

MATERIAŁY PÓŁPRZEWODNIKOWE	NORMA BRANŻOWA	BN-81 0894-11
	Krzem polikrystaliczny Metody badań	Zamiast BN-70/0894-04 ¹⁾
		Grupa katalogowa 0152

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są metody i sposób przeprowadzania badań krzemu polikrystalicznego otrzymywanego w formie prętów metodą osadzania krzemu na krzemie poprzez redukcję trójchlorosilanu.

Badania przeprowadza się na prętach, wałkach uzyskanych na drodze cięcia prętów oraz kawałkach uzyskanych na drodze rozdrobnienia prętów.

Krzem polikrystaliczny stosowany jest do otrzymywania monokryształów krzemu, używanych do produkcji elementów półprzewodnikowych.

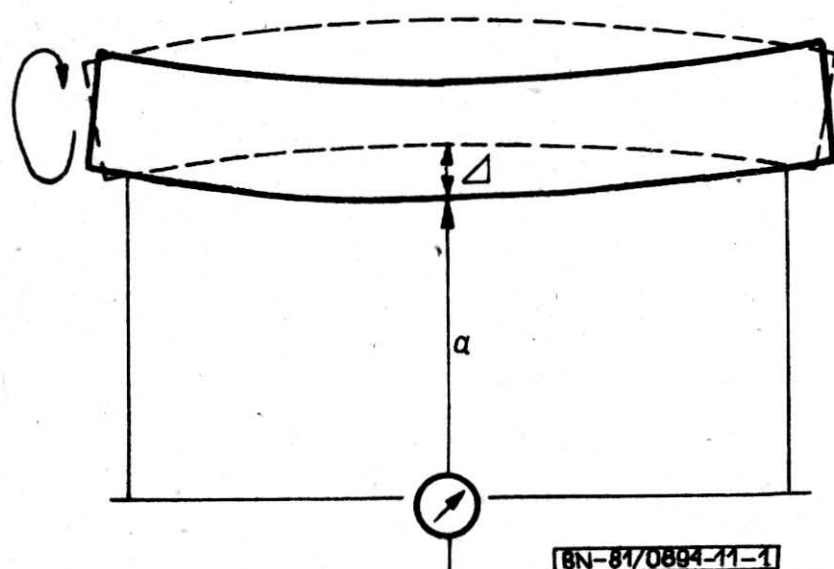
1.2. Określenia

1.2.1. owalizacja pręta – stopień spłaszczenia pręta krzemu nieszlifowanego w danym przekroju prostym do osi pręta, czyli odchylenie od kształtu koła.

1.2.2. owalność przekroju poprzecznego pręta – wg PN-78/M-02137 Informacje dodatkowe p. 3.3.1.

1.2.3. stożkowość pręta – wg PN-78/M-02137 Informacje dodatkowe p. 3.4.1.

1.2.4. ugięcie pręta – połowa różnicy (Δ) między maksymalnym i minimalnym wskazaniem czujnika zgodnie z rys. 1.



Rys. 1

¹⁾ W zakresie p. 5.3.

1.2.5. opór elektryczny właściwy – stosunek natężenia pola elektrycznego do gęstości prądu elektrycznego, płynącego pod wpływem tego pola, wyrażony w $\Omega \cdot m$ ($\Omega \cdot cm$).

1.2.6. czas życia nośników mniejszościowych ładunku – czas, po upływie którego koncentracja nadmiarowych nośników mniejszościowych wprowadzanych równomiernie do całej objętości nieskończenie rozciągniętego monokryształu maleje e razy (gdzie e – podstawa logarytmu naturalnego).

1.3. Rodzaje metod badań i obliczeń

1.3.1. Parametry geometryczne

- a) pomiar długości (2.1.1),
- b) pomiar średnicy (2.1.2),
- c) obliczanie owalizacji (2.1.3),
- d) obliczanie owalności (2.1.4),
- e) obliczanie stożkowości (2.1.5),
- f) pomiar ugięcia (2.1.6),
- g) pomiar masy (2.1.7).

1.3.2. Parametry elektryczne

- a) pomiar oporu elektrycznego właściwego metodą sondy dwustrzowej (2.2.3)
- b) pomiar czasu życia nośników mniejszościowych ładunków metodą zaniku fotoprzewodnictwa (2.2.4).

2. METODY BADAŃ

2.1. Pomiar parametrów geometrycznych

2.1.1. Pomiar długości. Pomiar długości prętów, wałków i kawałków należy wykonać za pomocą linijki:

- pręty z dokładnością do 10 mm,
- wałki i kawałki z dokładnością do 1 mm.

2.1.2. Pomiar średnicy. Pomiar średnicy prętów i wałków należy wykonać za pomocą suwmiarki.

Pomiar średnicy prętów nieszlifowanych należy wykonać przez folię z dokładnością do 0,2 mm. Za średnicę pręta nieszlifowanego przyjmuje się średnicę zmierzoną i pomniejszoną o dwie grubości folii.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Rafineryjnego i Petrochemicznego PETROCHEMIA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Rafineryjnego i Petrochemicznego PETROCHEMIA
dnia 21 września 1981 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 kwietnia 1982 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 21/1981 poz. 84)

Pomiar średnicy prętów szlifowanych należy wykonać bezpośrednio na pręcie z dokładnością do 0,1 mm.

Pomiar średnicy wałków należy wykonać z dokładnością do 1 mm.

Na drodze pomiarów znaleźć największą ($d_{\max}$) i najmniejszą ($d_{\min}$) wartość średnicy pręta w danym przekroju poprzecznym.

Tolerancję średnicy (T_r) krzemu polikrystalicznego CZ należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$T_r = \frac{|r_o - r_n|}{r_n} \cdot 100 \quad (1)$$

w którym:

r_o - zmierzona średnica wałków, mm,

r_n - nominalna średnica, mm.

2.1.3. Obliczanie owalizacji. Na podstawie uzyskanych pomiarów średnicy pręta nieszlifowanego, należy obliczyć owalizację (P) w procentach dla danego przekroju poprzecznego wg wzoru

$$P = \frac{d_{\max} - d_{\min}}{d_{\max}} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

$d_{\max}$ i $d_{\min}$ - największa i najmniejsza średnica danego przekroju poprzecznego pręta, mm.

2.1.4. Obliczanie owalności pręta. Na podstawie uzyskanych pomiarów średnicy dla danego przekroju poprzecznego pręta obliczyć owalność (O) w milimetrach wg wzoru

$$O = \frac{d_{\max} - d_{\min}}{2} \quad (3)$$

w którym:

$d_{\max}$ i $d_{\min}$ - największa i najmniejsza średnica dla danego przekroju poprzecznego pręta, mm.

2.1.5. Obliczanie stożkowości pręta. Na podstawie uzyskanych pomiarów średnicy dla danego przekroju wzdłużnego pręta obliczyć stożkowość (S) w milimetrach wg wzoru

$$S = \frac{d_{\max} - d_{\min}}{2} \quad (4)$$

w którym:

$d_{\max}$ i $d_{\min}$ - największa i najmniejsza średnica dla danego przekroju wzdłużnego pręta, mm.

2.1.6. Pomiar ugięcia pręta należy wykonać czujnikiem na pręcie podpartym w odległości 100 mm od początku i końca pręta. Pomiar należy wykonać na całym odcinku między punktami podparcia podczas obrotu pręta wokół jego osi.

Ugięcie (U) należy obliczyć w milimetrach wg wzoru

$$U = \frac{\Delta}{2} = \frac{a_{\max} - a_{\min}}{2} \quad (5)$$

w którym:

$a_{\max}$ i $a_{\min}$ - największe i najmniejsze wskazanie czujnika, mm.

2.1.7. Pomiar masy. Masę polikryształu wyznaczyć za pomocą wagi z dokładnością do 10 g dla masy do 10 kg oraz z dokładnością do 50 g dla masy powyżej 10 kg.

Tolerancję masy (T_m) krzemu polikrystalicznego w wałkach należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$T_m = \frac{|m_o - m_n|}{m_n} \cdot 100 \quad (6)$$

w którym:

m_o - zważona masa, kg,

m_n - nominalna masa, kg.

2.2. Metody pomiaru własności elektrycznych

2.2.1. Próbki do badań stanowią kontrolne kryształy krzemu wykonane w sposób zależny od rodzaju badanego krzemu oraz rodzaju badania przeprowadzonego dla danego krzemu.

Warunki otrzymania kryształów krzemu określa norma przedmiotowa.

2.2.2. Przygotowanie próbki. Na płaszczyzny czołowe kryształu kontrolnego należy nanieść kontakt nikłowy. Do tego celu należy użyć elektrolitu o składzie:

- 140 g siarczanu nikłowego ($\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) cz. d. d.,
- 50 g siarczanu sodowego ($\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) cz. d. a.,
- 20 g kwasu ortoborowego (H_3BO_3) cz. d. a.,
- 5 g chlorku sodowego (NaCl) cz. d. a.,
- 1 dm³ wody destylowanej.

Materiał elektrod: anoda - nikłowa,

katoda - kryształ krzemu.

Gęstość prądu nie może przekraczać 10 mA/cm² powierzchni kontaktu. Temperatura kryształu i elektrolitu w czasie nanoszenia 23 ± 5 °C.

2.2.3. Pomiar oporu elektrycznego właściwego metodą sondy dwuostrzowej

2.2.3.1. Zasada badania polega na pomiarze spadku napięcia między ostrzami sondy powstałego na skutek przepływu określonego prądu przez badany kryształ.

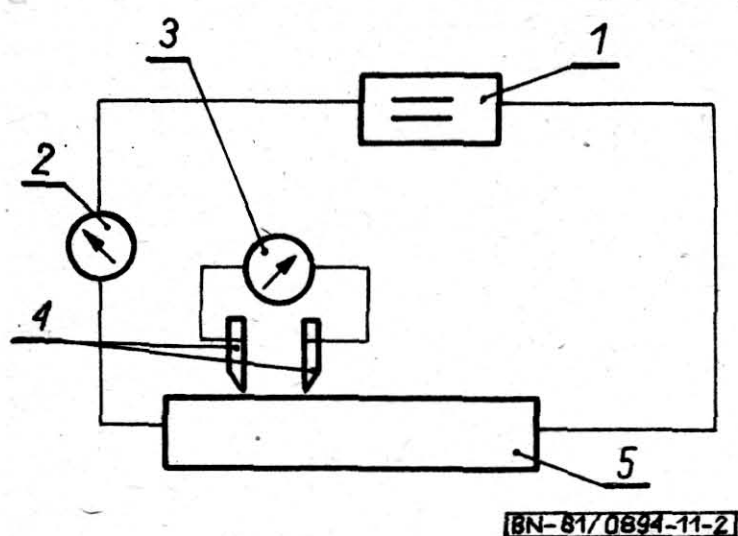
2.2.3.2. Wymagania dla układu pomiarowego

a) Sonda pomiarowa - ostrza sondy wykonane z węgla wolframu w formie noży o promieniu zaokrąglenia ≤ 50 μm. Odległość między ostrzami powinna wynosić $10 \pm 0,05$ mm. Nacisk pojedynczego ostrza na mierzoną powierzchnię powinien wynosić 10 do 20 N ($1,0 \div 2,0$ kg).

b) Woltomierz klasy nie gorszej niż 1,5. Opór wewnętrzny woltomierza nie mniejszy niż $10^6 \Omega$ oraz nie mniejszy niż iloczyn $10^4 \rho$, gdzie ρ jest mierzonym oporem właściwym badanego kryształu w $\Omega \cdot \text{m}$.

c) Amperomierz klasy nie gorszej niż 0,5.

Schemat pomiaru oporu elektrycznego właściwego metodą sondy dwuostrzowej przedstawia rys. 2.



Rys. 2

1 - źródło prądu stałego, 2 - amperomierz, 3 - woltomierz,
4 - noże sondy, 5 - badany kryształ

2.2.3.3. Opis pomiaru. Pomiary należy wykonać na powierzchni bocznej kryształu przygotowanego wg 2.2.2 w punktach odległych od siebie co 30 mm, dla dwóch kierunków prądu, dla których wynik pomiarów nie powinien się różnić więcej niż 3 %.

Pierwszy i ostatni punkt pomiarowy powinien być wykonany w odległości równej $3d$, gdzie d jest średnicą kryształu.

2.2.3.4. Obliczanie wyników. Na podstawie zmierzonych wartości prądu i napięcia należy obliczyć opór elektryczny właściwy ρ w omometrach ($\Omega \cdot m$) lub w omocentymetrach ($\Omega \cdot cm$) wg wzoru

$$\rho = \frac{U}{I} \cdot \frac{S}{l} \quad (7)$$

w którym:

- U - spadek napięcia między ostrzami, V,
- I - prąd płynący przez kryształ, A,
- S - przekrój poprzeczny kryształu w punkcie pomiaru, m^2 (cm^2),
- l - odległość między dwoma ostrzami sondy, m (cm).

Temperatura pomiaru (odniesienia) wynosi $23^\circ C$. W przypadku wykonywania pomiaru w innej temperaturze, należy uwzględnić temperaturowy współczynnik korekcyjny. Wartość oporu elektrycznego właściwego wyznaczyć w Ω wg zależności

$$\rho_{23} = \rho_T \cdot F \quad (8)$$

w której:

- ρ_{23} - opór elektryczny właściwy w temperaturze $23^\circ C$, $\Omega \cdot cm$,
- ρ_T - opór elektryczny właściwy mierzony w temperaturze otoczenia, $\Omega \cdot cm$,
- F - temperaturowy współczynnik korekcyjny, który jest określony zależnością

$$F = 1 - C_T (T - T') \quad (9)$$

gdzie:

- C_T - temperaturowy współczynnik oporu elektrycznego właściwego,

T - temperatura otoczenia, w której jest wykonywany pomiar, $^\circ C$,

T' - temperatura odniesienia, tj. $23^\circ C$.

Wartości temperaturowych współczynników oporu elektrycznego właściwego C_T należy odczytać z wykresów znajdujących się w odpowiedniej literaturze.

Dokładność metody pomiaru wynosi 10 % wartości mierzonej.

Tolerancję oporu elektrycznego (T_ρ) należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$T_\rho = \frac{|\rho_o - \rho_n|}{\rho_n} \cdot 100 \quad (10)$$

w którym:

- ρ_o - zmierzona wartość oporu elektrycznego, $\Omega \cdot m$ ($\Omega \cdot cm$),
- ρ_n - nominalna wartość oporu elektrycznego, $\Omega \cdot m$ ($\Omega \cdot cm$).

2.2.4. Pomiar czasu życia nośników mniejszościowych ładunku metodą zaniku fotoprzewodnictwa

2.2.4.1. Zasada pomiaru polega na modulacji przewodnictwa próbki pod wpływem oświetlenia (krótkiego błysku). Zmiana koncentracji nośników w czasie zależy od czasu życia nośników. Zmianę tę określa się przez ocenę zmiany napięcia w czasie w próbce, przez którą płynie prąd.

2.2.4.2. Wymagania dotyczące układu pomiarowego

a) Oscyloskop o następującej charakterystyce:

- kalibrowane odchylenie pionowe o czułości co najmniej 1 mV/cm,
- regulowane wzmocnienie pionowe o odchyleniu liniowym nie gorszym niż 3 %,
- kalibrowana podstawa czasu o zniekształceniach nie większych niż 3 % i liniowości nie gorszej niż 3 %,
- czas narastania impulsu nie większy niż $0,2 \mu s$,
- szerokość pasma przenoszenia $2 \cdot 10^6$ Hz.

b) Układ oświetlający zapewniający impulsowe oświetlenie próbki, przy czym impuls natężenia światła powinien mieć bardzo ostre brzegi, szczególnie przy wyłączeniu; natężenie światła powinno maleć co najmniej o 10 % w ciągu $1/5$ mierzonego czasu życia nośników.

c) Pomiar należy wykonać przy natężeniu pola elektrycznego (E) w V/cm w próbce, dla którego spełniona jest zależność wg wzoru

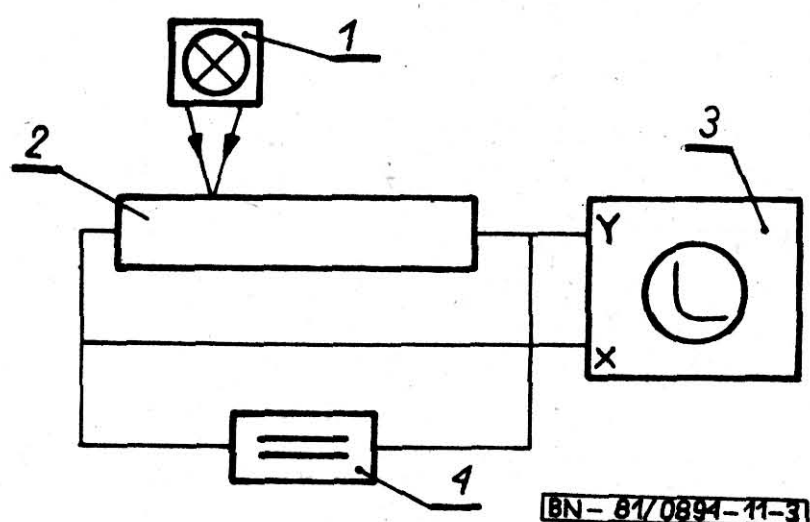
$$E \leq \frac{300}{\sqrt{\tau \cdot \nu}} \quad (11)$$

w którym:

- τ - czas życia, μs ,
- ν - ruchliwość nośników, cm^2/Vs

Warunkiem prawidłowego określenia parametru czasu życia nośników jest uzyskanie krzywej wykładniczej dla każdego pomiaru.

Schemat pomiaru czasu życia nośników mniejszościowych ładunku metodą zaniku fotoprzewodnictwa pokazano na rys. 3.



Rys. 3

1 - układ oświetlający, 2 - badany monokryształ, 3 - oscyloskop, 4 - źródło prądu stałego

2.2.4.3. Opis pomiaru. Pomiar należy wykonać na powierzchni bocznej kryształu przygotowanego wg 2.2.2 w punktach odległych od siebie co 50 mm.

2.2.4.4. Obliczanie wyników. Odczytać wartość l i s z wykładniczej krzywej zaniku napięcia otrzymanej na ekranie oscyloskopu i obliczyć czas życia nośników mniejszościowych (τ) w μs wg wzoru

$$\tau = l \cdot s \quad (12)$$

w którym:

l - odcięta punktu leżącego na krzywej zaniku w miejscu, gdzie amplituda tej krzywej jest e razy mniejsza od wartości początkowej, cm (gdzie $e = 2,718$),
 s - wartość podstawy czasu oscyloskopu, $\mu s/cm$.

Powtarzalność metody pomiaru wynosi $\pm 25\%$ wartości mierzonej.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Zakłady Azotowe im. F. Dzierżyńskiego w Tarnowie.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-70/0894-04 w zakresie p. 5.3.

- a) powiększono ilość sprawdzanych parametrów geometrycznych,
- b) do pomiaru oporu elektrycznego właściwego zastosowano metodę sondy dwustrzowej, podstawową dla oceny krzemu polikrystalicznego,
- c) dla pomiaru czasu życia nośników mniejszościowych przyjęto metodę zaniku fotoprzewodnictwa,
- d) wyeliminowano oznaczanie typu przewodnictwa.

3. Normy zagraniczne

RFN DIN 50430-1971 Prüfung halbleitender anorganischer Stoffe. Messung des spezifischen elektrischen Widerstandes von stabförmigen Einkristallen aus Silicium oder Germanium mit dem Zweisonden-Gleichstrom-Verfahren

RFN DIN 50432-1974 Prüfung halbleitender anorganischer Stoffe. Bestimmung des Leitungstyps von Silicium oder Germanium mittels Richttest oder Thermosonde

USA ASTM F 28-66 (R 1971) Measuring the minority carrier lifetime in bulk germanium and silicon