

# 硅材料物理测试

---

活页技术资料

编号 020

机械工业出版社

## 硅材料物理测试

(只限国内发行)

\*

机械工业出版社出版 (北京阜外百万庄南街一号)

(北京市书刊出版业营业登记证出字第 117 号)

机械工业出版社印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行·新华书店经售

\*

1971年5月北京第一版·1971年5月北京第一次印刷

\*

统一书号: 15033·(内)415·定价 0.06 元

## 毛主席语录

社会的财富是工人、农民和劳动知识分子自己创造的。只要这些人掌握了自己的命运，又有一条马克思列宁主义的路线，不是回避问题，而是用积极的态度去解决问题，任何人间的困难总是可以解决的。

# 硅材料物理测试

天津半导体材料厂

在党的“九大”精神的鼓舞下，我厂广大革命职工遵照毛主席关于“抓革命，促生产，促工作，促战备”的伟大方针的教导，进行了半导体材料的试制和生产。

下面把我们进行硅材料物理测试的基本方法和简要的测试原理、设备、安装，测试中遇到的问题和一些体会，供新建测试车间和从事半导体材料测试的有关读者参考。由于我们从事这项工作不久，水平有限，文中难免有缺点错误，希望读者给予批评、指正。

## 一、测试前硅单晶的预处理

1. 用废的铬酸腐蚀液浸泡硅单晶1~5分钟(根据铬酸腐蚀液的浓度决定浸泡时间的长短)取出用自来水把表面冲洗干净，仔细观察有否双晶，夹晶及多晶等情况。出现这些情况为不合格单晶(用红铅笔划线，决定切割部位)。

2. 对于高阻硅单晶，在切割前需用200#碳化硅金刚砂，粗磨硅锭表面，测纵向电阻率测点取法如图1所示。

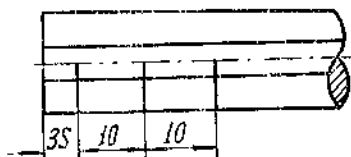


图1 (图中S为探针间距)

## 二、切割与粗磨

1. 用ZR<sub>2</sub>100#碳化硅砂轮片切割，砂轮片的规格为32×0.5

×150, 切割时用水冷却, 冷却水应尽量开得小一些, 避免污水飞扬(水的大小以能带走切割下来的粉末为宜)。

2. 切完后顺次用 200<sup>#</sup>、400<sup>#</sup> 碳化硅金刚砂粗磨表面, 至表面平整, 在换金刚砂时, 必须把硅单晶表面清洗干净, 否则将使表面出现划痕。

### 三、导电类型的测定

半导体材料的导电类型为两类: 以电子导电的称为 N 型, 以空穴导电的称为 P 型。

#### 1. 方法 冷热探针法

2. 原理 半导体内载流子(电子或空穴)的浓度和速度随着温度的升高而加大。因此如图 2 所示, 若在 P 型半导体上放一对探针, 其中一个探针的温度比另一个高, 那么热探针附近的半导体中空穴浓度和速度比冷探针附近的高。因而空穴由热端向冷端扩散, 形成一个冷端为正, 热端为负的温度差电动势, 如果热针与检流计 (+) 端相接, 冷端与 (-) 端相接, 此时流经检流计的电流方向是由 (-) → (+) 检流计光点向左摆动。对于 N 型样品, 情况正好相反, 热端的电子浓度和速度大于冷端的, 因而检流计光点向右摆动。

3. 设备 由冷热两探针(把钨丝焊在铜棒上制成)和 AC9 型(或 AC4 型)光点检流计组成。冷针的温度与室温相同, 热针用电阻

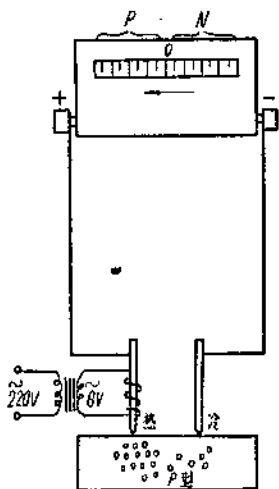


图 2 温差电势法测量型号的原理图。

丝绕在铜棒上加热。电阻丝与铜棒间用云母绝缘（加热电源最好经过滤波，电阻丝用无感绕法）。

4. 测量 硅单晶用400\*金刚砂磨平，加热热探针，使两对针的温差为30~45°C，测量时两针应尽量靠近，但勿接触，以重压下指示出的型号为准，因为硅的表面是很复杂的，常常会有表面反型层出现，轻接触时，往往只反映了表面层的性质。重压时探针与样品的接触比较好，反映出的样品性质比较真实。所以我们认为测型号时应以重压下的指示为准。

冷热探针法适用于测电阻率小于3000欧姆·厘米，其导电类型须用化学染色法和霍尔系数测定来确定。

#### 四、电阻率的测量

电阻率 $\rho$ （欧姆·厘米）是以单位立方体材料测得的每单位长度的电压降与通过单位截面积的电流之比。是反映半导体材料导电性质的重要参数，用它来衡量被加入到纯半导体的掺杂杂质的数量。

电阻率 $\rho$

$$\text{用 } \rho = \frac{V/S}{I/A} \text{ 表示}$$

式中  $V$ ——间隔等于 $S$ 的探针间的电压降；

$I$ ——通过截面积为 $A$ 的样品电流。

##### 1. 方法 直流四探针补偿法

2. 基本原理 在半导体样品上，如果压上四根排在一直线上的钨丝探针，如图3，外面两根探针（1、4）通过电流 $I$ （安培），里面两根探针（2、3）之间就会有电位差 $V$ （伏特）产生，这个电位差和样品的电阻率 $\rho$ 之间有如下的关系：

$$\rho = S \cdot \frac{2\pi V}{I} = \frac{1}{\frac{1}{S_1} + \frac{1}{S_3}} \cdot \frac{1}{\frac{1}{S_1+S_2} + \frac{1}{S_2+S_3}} \cdot \frac{2\pi V}{I} = C \frac{V}{I}$$

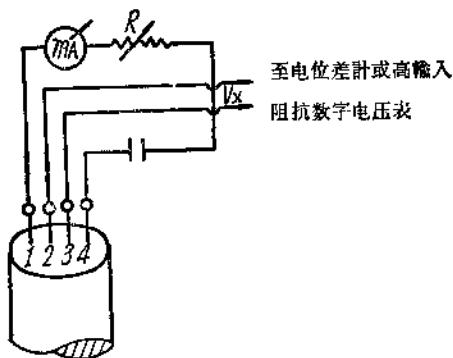


图3 四探针法原理图。

$C$ 为探针系数，对于固定的探针头来说是一常数，在测量中只要选  $I$  的大小在数值上等于  $C$ ，则样品电阻率可直接由电位差计读出。 $S_1, S_2, S_3$  分别为 1、2；2、3；3、4 探针间的距离。此法测量范围可测  $10^{-4} \sim 10^4$  欧姆·厘米。

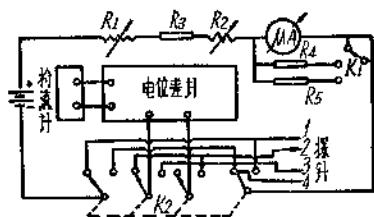


图4 四探针测试仪的线路图。

3. 设备 测高阻的电阻率四探针测试仪的线路图如图4所示。

由下列设备组成：

- (1) UJ9 型直流电位差计；
- (2) AC9/2 型直流复射式检流计；
- (3) C 21 型  $\mu$  A 表，量程为 0~1000 微安 (0~100 微安)；
- (4) 并联 BC2 型饱和标准电池 (或 II 级其他形式的标准电池)；

池)；

- (5) 样品电流用两个串联的 45 伏乙电池供给(直流 90 V);
- (6) 电位差计的工作电流由 1.5 伏的甲电池供给;
- (7) 四探针的探针用直径  $\phi = 0.65$  或 0.5 毫米的钨丝穿入与之大小合适的不锈钢针管制成, 探针间的距离取 1 毫米左右, 针间的绝缘电阻用万用表测量应为无穷大 (用摇表测量约大于 150 K  $\Omega$ );

(8) 四探针架用废显微镜架改装。

测低阻电阻率四探针测试仪的线路图, 如图 4 所示。

由下列设备组成:

- (1) UJ5 型直流电位差计;
- (2) AC9/5 型直流复射检流计;
- (3) C 21 型  $\mu A$  表量程为 0~1000 微安表;
- (4) 并联 BC2 型饱和标准电池;
- (5) 样品电流用 45 伏乙电池供给;
- (6) 电位差计工作电流由 4 伏的蓄电池供给;
- (7) 四探针装置同前。

#### 4. 测量

(1) 使四探针与样品接触好, 压力要适当, 最好能使探针  
对样品的压力为 2 公斤。

(2) 每次测量均需将样品电流换向一次, 取电阻率平均值  
作为测量结果。

(3) 样品厚度不得小于  $4S$ , 探针中任一探针离样品边缘  
的最近距离不得小于  $3S$ ,  $S$  为探针距离。

(4) 用四点法或三点法测硅单晶横向电阻率, 测点分布如  
图 5、图 6 所示。

有坩埚拉制出的硅单晶用四点法测。

无坩埚硅单晶用三点法测。



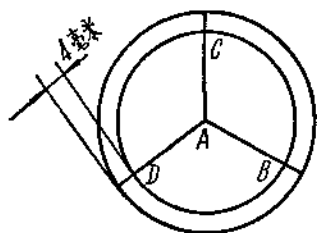


图 5

中心一点A，距离边缘4毫米，圆周上三条棱的位置各一点B、C、D。A、B、C、D四点数值均报。

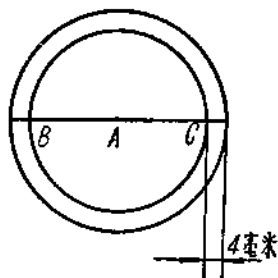


图 6

中心一点，距离边缘4毫米，对称位置上各一点B、C。A、B、C三点数值均报。

## 5. 断面电阻率不均匀度计算

计算公式如下：

$$E = \frac{\Delta\rho}{\bar{\rho}} \times 100\% = \frac{\rho_{\text{最大}} - \rho_{\text{最小}}}{\bar{\rho}} \times 100\%$$

$$= \frac{\rho_{\text{最大}} - \rho_{\text{最小}}}{\frac{1}{2}(\rho_{\text{最大}} + \rho_{\text{最小}})} \times 100\%$$

式中 $\bar{\rho}$ 为断面电阻率各测点的平均值，为了便于计算用断面电阻率各测点上的最大值和最小值的平均值代替，实践证明这两者是很接近的。

## 6. 电阻率的测准条件

(1) 注入的影响：金属探针和样品的光滑面接触时，常常不是欧姆接触，而是整流接触（正反向电阻不等），因此一般样品测量前，须将表面用粗金刚砂把断面打磨平整。

为了消除还可能有的注入效应带来的测量误差，消除样品上有温度梯度和整流结时所造成的测量误差，每次测量前均以样品通过正反向电流下测出的电阻率平均值为准。

(2) 电流的影响: 因为探针和样品之间有一定的接触电阻, 样品本身又存在着体电阻, 电流流过样品时, 由于焦耳热使温度升高, 电阻率发生变化, 所以样品电流大小对电阻率测量是有影响的, 样品电流要小于 1 毫安 (测试低电阻率:  $10^{-1} \sim 10^{-3}$  欧姆·厘米时, 样品电流可小于 10 毫安) 这种影响才能忽略。

(3) 探针游移的影响: 我们目前用的四探针没有压力装置, 不同的使用者测量时加在探针上的压力不同, 探针的机械位置会发生游移, 即  $S$  发生变化, 引起探针常数  $C$  的变化, 影响准确地测量电阻率。因此四探针头应定期校准距离、腐蚀针尖。

(4) 边界效应: 四探针法计算公式, 是在假设样品为半无穷大时得出的。样品太薄或者小窄时测量欠准, 所以在测量时, 样品厚度及探针离边界的距离都要大于  $3S$ , 这是因为在样品的不导电表面, 边界把电流探针所引入的电流反射回来, 对电压探

表 1

故 障 现 象	原 因 及 排 除 方 法
电位差计校准时光点不能平衡	(1) 电位差计工作电池过高或过低; (2) 标准电池损坏; (3) 电池接反了。
测量电阻率时 (即测未知电压) 光点不偏转	2、3 两探针与样品接触不良。
正反向电阻率相差很大	(1) 1、4 探针与样品接触不良, 注入现象严重, 可用粗砂 (302#) 重新研磨样品; (2) 将探针头重新与样品接触; (3) 适当增加样品的压力。
检流计光点不稳	(1) 样品电流电池或电位差计工作电池漏电; (2) 电池间彼此绝缘不良; (3) 仪器附近有高频磁场的干扰, 用屏蔽加以消除。

针来说，这种反射就仿佛是一种附加电流源，结果电压探针的电位增高，从而使测出的电阻率比实际值要高。

7. 几种故障的排除，如表 1。

## 五、双脉冲法测硅单晶寿命

用光照，或电注入等外加刺激，可以在半导体内额外地激发并产生出一定的电子空穴对，这些由外界作用而产生的电子空穴对叫做非平衡载流子，非平衡载流子从产生到复合（消失）的平均存在的时间称为寿命  $\tau$ （微秒），样品寿命值反映出单晶体内杂质的性质和数量及复合中心的多少，它是表征半导体材料质量的重要参数，少数载流子寿命受电性上属中性的杂质和起着载流子复合中心作用的晶体不完整性的影响。

对于电阻率  $\rho > 10$  欧姆·厘米的硅单晶要求测其寿命。

1. 基本原理 用双脉冲法测寿命时，在样品的表面上建立一个有整流特性的点接触，经过该点把两个矩形电流脉冲加到样品上，两脉冲的振幅相等，并且不随样品阻值而变。脉冲电流流过触点时，在毗邻触针的样品部分引进了一些非平衡载流子，使样品电阻下降，这时样品与探针间的电压变化，在示波屏上表现为一条衰减曲线，衰减过程的时间常数，即为寿命。

$$V_1 - V_2 = Ce^{-\frac{t}{\tau}}$$

（此式在表面没有复合以及在接触处复合速度为无穷大，注入载流子的透入深度很大的情况下成立）。

式中  $V_1 - V_2$  为两脉冲高度差， $t$  为脉冲延迟时间。

固定  $V_1$  测出  $(V_1 - V_2)$  随  $t$  的变化，就可根据直线

$$\ln(V_1 - V_2) = -\frac{t}{\tau} + \ln C$$

的斜率决定寿命  $\tau$  值。

$$V_1 - V_2 = Ce^{-\frac{t}{\tau}}$$

式中 设  $V_1 - V_2 = 1$  和  $V_1 - V_2 = 2.7$  时对应的延迟时间, 差值为  $t_1 - t_{2.7}$ , 即为寿命值。数学推导如下:

$$\ln(1) = -\frac{t_1}{\tau} + \ln C$$

$$\ln(2.7) = -\frac{t_{2.7}}{\tau} + \ln C$$

上式减下式:

$$0 - 1 = -\frac{t_1}{\tau} + \ln C + \frac{t_{2.7}}{\tau} - \ln C$$

$$-1 = -\frac{t_1}{\tau} + \frac{t_{2.7}}{\tau} \therefore \tau = t_1 - t_{2.7}$$

## 2. 设备

### (1) 双脉冲发生器

用来产生幅度相等, 延迟时间可连续调节的双脉冲矩形电压信号, 我们使用的是 Г5-7A 脉冲发生器。该仪器脉冲宽度可从 0.2 微秒变到 2000 微秒, 延迟时间可从 0.2 微秒变到 2000 微秒, 振幅达到 30 伏以上。目前国产的 MFS-2A 型, MFS-3 型(哈尔滨国营前卫无线电仪器厂生产), MFS-1 型(仿苏 ПNC 2, 中国科学院, 西南技术物理所出品)等双脉冲发生器都可使用。

### (2) 脉冲示波器

用来观察样品上的电压波形, 适用的示波器的种类很多, 如 SBM-1, SBM-9, 1045 以及 SBT-5, 我们用的是 SBM-9 脉冲示波器。

### (3) 恒流削波器(非标准设备)

恒流发生器是使双脉冲电压信号, 变成加在样品上的两个等幅的矩形电流脉冲, 并且保证注入样品的电流  $I_{注入} > 120$  毫安(这是测准寿命的条件之一), 此外, 还有削波器是为了削去电压波形

中无用的底部,使示波屏上展现的是对测量有价值的电压衰减峰。  
恒流削波器的线路图如图7所示。

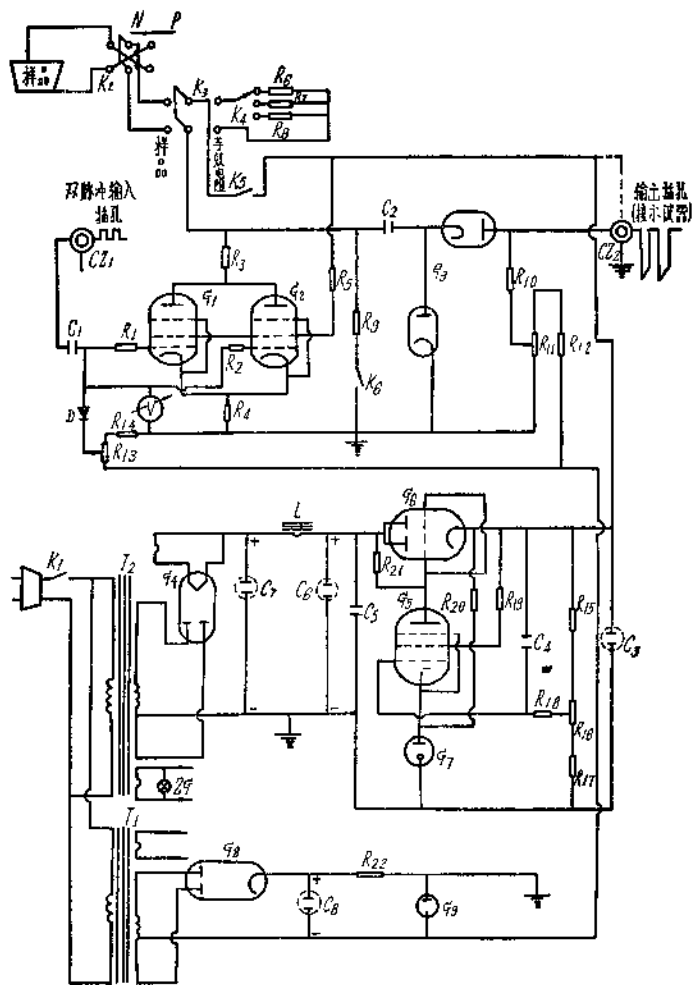


图7 恒流削波器线路图。

#### (4) 样品架

用废的显微镜架改装，探针用银丝经磨光(或电腐蚀)制作。

#### (5) 仪器组装如图 8 所示。

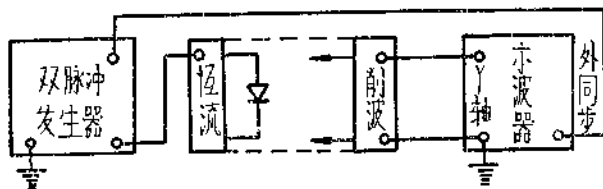


图 8 双脉冲测量设备方块图。

3. 样品制备 把样品顺次用180<sup>#</sup>、400<sup>#</sup>碳化硅金刚砂磨平，用水把样品表面清洗干净，即可进行测量。

#### 4. 电测量

(1) 将样品装在样品架上，使样品上截面通过金铍合金<sup>①</sup>紧压镍片，使之形成良好的欧姆接触。

(2) 样品下截面通过银针形成点接触。

(3) 接通双脉冲发生器，恒流削波器，示波器的电源，预热1~2分钟后即可进行测量。

(4) 双脉冲法的测量条件:

注入电流  $I \geq 120$  毫安，双脉冲发生器的输出幅度选择在30伏左右，脉冲宽度一般固定在80~120微秒，恒流削波器的负栅压调至28伏。

(5) 观察到稳定正常衰减波形后即可开始进行测量。

## 六、抛光与腐蚀

低阻在测完横向电阻率后，高阻在测完横向电阻率和寿命后，经过清洗即可用302<sup>#</sup>氧化铝金刚砂进行细磨，磨到表面无划

痕为止。

1. **抛光** 用氢氟酸:硝酸=1:2.5 进行抛光(氢氟酸、硝酸均为三级)使表面光滑如镜,能看到清晰的反射像,用水冲洗表面。

2. **腐蚀** 抛光后的硅单晶用铬酸腐蚀液<sup>②</sup>进行腐蚀。硅单晶在新配的腐蚀液中一般需要腐蚀 20 分钟左右,在使用过 1~2 次的腐蚀液中,需要腐蚀 30~40 分钟,腐蚀好后取出用自来水把单晶冲洗干净,待测位错密度。

## 七、位错密度的测量

位错密度是晶体中的线缺陷,位错密度的大小影响器件的许多重要性能,是半导体材料的重要参数之一。

位错密度定义:  $ND = \frac{n}{S}$

式中  $S$ ——视场面积(厘米<sup>2</sup>);

$n$ ——穿过面积  $S$  的位错线条数。

1. **方法** 腐蚀坑法,观察面定在(111)面。

### 2. 原理及设备

(1) 原理:位错是晶体中的线缺陷,位错线在表面露头处晶格畸变,腐蚀液在该点的腐蚀速度较快,形成小坑,晶面上腐蚀坑的密度在适当的腐蚀条件下即对应于位错密度。

(2) 设备:金相显微镜(XJ-16型, XJB-1型)。

### 3. 测量

(1) 视场面积:位错密度  $ND < 10^4$  时金相显微镜的视场面积为 1~2 毫米<sup>2</sup>。

位错密度  $ND > 10^4$  时金相显微镜的视场面积为 0.2~0.5 毫米<sup>2</sup>。

(2) 取点方法:三点法测硅单晶的位错密度,测点取法如图 9 所示。

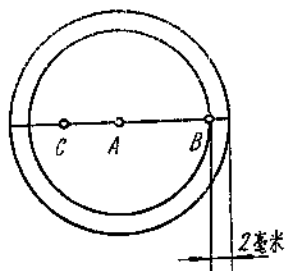


图 9

三点法：离边缘 2 毫米  
圆内取一位错密度最大点  
B；中心点 A，中心点与最  
大点连线的延长线上离中心  
2/3 半径上一点 C。三点数  
据均报。

(3) 注意事项：测位错时样品磨得好坏是很关键的问题，样品磨得不好经过抛光和腐蚀后，出现明显的衬底和擦痕，影响准确的测量位错。腐蚀位错的时间过长，则腐蚀坑很大，且相互重叠，位错密度就测不准，若腐蚀时间太短，则位错腐蚀坑很小，且不能完全腐蚀出来。因此腐蚀位错的时间应很好的控制。

#### 4. 几种常见的缺陷

(1) 位错排：腐蚀坑数每毫米大于 15 个为位错排，如图 10 所示。

(2) 小角度晶界：腐蚀坑数每毫米大于 15 个为小角度晶界，如图 11 所示。



图 10

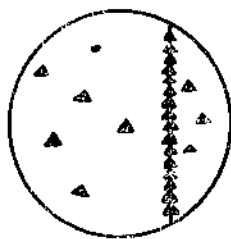


图 11

(3) 层错线：在 (111) 面上的堆积层错片在与观测面交割处的蚀线为层错线，窄而直（微观）或呈  $60^\circ$ 、 $120^\circ$  的交线不在晶体表面形成闭合线，如图 13 所示。



(4) 孪晶层: 是两条相距只数个晶体点阵面的平行孪晶界, 其形状为一道的沟槽线, 也许终止于晶体内, 是孪生晶带(宏观), 如图 14 所示。

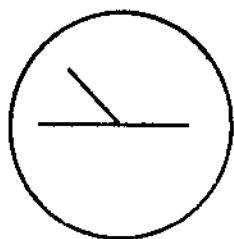


图 12

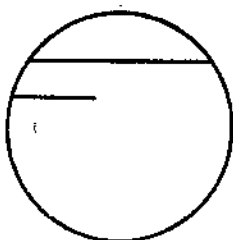


图 13

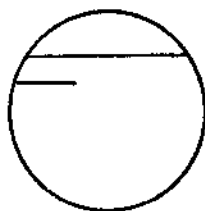


图 14

(5) 星形结构: 在单晶横断面位错腐蚀坑排成六角形或三角形星状结构, 蚀坑数每毫米<sup>2</sup>大于 15 个为星形结构, 如图 15 所示。

(6) 六角网络: 在重掺杂单晶中, 由于杂质分布不均匀, 而形成六边形条纹, 如图 16 所示。另外还可形成如图 17、18、19 所示的多相结构。

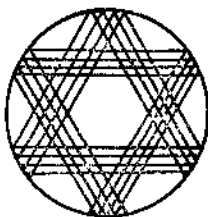
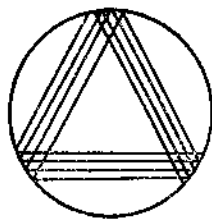


图 15



图 16

(7) 夹晶: 呈现为几条直线(或呈不规则图形夹于单晶内)