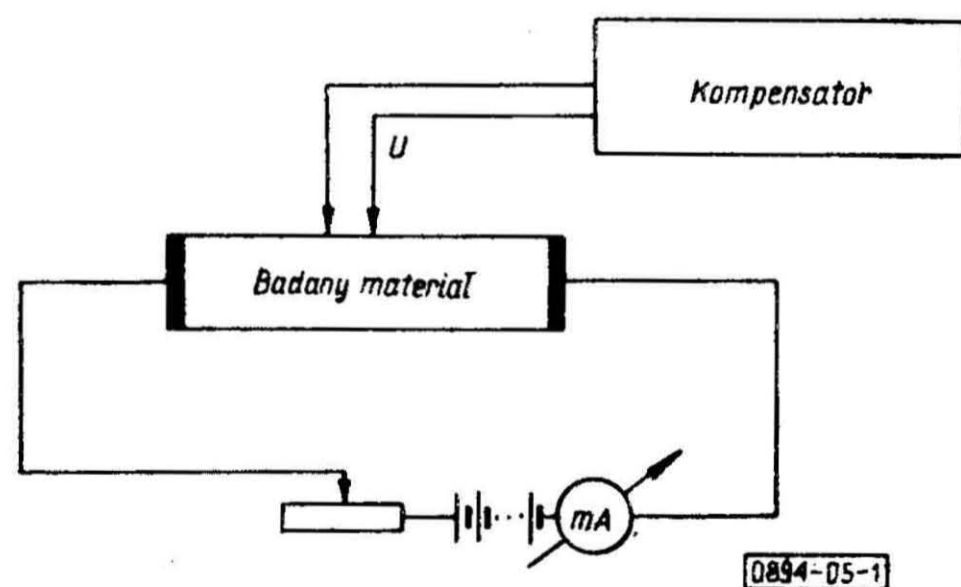
BN-70/0894-04 Krzem polikrystaliczny. Pręty

BN-72/0891-01 Materiały półprzewodnikowe. German polikrystaliczny. Wlewki

2. METODY POMIARU

2.1. Pomiar oporu elektrycznego właściwego

2.1.1. Pomiar metodą sondy dwuostrzowej. Na badanym wlewkę należy ustawić sondę z dwoma ostrzami. Pomiar polega na zmierzeniu spadku napięcia między dwoma ostrzami sondy, wywołanego przepływem prądu przez mierzony wlewek. Schemat blokowy pomiaru metodą sondy dwuostrzowej przedstawia rys. 1.



Rys. 1

Pomiar należy przeprowadzać na dolnej stronie wlewka po uprzednim zeszlifowaniu dróżki pomiarowej na głębokość około 0,5 mm. Dróżkę pomiarową należy przygotować przez starcie polikryształu na papierze ściernym wodood-

pornym i drobnoziarnistym. Po zeszlifowaniu, powierzchnię należy przetrzeć watką zwilżoną alkoholem etylowym. Pomiar należy wykonywać metodą kompensacyjną w odstępach co 10 mm. Rozstawienie ostrzy powinno wynosić 10 mm $\pm 1\%$. Gęstość prądu przepływającego przez mierzony wlewek powinna wynosić 10 mA/cm² $\pm 1\%$.

Wartość mierzonego oporu elektrycznego właściwego (ρ) należy określić w $\Omega \cdot \text{cm}$ wg wzoru (1)

$$\rho = \frac{U}{I} \cdot \frac{S}{l} \quad (1)$$

gdzie:

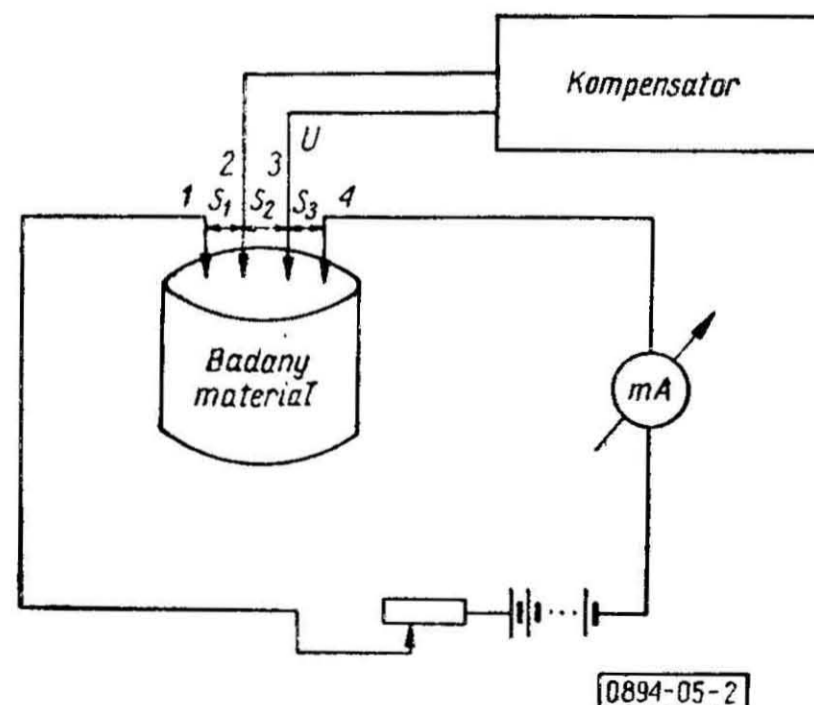
U — spadek napięcia zmierzony między dwoma ostrzami sondy, mV,

I — prąd przepływający przez wlewek, mA,

S — przekrój wlewka w punkcie pomiaru, cm²,

l — odległość między dwoma ostrzami sondy, cm.

2.1.2. Pomiar metodą sondy czterostrzowej. Na badanym materiale należy ustawić sondę z czterema ostrzami. Pomiar polega na zmierzeniu spadku napięcia między środkowymi ostrzami sondy, wywołanego przepływem określonego prądu przez badany materiał i dwa skrajne ostrza sondy. Schemat blokowy pomiaru metodą sondy czterostrzowej przedstawia rys. 2.



Rys. 2

Naukowo-Produkcyjne Centrum Półprzewodników

Ustanowiona przez Generalnego Dyrektora Zjednoczenia Górniczo-Hutniczego Metali Nieżelaznych „Metale” dnia 25 lutego 1972 r. jako norma obowiązująca w zakresie badań rozjemczych od dnia 1 października 1972 r.

(Dz. Norm i Miar nr 3/1972 poz. 4)

Pomiar oporu elektrycznego właściwego monokryształu należy wykonać na płaszczyznach czołowych po uprzednim zeszlifowaniu tych powierzchni na papierze ściernym wodoodpornym i drobnoziarnistym. Po zeszlifowaniu, powierzchnię należy przetrzeć watką zwilżoną alkoholem etylowym. Pomiary należy wykonać metodą kompensacyjną w odstępach co 3 mm, na dwóch prostopadłych średnicach pozostawiając 5 mm obszar brzegowy. Do pomiaru należy stosować sondę o rozstawieniu ostrzy 1 mm $\pm 1\%$.

Prąd zasilania wg tabl. 1.

Tablica 1

Wartość prądu zasilania mA	Zakres oporu elektrycznego właściwego badanego materiału $\Omega \cdot \text{cm}$
0,1 $\pm 0,5\%$	$\rho \geq 500$
0,5 $\pm 0,5\%$	$30 < \rho < 500$
1,0 $\pm 0,5\%$	$1 < \rho < 30$
10,0 $\pm 0,5\%$	$\rho < 1$

Wartość mierzonego oporu (ρ) należy określić w $\Omega \cdot \text{cm}$. wg wzoru (2)

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

gdzie:

U — spadek napięcia między środkowymi ostrzami sondy, mV,

I — prąd zasilania, mA,

S — stała sondy,

$$S = \frac{1}{\frac{1}{S_1} + \frac{1}{S_3} + \frac{1}{S_1+S_2} + \frac{1}{S_2+S_3}} \text{ cm,}$$

S_1, S_2, S_3 — odległości między ostrzami sondy, cm

2.2. Poziom zawartości boru w krzemie należy określić w oparciu o pomiar oporu elektrycznego właściwego krzemu polikrystalicznego, oczyszczonego strefowo, metodą sondy dwuostrzowej. Pomiar należy przeprowadzić wzdłuż cylindrycznej części pałeczki, po uprzednim wykonaniu ścieżki pomiarowej. Ścieżkę pomiarową przygotować przez starcie pałeczki na głębokość około 0,5 mm, na papierze ściernym wodoodpornym drobnoziarnistym. Po starciu powierzchnię należy przetrzeć watką zwilżoną alkoholem etylowym. Pomiary należy wykonać metodą kompensacyjną w odstępach co 10 mm. Do pomiaru należy stosować sondę o rozstawieniu ostrzy 1 mm $\pm 1\%$. Gęstość prądu przepływającego przez pałeczkę powinna być zgodna z tabl. 2.

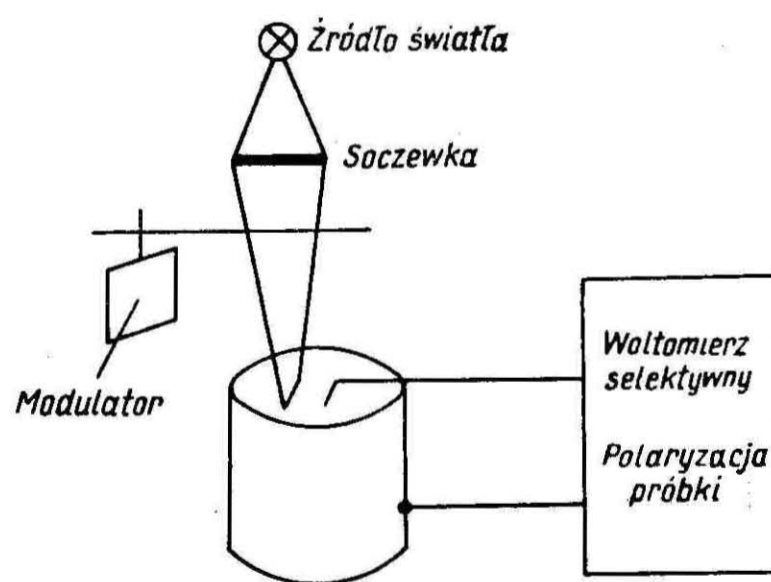
Tablica 2

Gęstość prądu mA/cm ² $\pm 0,5\%$	Zakres oporu elektrycznego właściwego $\Omega \cdot \text{cm}$
$1,0 < I < 1,5$	$500 < \rho \leq 1000$
$0,1 < I < 0,5$	$1000 < \rho \leq 10000$

Za poziom boru należy uznać najniższą wartość pomiaru oporu elektrycznego właściwego, występującą na 60% długości pałeczki, licząc od jej początku (początek czyszczenia). Maksymalny rozrzut trzech najbliższych wartości pomiarów od wartości uznanej za poziom boru nie powinien być większy niż 20%. Wartość mierzonego oporu należy określić wg wzoru (1).

2.3. Pomiar czasu życia nośników mniejszościowych (τ)

2.3.1. Pomiar na próbnym monokryształach germanu. Pomiar czasu życia nośników mniejszościowych należy wykonać metodą Valdesa. Metoda polega na generowaniu par dziura-elektron w wyniku oświetlenia próbki wąską linią światła przerywanego w monokryształ germanu oraz pomiarze koncentracji nośników w funkcji odległości od linii generowania, przy zastosowaniu kolektora spolaryzowanego w kierunku wstecznym. Schemat blokowy pomiaru metodą Valdesa przedstawia rys. 3.



0894-05-3

Rys. 3

Czas życia nośników mniejszościowych (τ) należy wyznaczyć z długości drogi dyfuzji (L), wyliczonej z porównania eksperymentalnej krzywej prądu kolektora w funkcji odległości z krzywą teoretyczną wynikającą z rozwiązania równania dyfuzji dla odpowiednich warunków brzegowych. Pomiar czasu życia nośników mniejszościowych należy wykonywać na obu powierzchniach czołowych monokryształu, po uprzednim przygotowaniu powierzchni. Pomiar należy wykonać w środku przekroju czołowego oraz na dwóch prostopadłych średnicach w odległości co 5 mm.

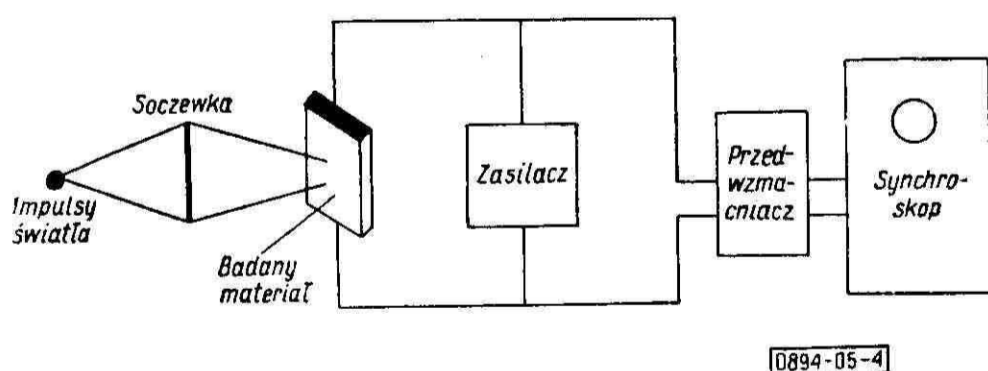
Powierzchnię do pomiaru należy przygotować przez zeszlifowanie na papierze ściernym wodoodpornym drobno-

ziarnistym, następnie na proszku karborundowym. Powierzchnię wyszlifowaną i dokładnie wypłukaną należy trawić w mieszaninie CP-4 o składzie: 15 cm³ CH₃COOH, 25 cm³ HNO₃, 15 cm³ HF, 0,3 cm³ Br₂ (czas trawienia 2 min). Czas życia należy mierzyć nie później niż w 2 godz po wytrawieniu. Ostrza kolektora należy wykonać z drutu wolframowego o średnicy 0,1 mm. Ostrze powinno być ustawione w stosunku do powierzchni kryształu pod kątem 45 ÷ 60°. Ostrze należy uformować impulsem napięciowym. Kolektor należy uważać na uformowany jeżeli stosunek prądów w kierunku przewodzenia i zaporowym jest większy niż 10. Prąd polaryzacji kolektora powinien wynosić około 0,5 mA. Wymiary plamki świetlnej 0,2 × 10 mm ± 2%.

Krzywą zależności prądu od odległości kolektora od linii świetlnej należy wykonywać co najmniej z 7 punktów co 0,1 mm, zaczynając od 0,3 mm od położenia w którym prąd przyjmuje wartość maksymalną.

Pomiar należy wykonać w dwóch kierunkach względem linii świetlnej. Czas życia nośników określić jako średnią z pomiarów w obu kierunkach.

2.3.2. Pomiar na próbkach wyciętych z próbných monokryształów germanu i krzemu. Pomiar czasu życia nośników mniejszościowych (τ), należy wykonać metodą zaniku fotoprzewodnictwa. Pomiar polega na modulacji przewodnictwa próbki pod wpływem oświetlenia (krótkiego błysku). Zmiana koncentracji nośników w czasie, zależy od czasu życia nośników. Zmianę tę należy określić oceniając zmianę czasową napięcia na próbce przez którą płynie prąd. Z krzywej zaniku napięcia należy określić czas życia nośników mniejszościowych. Schemat blokowy pomiaru metodą zaniku fotoprzewodnictwa przedstawia rys. 4.



Rys. 4

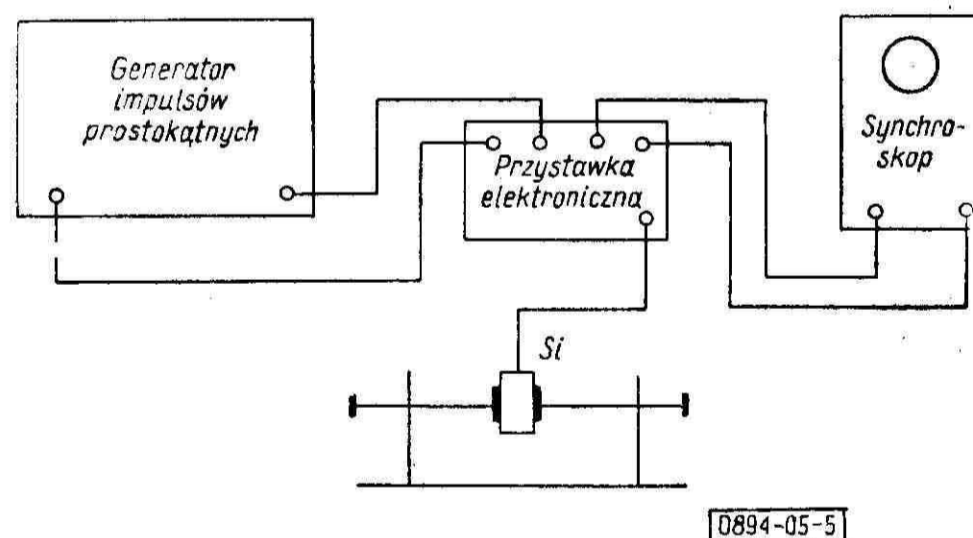
Z dolnej części każdego monokryształu próbnego należy wyciąć próbkę o wymiarach 6 × 6 × 25 mm ± 10% dla krzemu oraz 10 × 10 × 25 mm ± 10% dla germanu. Rozrzut wartości oporu elektrycznego właściwego próbki nie powinien przekraczać 10%. Powierzchnie boczne próbek należy zeszlifować na papierze ściernym wodoodpornym drobnoziarnistym, a następnie na proszku karborundowym. Po dokładnym zeszlifowaniu i wypłukaniu, próbkę należy trawić w CP-4 zgodnie z p. 2.3.1 dla germanu i w CP-8 zgodnie z p. 2.3.3 dla krzemu. Na powierzchni czołowe próbki należy nanieść kontakty ze stopu 95% Sn + 5% Sb dla germanu i nikłowe jak w p. 2.3.3 dla krzemu. Czas zanikania powinien być dłuższy niż 5 μs. Do pomiaru należy stosować filtr germanowy dla germanu i krzemowy

dla krzemu o grubości 200 μm. Plamka świetlna powinna padać prostopadle do powierzchni próbki. Niedopuszczalne jest oświetlenie kontaktów i brzegów próbki.

2.3.3. Pomiar próbných monokryształów krzemu. Pomiar czasu życia nośników mniejszościowych należy wykonać metodą Spitzera. Pomiar polega na modulacji przewodnictwa w kontakcie punktowym, przez który podawane są w kierunku przewodnictwa dwa prostokątne impulsy prądowe przesunięte w czasie. Nośniki wprowadzone przez pierwszy impuls (wstrzykujący) w przerwie między impulsami rekombinują. Spadek napięcia na początku drugiego impulsu (pomiarowego) jest określony przez koncentrację nośników nadmiarowych, które nie zdążyły zrekombinować w przerwie między impulsami (tzn. zależy od czasu życia nośników). Różnica między spadkiem napięcia U_1 na początku pierwszego impulsu a spadkiem napięcia U_2 na początku drugiego impulsu jest funkcją czasu (t) między impulsami oraz czasu życia (τ) nośników mniejszościowych (3), przy czym czas trwania impulsu wstrzykiwania T powinien być równy $2\tau \div 3\tau$

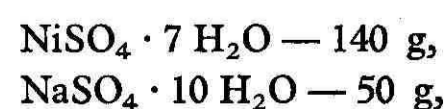
$$U_1 - U_2 = \text{const} = \frac{t}{e\tau} \quad (3)$$

Schemat blokowy pomiaru metodą Spitzera przedstawiono na rys. 5.



Rys. 5

Pomiar należy wykonywać na obu płaszczyznach czołowych monokryształów próbných, po uprzednim przygotowaniu tych powierzchni. Powierzchnię do pomiaru należy przygotować przez starcie na proszku karborundowym. Po dokładnym wyszlifowaniu i wymyciu, powierzchnię należy polerować chemicznie w mieszaninie CP-8 o składzie 1 część 48% HF sp.cz. i 2 części 65% HNO₃ sp.cz. Trawienie do ujawnienia się brunatnych tlenków azotu. Trawienie przerwać przez rozcieńczenie mieszaniny CP-8 wodą dejonizowaną. Czas życia nośników należy mierzyć nie później jak do 2 godz po wytrawieniu. W celu zmniejszenia oporu elektrycznego, na powierzchni boczne monokryształu należy nanieść elektrolityczne kontakty nikłowe o powierzchni 1 cm². Skład elektrolitu:



H₃BO₃ — 20 g,
NaCl — 5 g,
H₂O destylowana — 1 l.

Materiał elektrod: anoda — niklowa, katoda — kryształ Si. Gęstość prądu 10 mA/cm² ± 1%. Ostrze wstrzykujące do pomiaru krzemu typu n należy wykonać z drutu aluminiowego, a dla krzemu typu p z fosforobrazu. Ostrze uformować napięciem stałym o wartości 220 V. Czas trwania impulsu poniżej 400 μs. Pomiar należy wykonywać w środku przekroju czołowego oraz na dwóch prostopadłych średnicach w odległości co 5 mm, pozostawiając obszar brzegowy 5 mm.

2.4. Pomiar ruchliwości nośników prądu. Ruchliwość nośników prądu należy określić z pomiarów współczynnika Halla i właściwego oporu elektrycznego. Zasada efektu Halla jest następująca: jeżeli prostopadłościenną próbkę przez którą płynie prąd elektryczny umieścić w polu magnetycznym prostopadłym do kierunku prądu, to w próbce powstanie siła elektromotoryczna prostopadła zarówno do kierunku przepływu prądu jak i do kierunku pola magnetycznego. Wartość powstałej siły elektromotorycznej jest proporcjonalna do płynącego prądu oraz natężenia pola magnetycznego. Powstałą siłę elektromotoryczną (napięcie Halla — U_H) można wyrazić w woltach zależnością:

$$U_H = R_H \cdot \frac{I}{d} \cdot B \cdot 10^{-8} \quad (4)$$

gdzie:

R_H — współczynnik Halla, cm²/C,
 I — prąd płynący przez próbkę, A,
 B — indukcja magnetyczna, mT,
 d — grubość próbki, cm.

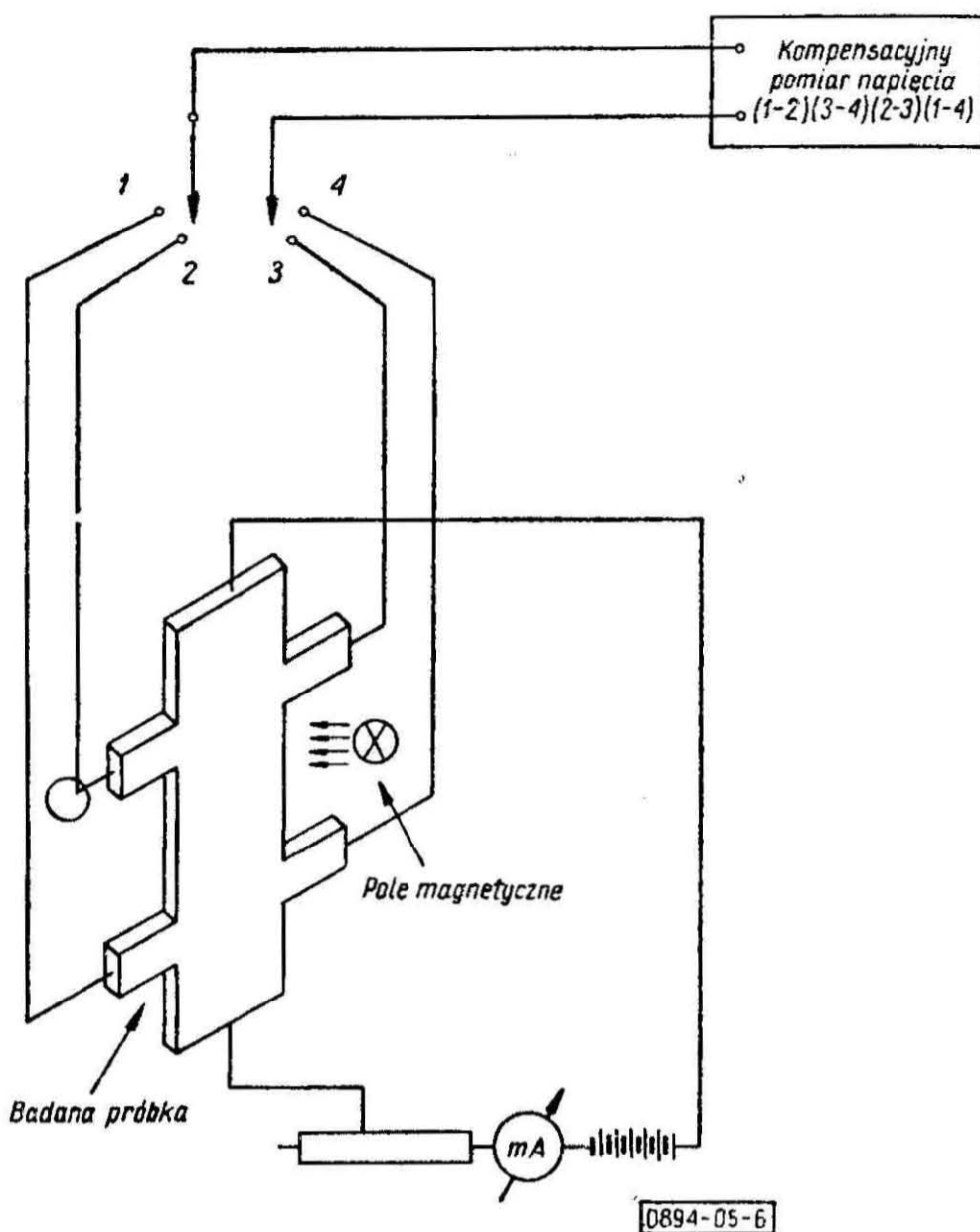
Znając współczynnik Halla oraz opór elektryczny właściwy próbki można wyznaczyć ruchliwość nośników prądu (μ) w cm²/(V · s) wg wzoru (5)

$$\mu = \frac{R_H}{\rho} \quad (5)$$

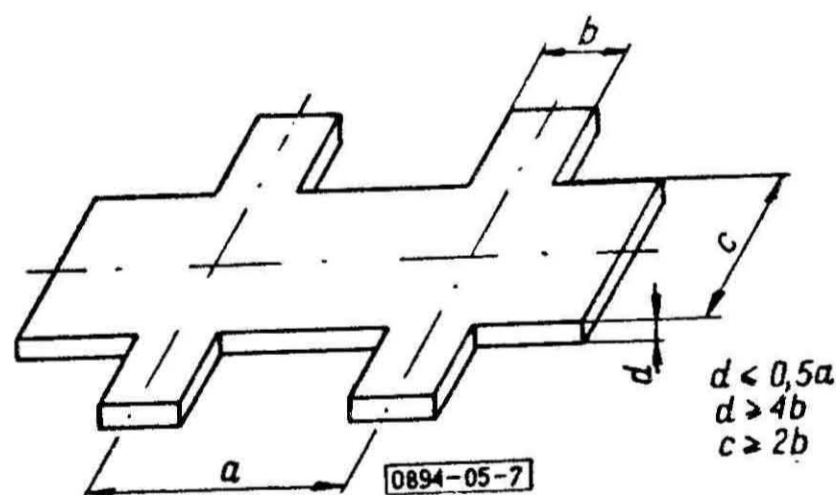
gdzie ρ — opór elektryczny właściwy próbki, Ω · cm.

Schemat blokowy metody pomiaru współczynnika Halla przedstawiono na rys. 6.

Dla wykonania pomiaru należy z dolnej części każdego monokryształu próbnego wyciąć próbkę o wymiarach jak na rys. 7, przy czym niejednorodność oporu elektrycznego właściwego wyciętej próbki nie może być większa niż 10%. Powierzchnie boczne próbek zeszlifować na papierze ściernym wodoodpornym o ziarnistości 2/0 do 4/0 a następnie na proszku karborundowym 1200. Po dokładnym zeszlifowaniu i wypłukaniu, próbkę należy wytrawić w CP-4 o składzie wg 2.3.1. Powierzchnie czołowe próbki należy całkowicie pokryć stopem 95% Sn + 5% Sb. Do kontaktów należy doprowadzić elektrody i próbkę umieścić w kriostacie zapewniającym uzyskanie temp. ciekłego azotu w otoczeniu próbki. Prąd płynący przez próbkę nie może przekraczać 0,5 mA, a indukcja pola magnetycznego nie może być większa niż 500 mT. Po ustaleniu się temperatury ciekłego



Rys. 6



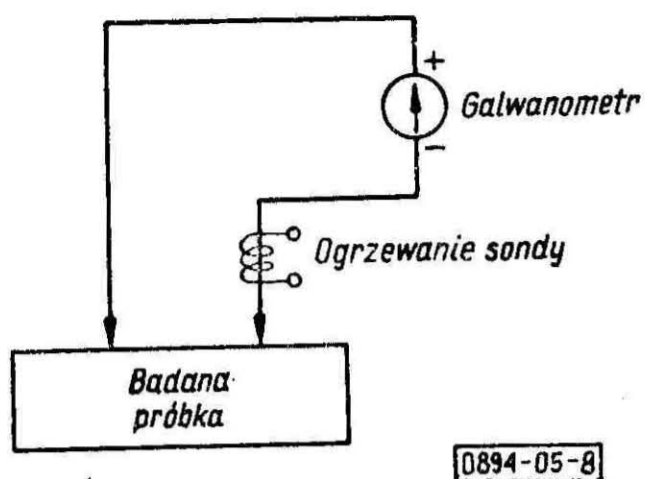
Rys. 7

azotu w otoczeniu próbki należy wykonać pomiar napięcia Halla i oporu elektrycznego właściwego metodą dwu-ostrzową.

2.5. Określenie typu przewodnictwa

2.5.1. Określenie typu przewodnictwa za pomocą termosondy. Typ przewodnictwa należy określić na podstawie różnicy potencjałów występującej między nagrzaną i zimną częścią półprzewodnika. Przy materiale typu p nagrzana część półprzewodnika ma potencjał ujemny a w przypadku metariału typu n potencjał dodatni. Schemat blokowy pomiaru metodą termoelektryczną przedstawia rys. 8.

Pomiary należy wykonać wzdłuż próbki (wlewka) na górnej i dolnej powierzchni oraz na tworzącej i powierzchniach czołowych. Rozstawienie ostrzy sondy 10 mm. Różnica



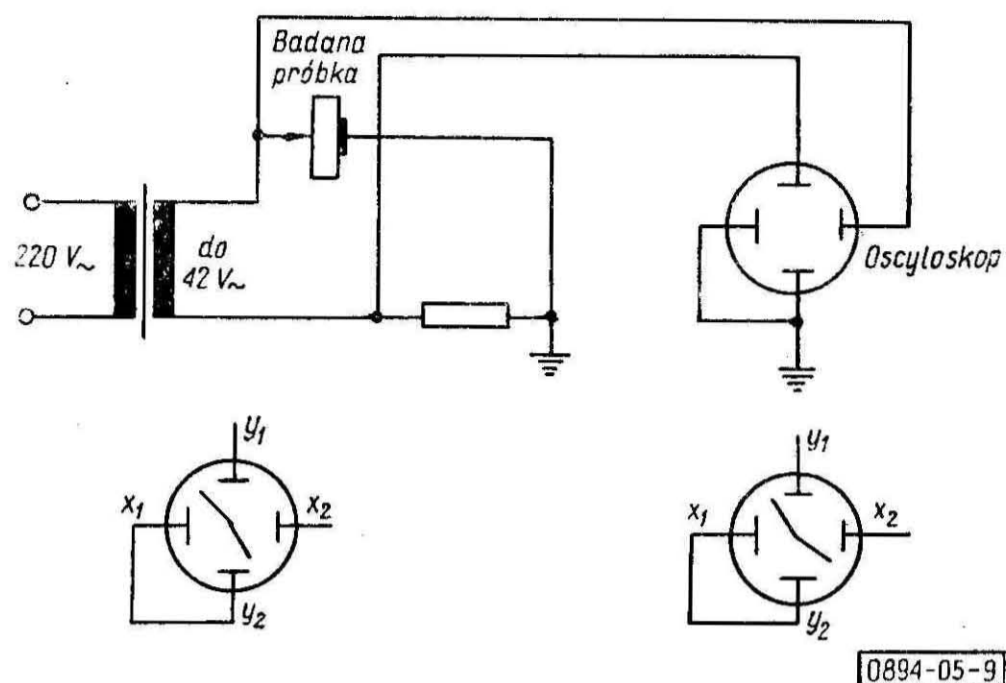
Rys. 8

temperatur między ostrzami sondy powinna wynosić około 80°C .

2.5.2. Określenie typu przewodnictwa z napięcia Halla. Z napięcia Halla można określić typ przewodnictwa. Dla półprzewodnika typu n współczynnik Halla ma znak ujemny, a dla półprzewodnika typu p znak dodatni. Dla wykonania pomiaru należy na próbce przygotowanej do pomiaru ruchliwości nośników prądu określić znak napięcia Halla i w oparciu o podane wyżej zasady określić typ przewodnictwa.

2.5.3. Określenie typu przewodnictwa z charakterystyki prądowo-napięciowej. Określenie typu przewodnictwa oparte jest na zjawisku prostowania prądu przez kontakt punktowy. Schemat układu pomiarowego

i obrazu krzywej na oscyloskopie w zależności od typu przewodnictwa badanej próbki przedstawia rys. 9.



Obraz przewodnictwa typu n

Obraz przewodnictwa typu p

Rys. 9

Pomiar należy wykonywać na powierzchniach czołowych monokryształów. W tym celu na powierzchnię boczną monokryształu należy nanieść kontakt nikłowy o powierzchni około 1 cm^2 . Na powierzchni czołowej należy ustawić ostrze wolframowe i następnie na podstawie obrazu krzywej na oscyloskopie określić typ przewodnictwa.

KONIEC