

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Воронежский государственный технический университет»

**Ю. Е. Калинин, В. А. Макагонов,
А. В. Ситников**

**ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ
ИССЛЕДОВАНИЙ И КОНТРОЛЯ В ФИЗИКЕ
КОНДЕНСИРОВАННОГО СОСТОЯНИЯ**

Учебное пособие

Воронеж 2021

УДК 53.08(075.8)

ББК 22.3я7

К172

Рецензенты:

кафедра физики, теплотехники и теплоэнергетики Воронежского государственного университета инженерных технологий (зав. кафедрой д-р физ.-мат. наук, доцент А. В. Буданов); д-р физ.-мат. наук, проф. Е. Н. Бормонтов

Калинин, Ю. Е.

Экспериментальные методы исследований и контроля в физике конденсированного состояния: учебное пособие [Электронный ресурс]. – Электрон. текстовые и граф. данные (4,1 Мб) / Ю. Е. Калинин, В. А. Макагонов, А. В. Ситников. – Воронеж: ФГБОУ ВО «Воронежский государственный технический университет», 2021. – 1 электрон. опт. диск (CD-ROM): цв. – Систем. требования: ПК 500 и выше; 256 Мб ОЗУ; Windows XP; SVGA с разрешением 1024×768; Adobe Acrobat; CD-ROM; мышь. – Загл. с экрана.

ISBN 978-5-7731-0965-5

В учебном пособии рассмотрены сведения об экспериментальных методах исследований и контроля, применяемых при контроле качества материалов, изделий и их компонентов. В частности, рассмотрены методы исследования электрических, оптических свойств материалов электронной техники, методы механических испытаний конструкционных материалов и др. Отдельная глава пособия посвящена методам контроля технологических процессов при производстве микросистемной техники.

Издание предназначено для студентов, обучающихся по направлению подготовки 28.03.01 «Нанотехнологии и микросистемная техника», дисциплине «Экспериментальные методы исследований». Пособие может быть полезно аспирантам направления 03.06.01 «Физика и астрономия» (направленность «Физика конденсированного состояния»).

Ил. 89. Табл. 13. Библиогр.: 20 назв.

УДК 53.08(075.8)

ББК 22.3я7

Издается по решению редакционно-издательского совета Воронежского государственного технического университета

ISBN 978-5-7731-0965-5

© Калинин Ю. Е., Макагонов В. А., Ситников А. В., 2021

© ФГБОУ ВО «Воронежский государственный технический университет», 2021

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	6
ОСОБЕННОСТИ ИЗМЕРЕНИЯ ФИЗИЧЕСКИХ ВЕЛИЧИН.....	7
1. МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ ЭЛЕКТРОПРОВОДНОСТИ И ТЕРМОЭДС	12
1.1. Основные понятия и единицы измерения.....	12
1.2. Измерение электрического сопротивления металлов и резисторов	13
1.2.1. Метод вольтметра-амперметра.....	14
1.2.1. Метод непосредственной оценки	17
1.2.3. Электронные омметры	19
1.3. Измерение электрической проводимости в полупроводниках и диэлектриках	20
1.3.1. Подготовка образцов к измерениям.....	20
1.3.2. Методы получения омических контактов	22
1.3.3. Четырехзондовый метод измерения	28
1.3.4. Двухзондовый метод измерения	37
1.3.5. Однозондовый метод измерения распределения удельного электрического сопротивления.....	39
1.3.6. Измерение электрической проводимости пластин произвольной геометрической формы.....	41
1.3.7. Высокочастотные бесконтактные методы измерения удельного электрического сопротивления.....	43
1.4. Определение ширины запрещенной зоны полупроводников по температурной зависимости проводимости	45
1.5. Методы исследования термоЭДС.....	47
1.5.1. Интегральный метод.....	48
1.5.2. Дифференциальный метод.....	50
Контрольные вопросы	51
2. МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ ЭФФЕКТА ХОЛЛА	53
2.1. Эффект Холла и сопутствующие ему явления.....	53
2.2. Основные методы измерения эффекта Холла	56
2.2.1. Метод постоянного магнитного поля и постоянного тока	57
2.2.2. Метод переменного тока или переменного магнитного поля.....	59
2.2.3. Метод переменного тока и переменного магнитного поля	62
2.3. Определение параметров по измерениям тока Холла	64
2.4. Определение параметров полупроводников из измерений эффекта Холла.....	66
2.4.1. Определение концентрации донорных и акцепторных примесей по измерению эффекта Холла.....	66
2.4.2. Определение концентрации доноров и акцепторов по температурной зависимости подвижности	70
2.4.3. Ширина запрещенной зоны	72
Контрольные вопросы	72

3. ИЗМЕРЕНИЕ ПАРАМЕТРОВ НЕРАВНОВЕСНЫХ НОСИТЕЛЕЙ ЗАРЯДА В ПОЛУПРОВОДНИКАХ.....	73
3.1. Основные параметры	73
3.2. Методы измерения дрейфовой подвижности.....	73
3.3. Определение коэффициента диффузии.....	78
3.4. Измерение диффузионной длины методом подвижного светового зонда.....	81
3.5. Измерение времени жизни методом модуляции проводимости точечным контактом	84
3.6. Определение параметров полупроводников путем измерения оптических и фотоэлектрических свойств.....	88
3.6.1. Электронные переходы и фотопроводимость.....	88
3.6.2. Измерение стационарной фотопроводимости	92
3.6.3. Определение параметров полупроводников методом затухания фотопроводимости.....	94
3.6.4. Фазовый и частотный методы измерения времени жизни	99
3.6.5. Измерение спектров поглощения.....	101
3.6.6. Определение параметров полупроводников из спектров поглощения.....	105
Контрольные вопросы	109
4. МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ	110
4.1. Классификация и особенности механических испытаний.....	110
4.2. Методы определения упругих свойств	115
4.3. Испытания на растяжение	117
4.4. Испытания на сжатие	124
4.5. Испытания на изгиб.....	128
4.6. Испытания на кручение	132
4.7. Испытания на замедленное разрушение	135
4.8. Испытания на ударную вязкость	137
4.9. Испытания на усталость	139
4.10. Испытания на жаропрочность.....	142
4.10.1. Явление ползучести	142
4.10.2. Испытания на ползучесть.....	143
4.10.3. Испытания на длительную прочность	146
4.11. Испытания на релаксацию напряжений.....	148
4.12. Методы измерения твердости	149
4.12.1. Твердость по Бринеллю.....	151
4.12.2. Твердость по Виккерсу.	153
4.12.3. Твердость по Роквеллу	154
4.12.4. Микротвердость	156
4.12.4. Наноиндентирование	158
4.12.6. Другие методы определения твердости.	160

Контрольные вопросы	161
5. ИСПЫТАНИЯ ИЗДЕЛИЙ МИКРОЭЛЕКТРОНИКИ	162
5.1. Классификация испытаний.....	162
5.2. Роль контрольно-измерительных операций в производстве ИМС	163
Контрольные вопросы	165
6. КОНТРОЛЬНО-ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЕ ОПЕРАЦИИ ПРИ ПРОИЗВОДСТВЕ ИМС	165
6.1. Операции контроля и измерения в технологическом процессе разделения кремниевых слитков на пластины	165
6.2. Операции контроля и измерения в технологическом процессе формирования кремниевых эпитаксиальных структур с островковой топологией скрытого диффузионного слоя	172
6.3. Операций контроля и измерения в технологическом процессе формирования полупроводниковых структур.....	173
6.4. Операции контроля и измерения в технологических процессах скрайбирования, сборки и герметизации ИМС.....	179
Контрольные вопросы	185
7. МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ И КОНТРОЛЯ ПАРАМЕТРОВ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ СРЕД, ПОЛУПРОВОДНИКОВЫХ ПЛАСТИН, ЭПИТАКСИАЛЬНЫХ И ПОЛУПРОВОДНИКОВЫХ СТРУКТУР	186
7.1. Методы измерения и контроля параметров технологических сред.....	186
7.1.1. Методы измерения и контроля параметров технологических газов.....	187
7.1.2. Методы измерения и контроля параметров деионизованной воды	188
7.1.3. Методы измерения и контроля параметров микроклимата в производственных помещениях	189
7.2. Дефекты полупроводниковых пластин и эпитаксиальных структур. Методы их контроля.....	190
7.3. Методы измерения геометрических размеров полупроводниковых пластин.....	194
7.3.1. Методы измерения диаметра и толщины пластины, длины базового и дополнительного срезов.....	194
7.3.2. Методы измерения непараллельности, прогиба, неплоскостности пластины	195
Контрольные вопросы	197
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	198
БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК.....	199

ВВЕДЕНИЕ

Физика – это экспериментальная наука, она основана на опыте и не может обойтись без математики. Количественные измерения позволяют формулировать математические зависимости между физическими величинами. Еще шумеры умели измерять три фундаментальные величины физики: длину, время, массу, однако значение экспериментов и точных измерений стало, понятным лишь начиная со времен Галилея (17 век). Именно тогда были заложены основы современного естествознания. Экспериментальные методы и измерительная техника в физике в настоящее время весьма многообразны. Специальные методы эксперимента развиваются не только в физике, но и в других разделах естественных и технических наук, для которых физика служит основой.

Дисциплина «Экспериментальные методы исследований», читаемая на факультете радиотехники и электроники ВГТУ, включает широкий круг методик для измерений различных физических свойств, по которым отсутствуют учебные пособия. Предлагаемое учебное пособие написано на основе уже изданного пособия И. В. Золотухина, Ю. Е. Калинина, В. С. Железного, В. С. Гущина «Экспериментальные методы исследований» – Воронеж: ВГТУ, 2004, дополнено и направлено на восполнение пробела отсутствия учебного пособия для студентов данного направления подготовки.

Учебное пособие предназначено для студентов старших курсов, обучающихся по направлению «Нанотехнологии и микросистемная техника», а также будет полезно аспирантам, научным работникам и инженерам, специализирующимся в области физики конденсированного состояния.

Все приведенные в издании иллюстрации являются авторскими.

ОСОБЕННОСТИ ИЗМЕРЕНИЯ ФИЗИЧЕСКИХ ВЕЛИЧИН

Общей чертой, объединяющей инженеров, физиков и социологов, является то, что все они проводят эксперименты. И хотя проводимые ими экспериментальные методы различны, они имеют много общего. Исследователи стараются контролировать свой эксперимент или исключить влияние внешних переменных, поскольку это ускоряет его работу и делает ее более экономичной. Многие экспериментальные переменные величины исследователь не может контролировать, и поэтому он должен определенным образом планировать эксперимент, чтобы свести к минимуму или вообще исключить эти внешние воздействия. Кроме того, биолог вынужден многократно повторять эксперимент, тогда как физик-экспериментатор может удовлетвориться несколькими отчетами. Однако это не означает, что планирование эксперимента и статистический вывод не интересуют инженера: эти методы находят применение в различных областях техники.

С другой стороны, более вероятно, что инженер-экспериментатор, имея сравнительно точные данные, будет использовать графики и формулы для представления полученных им результатов, тогда как биолог часто может ограничиться составлением простой таблицы статистических данных. В промышленных и производственных экспериментах, где имеет место взаимодействие человека и экспериментального оборудования, различие между этими двумя подходами к проведению эксперимента исчезает, и нередко инженеру приходится обращаться к методам, которые были разработаны специалистами весьма отдаленных областей исследования. При измерении физической величины ее значение G сравнивают с единицей измерения $[G]$. Число, которое получается при измерениях, называют численным значением $\{G\}$ физической величины:

$$G = \{G\}[G].$$

Таким образом, любая физическая величина равна произведению численного значения и единицы измерения [1].

Физические величины связаны математическими уравнениями. Можно выделить несколько независимых величин, которые не сводятся одна к другой. Их называют основными физическими величинами. Эти величины, вообще говоря, можно выбрать произвольно. Поэтому существует международное соглашение, которое определяет основные физические величины. Все остальные величины называют производными. Они определяются уравнениями, в которые входят основные физические величины или их комбинации.

В 1960 г. было заключено международное соглашение о выборе основных физических величин. Эти величины, а также производные физические величины составляют основу Международной системы Единиц СИ (System International d'Unites). Во многих странах эта система единиц имеет силу закона. Международную систему единиц очень удобно использовать как в теории, так и на

практике. Производные единицы в СИ получаются из основных. Наиболее важные из них имеют собственные имена и краткие обозначения.

В таблице приведены основные физические величины и их единицы измерения. Существуют точные определения этих величин. Отметим, что на практике эти определения реализуются с конечной точностью. Для этого используют разнообразные методы измерений, которые постоянно совершенствуются. Если обратиться к истории, то мы увидим, как, с одной стороны, возросли требования к точности определения единиц физических величин, а с другой стороны, возникали принципиально новые способы их измерения. Исследователи стремились и стремятся связать основные физические величины с фундаментальными постоянными, которые можно в любое время измерить с хорошей воспроизводимостью.

Таблица

Основные величины и единицы их измерения

Физическая величина	Обозначение	Единица измерения	Обозначение единицы изм.
Длина	l	Метр	м
Масса	m	Килограмм	кг
Время	t	Секунда	с
Сила электрического тока	I	Ампер	А
Температура	T	Кельвин	К
Количество вещества	n	Моль	моль
Сила света	I	Кандела	кд

Определим теперь понятие размерности физической величины. Размерность показывает, как связана данная величина с основными физическими величинами. Поэтому нет нужды отдельно определять единицу измерения для каждой физической величины: они выражаются через произведение основных физических единиц с целыми показателями степени и численными множителями, равными 1. В Международной системе единиц СИ основным физическим величинам соответствуют основные единицы измерения: длина, масса, время, сила тока, температура, количество вещества и сила света. Их обычно обозначают прописными буквами L, M, T, I, Θ , N и J.

Физическая величина и ее размерность — это не одно и то же. Одинаковую размерность могут иметь совершенно разные по своей природе физические величины, например, работа и вращающий момент или сила электрического тока и напряженность магнитного поля. Размерность не содержит информации о том, является ли данная физическая величина скаляром, вектором или тензо-

ром. Однако величина размерности важна для проверки правильности соотношений между физическими величинами.

Возможное рабочее описание термина «измерение», согласующееся с нашей интуицией, звучит так: «измерение — это получение информации». Одним из наиболее существенных аспектов измерения является сбор информации; измерения производятся для того, чтобы что-то узнать об объекте измерения, то есть об измеряемой величине. Это означает, что результат измерения должен описывать то состояние или то явление в окружающем нас мире, которое мы измеряем. Между этим состоянием или явлением и результатом измерения должно существовать то или иное соотношение. Хотя получение информации очевидно, оно является лишь необходимым, но не достаточным для определения измерения: когда кто-то читает учебник, он накапливает информацию, но не выполняет измерения.

Второй аспект измерения состоит в том, что оно должно быть избирательным. Оно может снабдить нас сведениями только о том, что мы хотим измерить (об измеряемой величине), но ничего не говорит ни об одном из многих других состояний или явлений вокруг нас. Это обстоятельство тоже необходимо, но недостаточно для определения измерения. Любуясь картиной в пустой комнате, где нет ничего другого, вы получите информацию только об этой картине, но это не будет измерением.

Третьей, и также необходимой стороной дела, является тот факт, что измерение должно быть объективным. Исход измерения не должен зависеть от наблюдателя. Любой наблюдатель должен извлекать из измерения одну и ту же информацию и приходиться к одним и тем же выводам. Но это почти невозможно, если наблюдатель будет пользоваться только своими собственными органами чувств. Наблюдения, выполненные с помощью наших органов чувств, в очень большой степени субъективны. Например, наше восприятие температуры сильно зависит от ощущения тепла или холода, предшествующего измерению. В этом легко убедиться, пытаясь определить рукой температуру кувшина с водой. Если сначала окунуть руку в холодную воду, то вода в кувшине покажется сравнительно теплой, а если сперва опустить руку в теплую воду, то вода в кувшине покажется относительно холодной. Помимо субъективности восприятия человек-наблюдатель испытывает так же затруднение оттого, что существует много состояний и явлений в окружающем нас реальном мире, которые мы либо вовсе не ощущаем (например, магнитные поля), либо воспринимаем лишь качественно (например, очень низкие температуры или движение с большой скоростью). Таким образом, чтобы гарантировать объективность измерения, мы должны воспользоваться теми или иными приспособлениями (средствами, приборами). Назначение этих приборов состоит в том, чтобы преобразовать наблюдаемое состояние или явление в другое состояние или явление, которое наблюдатель уже не может истолковать неверно. Другими словами, прибор преобразует исходное наблюдение к такому виду, в котором оно доступно любому наблюдателю и относительно которого между наблюдателями не может быть

разногласия. Поэтому желательно, чтобы результат измерения на выходе прибора можно было воспринимать объективно, например, как число на алфавитно-цифровом дисплее, а не в виде субъективной оценки таких характеристик, как цвет и т. п. Измерительная техника как раз и занимается созданием таких приборов, называемых измерительными системами.

С помощью качественного измерения устанавливают природу того, что должно быть измерено; качественное измерение обеспечивает нас информацией, необходимой для того, чтобы выбрать приборы для проведения количественного измерения. Однако почти во всех случаях у нас уже имеется эта структурная информация и нам нужно выполнить только количественные измерения.

При измерении физических величин конструкционных и функциональных материалов в материаловедении или технике измеряемые характеристики часто называют параметрами. Вся совокупность измеряемых параметров можно разделить на три большие группы.

1. Фундаментальные параметры, т.е. такие, величина которых слабо зависит от наличия примесей. Примерами таких параметров могут служить: упругие модули, ширина запрещенной зоны, концентрация основных носителей, магнитная индукция насыщения ферромагнитных материалов и др.

2. Характеристические параметры, т.е. такие, величины которых существенно зависят от наличия примесей. Примерами таких параметров могут служить: плотность дислокаций в кристалле, удельное электрическое сопротивление полупроводников, магнитная проницаемость ферромагнетиков и т. д. Величина характеристических параметров может изменяться в миллионы раз, и, поэтому, они могут быть и технологическими параметрами, т.е. характеристиками, определяющими качество аттестуемого материала или прибора. Допустимые пределы изменения величин этих параметров оговорены техническими условиями.

3. Физико-химические параметры, включающие в себя характеристики или величины, знание которых необходимо для технологии получения аттестуемых материалов и приборов на их основе. Сюда относятся: температуры фазовых превращений (кристаллизации, испарения, переходов из одной кристаллической модификации в другую, Кюри и др.), пределы растворимости примесей и т. д.

Проблема качества аттестуемого материала, определяемого характеристическими параметрами, оказывает существенное влияние на эффективность производства из него готовых твердотельных приборов. Для успешного решения вопроса повышения эффективности производства необходимо иметь надежную систему контроля качества таких материалов. При создании этой надежной системы выделяют три самостоятельных направления:

- разработка методики измерения.
- разработка аппаратуры, позволяющей реализовать выбранную методику и организация ее производства.

– метрологическое обеспечение измерений, включающее установление реальной точности методик и измерительной аппаратуры, поддержание ее в процессе эксплуатации, а также разработка системы поверок и аттестаций. Сюда же относится организация производства стандартизации образцов.

Указанные три направления развиваются неодинаково. Как правило, разработка методик опережает разработку аппаратуры и метрологию. В предлагаемом учебном пособии рассматриваются физические основы наиболее часто используемых в производственных и лабораторных условиях методов испытания, исследования и измерения основных параметров функциональных и конструкционных материалов.

1. МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ ЭЛЕКТРОПРОВОДНОСТИ И ТЕРМОЭДС

1.1. Основные понятия и единицы измерения

Электропроводность σ и обратная ей величина – удельное электрическое сопротивление $\rho = 1/\sigma$ являются важными расчетными характеристиками применяемых в электронной технике материалов и служат объектом многочисленных исследований. Однако наибольшее количество работ, связанных с определением электропроводности, посвящено решению проблем физики твердого тела и задач металловедения.

Высокая чувствительность электрических методов измерения широко используется при исследовании фазовых превращений, дефектов тонкой структуры, концентрационных зависимостей и многих других явлений в металлах и сплавах, иногда недоступных изучению другими методами исследования.

Примеси и дефекты структуры повышают электрическое сопротивление металлов. При этом точечные дефекты играют значительно большую роль, чем протяженные несовершенства решетки. Согласно правилу Маттисена, увеличение электрического сопротивления, вызываемое примесями, при малых концентрациях последних не зависит от температуры и общее электрическое сопротивление может быть получено в результате аддитивного сложения составляющих электрического сопротивлений, вызываемых фононами ρ_i и примесями ρ_r ,

$$\rho = \rho_i + \rho_r. \quad (1.1)$$

Не зависящую от температуры часть электрического сопротивления ρ_r можно определить, построив температурную зависимость ρ от T и экстраполируя ее в области низких температур к абсолютному нулю.

Под электрическим сопротивлением проводника R понимают величину, характеризующую противодействие электрическому току. Электросопротивление R проводника, при условии отсутствия в нем внутренних источников тока, находится из уравнения закона Ома:

$$R = \frac{U}{I}. \quad (1.2)$$

где U — напряжение на концах рабочего участка проводника; I — сила тока, протекающего через проводник.

В качестве характеристики материала принимают удельное электрическое сопротивление $\rho = R \cdot (S/l)$.

В системе СИ ρ выражается в Ом \cdot м, что соответствует сопротивлению проводника длиной в 1 м при поперечном сечении, равном 1 м². В технической литературе обычно пользуются единицей, выражаемой в Ом \cdot см и мкОм \cdot см. В технике также принята размерность для ρ в Ом \cdot мм²/м.

Очень важной физической характеристикой является температурная зависимость электрического сопротивления металлов может быть выражена термическим коэффициентом электрического сопротивления

$$\alpha = \frac{R_T - R_{T_0}}{R_{T_0}} \cdot \frac{1}{T - T_0}, \quad (1.3)$$

где α — термический коэффициент электрического сопротивления в интервале температур $T - T_0$; R_T — электрическое сопротивление при температуре T ; R_{T_0} — электрическое сопротивление при температуре T_0 .

В небольших интервалах температур температурная зависимость удельного электрического сопротивления металлов (при отсутствии фазовых превращений) близка к линейной

$$\rho_T = \rho_{T_0} [1 + \alpha(T - T_0)], \quad (1.4)$$

где ρ_0 и T_0 — начальные значения электрического сопротивления и температуры.

При прецизионных исследованиях температурной зависимости электрического сопротивления необходимо учитывать изменение размеров образца вследствие теплового расширения, которое может вносить ошибку, достигающую до 2%. При исследовании фазовых превращений и структуры металлов с помощью измерения электрического сопротивления обычно пользуются его относительными значениями.

1.2. Измерение электрического сопротивления металлов и резисторов

Для измерения электрического сопротивления металлических материалов и резисторов разработано несколько методов измерения, широко применявшихся для этих целей по мере развития измерительной аппаратуры: метод вольтметра-амперметра, метод непосредственной оценки, измерение с помощью мостов постоянного тока и др. В последние годы наибольшее распространение получили два первых метода измерений, на которых мы остановимся.

1.2.1. Метод вольтметра-амперметра

Измерение методом вольтметра-амперметра сводится к измерению тока и напряжения в цепи с измеряемым двухполюсником и последующему расчету его параметров по закону Ома. Метод может быть использован для измерения активного и полного сопротивления, а также других параметров электрической цепи: индуктивности и емкости.

Измерение активных сопротивлений производится на постоянном токе, при этом включение резистора R_x в измерительную цепь возможно по схемам, представленным на рис. 1.1а и 1.1б. Обе схемы включения приводят к методическим погрешностям ΔR , зависящим от величины электрического сопротивления приборов. При этом, в схеме, представленной на рис. 1.1а, методическая погрешность тем меньше, чем меньше электрическое сопротивление амперметра (при $R_y \rightarrow 0 \Delta R \rightarrow 0$), а в схеме, представленной на рис. 1.1б, эта погрешность тем меньше, чем больше электрическое сопротивление вольтметра (при $R_y \rightarrow \infty \Delta R \rightarrow 0$). Таким образом, схемой, приведенной на рис. 1.1а, следует пользоваться для измерения больших сопротивлений, а схемой, приведенной на рис. 1.1б — для измерения малых электрических сопротивлений.

Измерение полного сопротивления Z_x выполняется на переменном токе частотой f , рис. 1.2. По показаниям вольтметра и амперметра определяют модуль полного сопротивления

$$|Z_x| = U_V / I_A, \quad (1.5)$$

где U_V, I_A — показания вольтметра и амперметра соответственно.

Схему, представленную на рис. 1.2а, целесообразно применять при $Z_x \ll Z_y$, а на рис. 1.2б — при $Z_x \gg Z_y$.

Измерение емкости методом вольтметра-амперметра может быть выполнено по схемам, представленным на рис. 1.3.

Емкостное сопротивление конденсатора

$$X_C = I / \omega C_X = U_C / I. \quad (1.6)$$

Откуда

$$C_X = I / \omega U_C. \quad (1.7)$$

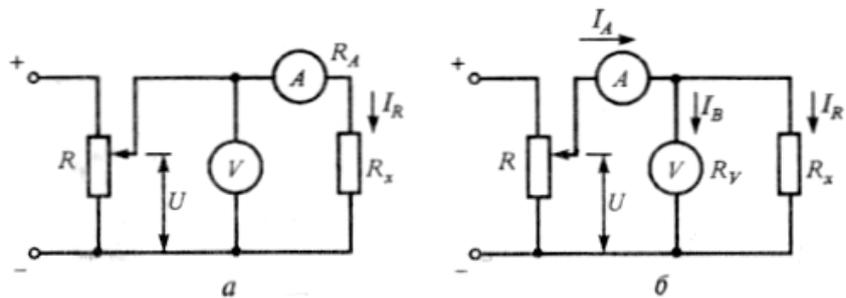


Рис. 1.1. Измерение активных сопротивлений методом амперметра-вольтметра

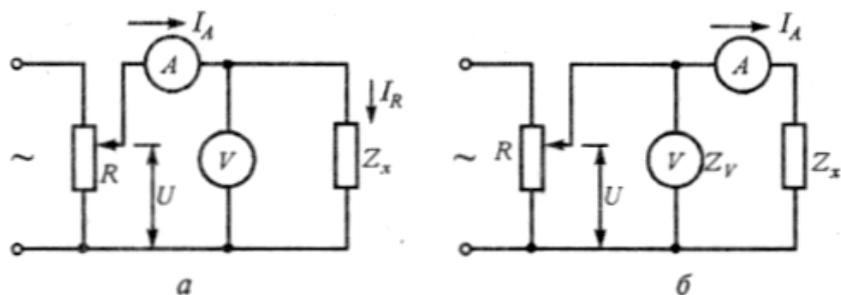


Рис. 1.2. Измерение полного сопротивления двухполюсника

Следовательно, при измерении емкости этим методом необходимо знать частоту источника питания. Для измерения больших емкостей рекомендуется схема, приведенная на рис. 1.3а; а малых емкостей — на рис. 1.3б.

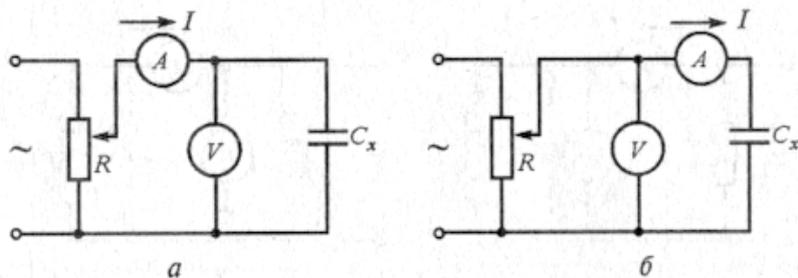


Рис. 1.3. Измерение емкости методом амперметра-вольтметра

Для измерения очень малых емкостей применяют вариант метода вольтметра-амперметра (метод двух вольтметров), схема которого приведена на рис. 1.4. Питающее напряжение U_1 , измеряется вольтметром V_1 . Вольтметр V_2 измеряет напряжение на конденсаторе C_0 , емкость которого известна $U_2 = I / \omega C_0$.

Ток I определяется выражением

$$I = U_1 / (1 / \omega C_X + 1 / \omega C_0),$$

Откуда

$$C_X = C_0 U_2 / (U_1 - U_2). \quad (1.8)$$

Для уменьшения погрешности измерения необходимо выполнить условие $C_0 \gg C_x$, тогда можно упростить выражение (1.8):

$$C_X = C_0 U_2 / U_1. \quad (1.9)$$

Метод двух вольтметров позволяет измерять малые емкости от долей пикофард.

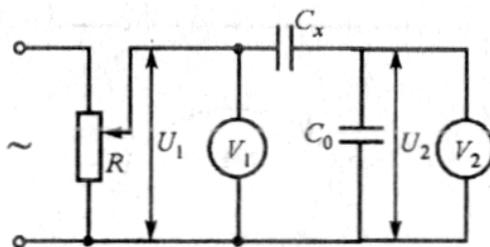


Рис. 1.4. Измерение емкости методом двух вольтметров

Измерение индуктивности катушки методом вольтметра-амперметра возможно, если ее сопротивление R_L значительно меньше реактивного сопротивления X_L , (рис. 1.5а, б). При этом

$$I = U_L / \omega L, \quad (1.10)$$

откуда

$$L = U_L / \omega I. \quad (1.11)$$

Если требуется получить более точный результат, то необходимо учесть сопротивление катушки. Так как

$$Z = U_L / I = \sqrt{R_L^2 + \omega^2 L^2}. \quad (1.12)$$

то

$$L = \frac{1}{\omega} \sqrt{\left(\frac{U_L}{I}\right)^2 - R_L^2}. \quad (1.13)$$

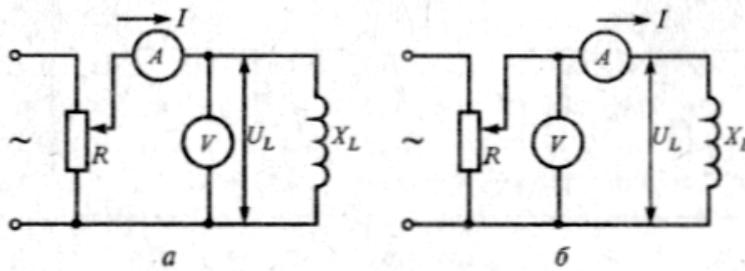


Рис. 1.5. Измерение индуктивности катушки

Погрешности измерения параметров элементов цепей методом вольтметра-амперметра на низких частотах составляют 0,5–10% и определяются погрешностью используемых приборов, а также наличием паразитных параметров. Погрешности измерения возрастают с увеличением частоты.

1.2.2. Метод непосредственной оценки

Метод непосредственной оценки реализуется в приборах для измерения сопротивления постоянному току — электромеханических и электронных омметрах. Электромеханические омметры строятся на основе приборов магнитоэлектрической системы и в зависимости от величины измеряемого сопротивления могут быть выполнены по схеме с последовательным (рис. 1.6а), либо параллельным (рис. 1.6б) включением измеряемого сопротивления. Источником питания омметра обычно служит гальванический элемент. Ток, протекающий через магнитоэлектрический прибор, в омметре с последовательным включением при разомкнутом ключе определяется по формуле:

$$I = \frac{U}{R_X + R_A + R_P}, \quad (1.14)$$

где R_A — сопротивление прибора; R_P — сопротивление регулировочного резистора.

При постоянных значениях R_A , R_P и U отклонение стрелки прибора α определяется измеряемым сопротивлением R_X , т.е. шкала прибора может быть проградуирована в единицах сопротивления. Как следует из (1.14), шкала омметра неравномерна (см. рис. 1.6а).

Перед проведением измерения сопротивления необходимо установить «размах» шкалы, т.е. отрегулировать омметр так, чтобы при $R_X = \infty$ и $R_X = 0$ стрелка прибора устанавливалась бы на начальную и конечную отметки шкалы. При незамкнутых входных зажимах омметра и разомкнутом ключе Кл (что соответствует $R_X = \infty$) стрелка прибора находится в крайнем левом положении на отметке 0 мА, следовательно, эта отметка шкалы будет соответствовать $R_X = \infty$.

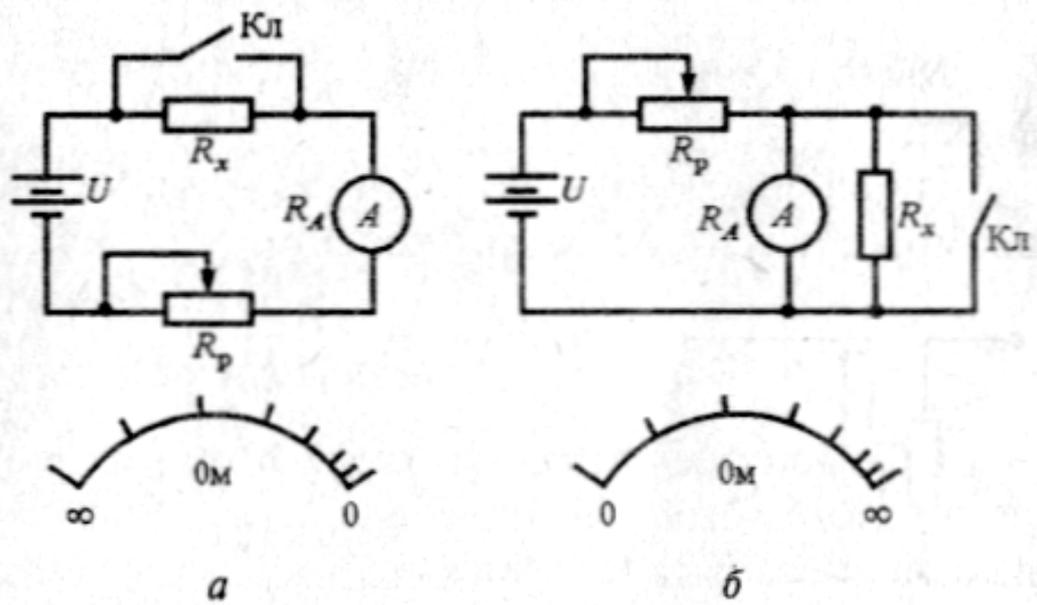


Рис. 1.6. Схема электромеханического омметра

Далее, замкнув ключ Кл, т.е., моделируя $R_X = 0$, наблюдают отклонение стрелки прибора и, в том случае, если стрелка не доходит до конечной отметки шкалы или переходит за нее, регулируют резистором R_p ток через прибор до достижения стрелкой конечной отметки. После этого, разомкнув ключ, можно выполнить измерение сопротивления R_X . Характер шкалы подсказывает, что омметр такого типа предпочтительно использовать для измерения сравнительно больших сопротивлений (до нескольких кОм), так как при малых значениях R_X этот омметр имеет малую чувствительность.

Для измерения небольших электрических сопротивлений применяются омметры, выполненные по схеме с параллельным включением измеряемого сопротивления, уравнение шкалы для которых имеет вид

$$I = U / [R_p + R_A R_X / (R_A + R_X)]. \quad (1.15)$$

Как и в схеме с последовательным включением, здесь отклонение стрелки прибора зависит только от R_X при условии, что остальные члены уравнения (1.15) постоянны. Перед проведением измерения также необходимо установить размах шкалы, моделируя ситуацию $R_X = 0$ и $R_X = \infty$, а также регулируя ток I сопротивлением резистора R_p . Для омметра с параллельным включением нулевое положение указателя совпадает с нулевым значением измеряемого сопротивления, а крайнее правое положение стрелки соответствует $R_X = \infty$. Шкала такого омметра изображена на рис. 1.6б. Омметры, выполненные по схемам рис. 1.6а, б выпускаются как отдельные приборы, а также входят в состав комбинированных приборов (тестеров, авометров). Класс точности омметров не ниже 2,5.

1.2.3. Электронные омметры

При использовании электронных омметров применяются два метода измерения: метод стабилизированного тока в цепи делителя и метод преобразования измеряемого сопротивления в пропорциональное ему напряжение.

Схема измерения сопротивления по методу стабилизированного тока приведена на рис. 1.7а. Делитель напряжения, составленный из известного образцового $R_{обр}$ и измеряемого R_X сопротивлений, питается от источника опорного напряжения $U_{он}$. Падение напряжения на образцовом резисторе усиливается усилителем Y с большим входным сопротивлением. Выходное напряжение усилителя $U_{вых}$ зависит от значения сопротивления R_X . В качестве индикатора обычно применяется микроамперметр магнитоэлектрической системы, шкала которого градуируется в единицах сопротивления. Если усилитель имеет коэффициент усиления K и входное сопротивление $R_{вх} > R_{обр}$, то измеряемое сопротивление определяется выражением

$$R_X = [(KU_{он} / U_{вых}) - 1]R_{обр}. \quad (1.16)$$

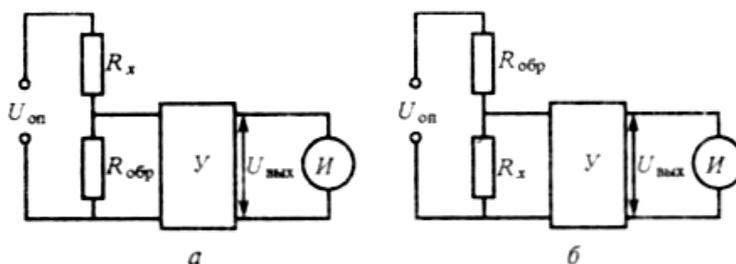


Рис. 1.7. Измерение сопротивления по методу стабилизированного тока

Этот вариант схемы омметра применяется для измерения достаточно больших сопротивлений, когда $R_X > R_{обр}$.

Для измерения малых сопротивлений ($R_X < R_{обр}$) используется схема, представленная на рис. 1.7б. Измеряемое сопротивление здесь определяется выражением

$$R_X = R_{обр} / (KU_{он}U_{вых} - 1). \quad (1.17)$$

Эта схема реализована в ряде выпускаемых промышленностью миллиомметров, обеспечивающих измерение активных сопротивлений в диапазоне 10^{-4} – 10^2 Ом с погрешностью 1,5–2,0%.

Измерение средних и больших (до 10^8 Ом) сопротивлений осуществляется с использованием преобразования измеряемого сопротивления в пропорцио-

нальное ему напряжение. В основу метода положен принцип работы операционного усилителя ОУ постоянного тока с отрицательной обратной связью (рис. 1.8).

Для схемы, представленной на рис. 1.8а, измеряемое сопротивление R_X определяется выражением

$$R_X = U_{on} R_{обр} / U_{вых}, \quad (1.18)$$

где $U_{вых}$ — выходное напряжение усилителя; $R_{обр}$ — сопротивление образцового резистора.

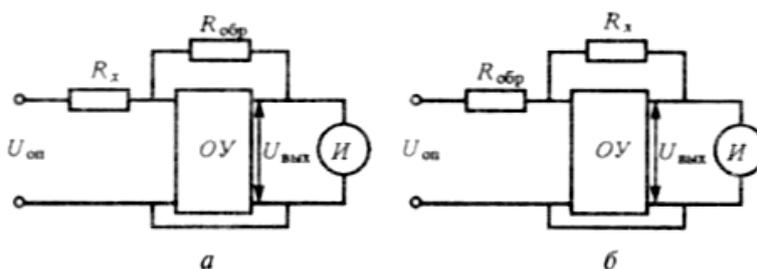


Рис. 1.8. Схемы омметров на основе операционных усилителей

При постоянных значениях U_{on} и $R_{обр}$ напряжение $U_{вых}$ будет зависеть только от R_X и, следовательно, шкала микроамперметра может быть отградуирована в единицах сопротивления. Указанная схема применяется в основном для измерения больших сопротивлений в приборах, называемых тераомметрами.

Поменяв местами R_X и $R_{обр}$, получим схему (рис. 1.8б), пригодную для измерения малых сопротивлений (от единиц Ом). Измеряемое сопротивление в такой схеме определяется выражением

$$R_X = U_{вых} R_{обр} / U_{on}. \quad (1.19)$$

Применение в одном приборе обоих вариантов схем позволяет создать измерители сопротивления с диапазоном измерения от единиц Ом до нескольких десятков МОм с погрешностью не более 10%.

1.3. Измерение электрической проводимости в полупроводниках и диэлектриках

1.3.1. Подготовка образцов к измерениям

Для того чтобы подготовить образец к измерениям, необходимо вырезать его из слитка, обработать поверхность и изготовить омические контакты. Так как полупроводниковые материалы обладают обычно высокой твердостью и

хрупкостью, то для их обработки применяются специфические методы резки, шлифовки, полировки.

Резку производят несколькими способами. Наиболее проста и производительна резка алмазными дисками. Слиток наклеивают на слиткодержатель и режут на пластины вращающимся диском, армированным алмазным порошком. Получаемые образцы могут иметь линейные размеры от 1 до 60–100 мм при минимальной толщине пластины в несколько сотен микрометров. В последнее время широко применяется резка внутренней кромкой алмазных дисков.

Для того, чтобы одновременно получить много образцов, применяют также резку полотнами с абразивом. В этом случае используют стальные полотна и шлифпорошки из карбида бора или карбида кремния.

В технике измерений для изготовления образцов стальной формы широко применяют резку ультразвуком. Шаблон специальной формы, изготовленный из стали или латуни, прикрепляют к магнитострикционному стержню, вибрирующему с частотой несколько десятков мегагерц. Пластины полупроводника покрывают суспензией шлифпорошка, который под действием ультразвука разрушает полупроводник в точке соприкосновения с шаблоном. Таким образом в пластине прорезается необходимое отверстие по заданной форме. Ультразвуковая резка в последнее время заменила пескоструйную, применявшуюся ранее для изготовления образцов сложного профиля. При пескоструйной обработке необходимую часть образца защищали шаблоном, а остальные части пластины удаляли абразивом, который подавался под давлением вместе со струей воздуха.

Для изготовления образцов специальной формы используют также электроэрозионную резку. При этом между полупроводником и металлическим шаблоном (диском, проволокой, стержнем) подают напряжение, причем всю систему помещают в жидкий диэлектрик (деионизованную воду, керосин). Резка полупроводника происходит под действием искрового пробоя. К достоинству метода можно отнести то, что при эрозионной резке не загрязняется поверхность полупроводника. Кроме того, метод позволяет изготавливать образцы микроскопических размеров, порядка десятков микрометров.

Для устранения нарушенного слоя, возникающего в процессе резки, а также для того, чтобы придать образцу необходимую форму и плоскопараллельность, прибегают к шлифовке и полировке. Шлифовку производят на стеклянных дисках вручную или на специальных станках с применением шлифпорошков (M28, M14, M10, M5), размер зерен которых в микрометрах указан цифрой. При полировке применяют мелкие шлифпорошки и алмазную пудру АСМ-3, АСМ-1 (размер зерен которой около одного или нескольких микрон), окись хрома.

Обычно образцы приклеивают пиццеином или воском на специальный держатель. После шлифовки или полировки одной стороны образец переворачивают и шлифуют другую сторону.

Для удаления слоя, нарушенного в результате резки и шлифовки, и для очистки поверхности служит травление. Образцы травят в смеси кислот (пла-

виковой и азотной), в 30%-ном растворе H_2O_2 , растворах щелочей. Перед травлением образец обезжиривают в ацетоне, четыреххлористом углероде, бензоле или спирте. Травление производят в специальной посуде из фторопласта кварца или полиэтилена при различных температурах. Обычно с повышением температуры скорость травления увеличивается. Для замедления травления часто используют охлаждение травителя.

Существуют различные травители для гладкого или селективного травления. В первом случае поверхность приближается к оптической, и все дефекты сглаживаются. Во втором случае дефекты поверхности, кристаллические блоки, следы определенных кристаллографических плоскостей выделяются.

Типичные травители и режимы травления, применяемые для подготовки различных образцов можно найти в справочниках.

1.3.2. Методы получения омических контактов

Контакты металла с полупроводником можно было бы считать идеальными, если бы они не создавали никакого прибавочного сопротивления для тока, не реагировали химически с исследуемым веществом и не меняли своих свойств при изменении условий освещения, температуры или величины приложенного электрического поля и не создавали эффектов выпрямления. Такие контакты обычно называют омическими.

Основным источником ошибок при измерении электропроводности полупроводника служат переходные сопротивления на контактах. В образцах с малым удельным сопротивлением главную роль играют несовершенства механического контакта, в образцах большего удельного сопротивления — запорные слои, возникающие на контактах благодаря разности контактных потенциалов. Необходимым условием большинства измерений считается устранение влияния переходных сопротивлений на контактах. В первую очередь это достигается изготовлением омических контактов или выбором существующего метода измерений (применением бесконтактных электромагнитных методов или зондовых компенсационных методов измерений). Хотя, используя определенные материалы для электродов, удалось достичь того, что электрические контакты с некоторыми веществами оказались близкими по своим свойствам к идеальным, выбор материала электродов, обеспечивающих с другим веществом идеальный контакт, до настоящего времени остается неопределенным и требует большого искусства.

Реальные омические контакты представляют собой большее или меньшее приближение к идеальному омическому контакту. Причина повышенного сопротивления в омическом контакте — существование потенциального барьера и запорного слоя, связанного с ним. Один из наиболее эффективных и часто употребляемых методов уменьшения последовательного сопротивления контакта и инжекции — это создание непосредственно у контакта области полупроводника с удельным электрическим сопротивлением, во много раз меньшим

удельного сопротивления основного объема полупроводника (так называемые n^+ и p^+ -области). Поскольку приконтактная область будет характеризоваться высокой концентрацией примесей, то инжекция неосновных носителей в неё будет ослаблена. Кроме того, увеличение концентрации примесей связано, как правило, со снижением времени жизни в приконтактной области. Если эти примеси будут иметь к тому же достаточно большое эффективное сечение захвата, то влияние инжекции неосновных носителей заряда из контакта будет в значительной степени ослаблено.

Таким образом, к омическим контактам предъявляются следующие требования:

- контакт не должен выпрямлять, т.е. его электрическое сопротивление не должно зависеть от направления протекающего тока;
- должны отсутствовать нелинейные эффекты, т.е. электрическое сопротивление контакта не должно зависеть от величины протекающего тока;
- электрическое сопротивление контакта должно быть малым по сравнению с сопротивлением измеряемого полупроводника;
- контакт должен быть механически прочным, надежным и стабильным во времени;
- шумы контакта даже при больших токах, протекающих через контакт, должны быть малыми.

При измерениях многих параметров полупроводников применяют следующие типы контактов: прижимные, припаянные, сплавные, электролитические, напыленные, сварные, термокомпрессорные, пастовые, полученные катодным распылением и полученные искровым методом.

1. Прижимные контакты, как правило, могут действовать лишь при комнатной и высокой температурах, но при понижении температуры их сопротивление обычно увеличивается. Часто используют точечные вольфрамовые контакты, контакты из карбида вольфрама (сплавы ВК6, ВК10, ВК15). Контакты из нержавеющей стали, никеля и фосфористой бронзы. Для прижимных контактов большой площади при высоких температурах хорошо служит графит. Прижимные контакты чаще всего подвергают формовке для улучшения их свойств.

2. Припаянные контакты наносят на полупроводник в воздухе при относительно низкой температуре с помощью паяльника, обычных припоев и флюсов на основе хлористого цинка. Во многих случаях контакты оказываются вполне удовлетворительными, например, контакты олова с германием n -типа. В большинстве работ применяют индий, олово и обычный промышленный припой. В некоторых работах применяют серебряный припой и бронзовые контакты.

3. Сплавные контакты изготавливают при высокой температуре (300–1000°C) в специальной атмосфере, например, в атмосфере аргона или водорода. Вплавление обычно проводят при температурах выше температуры пайки сплавляемых веществ. Для вплавления требуются вакуумные печи или нагреваемые трубчатые печи с возможностью впуска в них соответствующего газа.

Сплавные контакты можно получать (как омические, так и выпрямляющие), применяя разные металлы или сплавы для полупроводников n- и p-типа. Вплавление контактов к таким полупроводникам как германий, кремний и соединения A_3B_5 , наиболее надежно и удовлетворяет всем требованиям к омическим контактам, перечисленным выше. Сплавные и припаянные контакты большей частью не годятся для таких полупроводников, как окислы и сульфиды металлов.

4. Электролитические контакты обычно хорошо работают при комнатных и высоких температурах, однако при низких температурах сопротивление их может быть большим.

Металл наносится на полупроводник из раствора электролита. Полупроводник служит катодом, в качестве анода используют выбранный металл. Плотность тока обычно составляет несколько миллиампер на квадратный сантиметр. Время нанесения — несколько минут. Чаще всего наносят металлы: никель, медь, радий, палладий, цинк, индий, олово.

Достоинство метода в его быстроте и простоте. Однако метод имеет некоторые недостатки: контакты малонадежны, обладают большими шумами, плохо ведут себя при низких температурах, при которых сопротивление обычно повышается. При нанесении контактов поверхность загрязняется, что является недостатком данного метода.

5. Напыленные контакты, полученные путем испарения напыляемого металла в вакууме, близки по своим свойствам к электролитическим контактам и применяются для материалов, на которых трудно получить контакты другого типа. Различные металлы напыляются в вакууме 10^{-4} – 10^{-7} мм.рт.ст.

Обычно напыление производят на горячую подложку через маску или специальный шаблон. Если после напыления не проводят дополнительного вплавления, то для получения омического контакта необходимо выполнять требования, указанные выше, а именно: для получения омических контактов к полупроводнику n-типа необходимо напылять металл, работа выхода которого меньше, чем у полупроводника. Для полупроводника p-типа, наоборот, работа выхода должна быть больше. В первом случае напыляются металлы типа золота, платины, во втором случае — алюминия, магния. Этот метод имеет то преимущество, что можно получить контакты любой формы и весьма малой площади, в предельном случае порядка 5×10 мкм. Методом напыления получают контакты к селену, сульфидам кадмия и цинка, закиси меди, ферритам и другим полупроводникам.

6. Сварные контакты на полупроводниках получают привариванием тонких проволочек и часто используются как выпрямляющие контакты. Для сварки применяется постоянный ток, переменный ток или разряд конденсатора. Точечная сварка приводит к вплавлению проволочки в полупроводник или диффузии примесей.

Вследствие пробоя приконтактной области её сопротивление понижается. При формовке в металл проволоки добавляют примесь элементов, создающих

тот же тип проводимости, который имеет полупроводник. Например, для полупроводника n-типа используют фосфористую бронзу, для полупроводника p-типа — алюминий.

При сварке пропускают более мощный импульс тока, который разогревает и сваривает полупроводник с металлом. Контакты, полученные формовкой и сваркой, в ряде случаев имеют неудовлетворительные механические свойства. Кроме того, портится область полупроводника, находящаяся вблизи контактов.

7. Пастовые контакты получают нанесением пасты с металлическим порошком, например, золотым, серебряным или бронзовым. В некоторых случаях в пасте содержится связующее вещество, которое следует выжигать предпочтительно при 500°C. В других случаях применяют более летучие связующие вещества, которые достаточно легко удаляются высушиванием на воздухе, при этом получают вполне удовлетворительные контакты. Иногда пасту используют для создания электрического или механического контакта с другим контактом, полученном припаиванием, сплавлением или даже электрическим способом. В массовом производстве схем на керамике и подобных материалах контакты получают напылением из пульверизатора. При этом металл из специального пульверизатора в виде мелких расплавленных капель распыляют по поверхности.

8. Термокомпрессионные контакты получают, когда тонкую проволочку соответствующего металла, обычно алюминия или золота, прижимают под большим давлением к нагретой поверхности полупроводника. При этом происходит молекулярное сцепление поверхности металла и полупроводника. Поскольку при термокомпрессии получают контакты малой площади, необходимо в каждом конкретном случае оценивать величину пропускаемого через контакт тока, так как при большой плотности тока контакт перестает быть омическим.

Термокомпрессионный метод сочетает давление на присоединяемый к полупроводнику металл и нагревание всей системы металл-полупроводник. При этом связь может образовываться как за счет появления жидкой фазы, так и без неё. Контакты получают механически прочными, и их можно применять до температур порядка 400°C. При этом хорошо сохраняется омичность контактов.

9. Контакты, приготовленные катодным распылением. Пластинку из распыляемого металла подвешивают к катоду, а образец полупроводника располагают на аноде. Процесс идет в атмосфере аргона при давлении 0,1–0,15 мм.рт.ст. На электроды подается напряжение ~ 1500–2000 В. При таких напряжениях между катодом и анодом возникает газовый разряд. Положительно заряженные ионы газа, бомбардируя поверхность распыляемого металла, отделяют от него атомы, которые попадая на полупроводник, осаждаются в виде металлического слоя.

В процессе катодного распыления образец нагревается. Во избежание этого распыление ведут небольшими периодами продолжительностью в 10–12 секунд с последующими перерывами 3–5 минут или в процессе распыления

образец охлаждают. Подаваемое на катод напряжение регулируют таким образом, чтобы идущий ток не превышал 1 мА/см^2 поверхности катода.

10. Контакты, изготовленные искровым способом, чаще всего применяют, когда необходимо избежать нагрева всего образца, так как для улучшения контакта. Полученного при простом нанесении металла, его необходимо нагревать. Электрод 1 (рис. 1.9) прижимают к поверхности полупроводника, а электрод 2 приближают к нему, ведя по поверхности образца, пока не проскочит искра. Различием в геометрии электродов довольно хорошо определяется место образования контакта, причем осаждаемый контактный материал переходит главным образом с треугольного электрода. Нанесенные искровым методом контакты весьма надежны. Изготовление их требует гораздо меньше времени и более простой аппаратуры, чем вакуумная металлизация или нанесение гальванического покрытия.

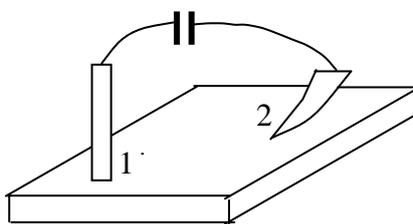


Рис. 1.9. Схема изготовления контакта искровым методом

После изготовления контактов металл-полупроводник с помощью одного из указанных выше способов проверяют их омические свойства, измеряя их вольтамперные характеристики контактов при различных направлениях тока. Если эти характеристики имеют линейный характер, то контакты считаются омическими. Отступления от линейности свидетельствуют о неомичности контактов. Чаще всего при небольших напряжениях, приложенных к контакту, вольтамперные характеристики имеют линейный характер, а отступления от линейности наблюдаются при значительных напряжениях. В случае отсутствия линейности вольтамперной характеристики контактов следует определить эффективный коэффициент выпрямления переменного тока, который измеряют по схеме, предусмотренной на рис. 1.10. При этом эффективный коэффициент выпрямления рассчитывают по формуле

$$K_{\text{эф}} = \frac{I(r_1 + r_2 + r_3)}{U}, \quad (1.20)$$

где I — постоянная составляющая тока; U — падение напряжения на образце; r_1 — омическое сопротивление генератора переменного тока (звуковой генератор); r_2 — сопротивление микроамперметра постоянного тока; r_3 — сопротивление исследуемого образца.

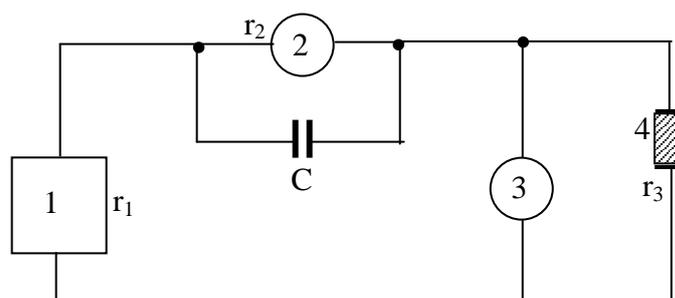


Рис. 1.10 Схема для определения эффективного коэффициента выпрямления на контактах металл-полупроводник: 1 – звуковой генератор; 2 – микроамперметр; 3 – ламповый вольтметр; 4 – исследуемый образец

Таблица 1.1

Материалы для омических контактов

Полупроводник	Тип проводимости	Металл
Si	n,p	Al
	n,p	An
	n	Ni, Sb, Te
	p	In, Ga
Ge	n,p	Au
	p	In
	n	Sn
	n	Sn, AuSn
	p	InZn
InP	n	AuSn, Sn
	p	AuZn, InZn
CdS	n	In, Au, Ga
CdSe	n	In, Ga, Ag
CdTe	n	In, InZn
	p	Au, Pt, Ni, In

В схеме рис. 1.10 постоянная составляющая тока, возникающая благодаря некоторому выпрямлению на контактах, измеряется микроамперметром 2, а переменная составляющая проходит через емкость C , которая должна быть достаточно большой. Указанный метод позволяет определять малые отклонения от линейности, которые невозможно обнаружить при измерении вольтамперных характеристик.

В заключение этого раздела приведем наиболее используемые контакты металлов для некоторых полупроводников (табл. 1.1).

1.3.3. Четырехзондовый метод измерения

Четырехзондовый метод измерения удельного электрического сопротивления полупроводников является самым распространенным. Основное преимущество четырехзондового метода в том, что не требуется создания омических контактов к образцу и возможно измерение удельного электрического сопротивления образцов самой разнообразной формы и размеров. Условием для его применимости с точки зрения формы образца является наличие плоской поверхности, линейные размеры которой превосходят линейные размеры системы зондов. Многие особенности реальных образцов, связанные с их формой и характером условий на поверхности, можно легко учесть, не создавая при этом трудностей для четырехзондового метода измерения.

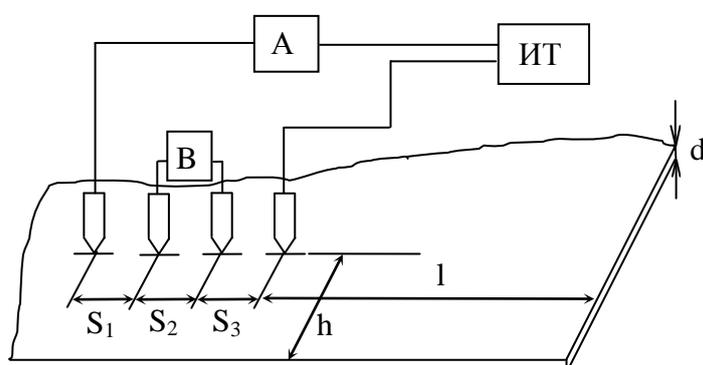


Рис. 1.11. Схема измерения удельного электрического сопротивления четырехзондовым методом:
ИТ — источник тока; А — амперметр; В — вольтметр

Рассмотрим теоретические основы этого метода применительно к образцу, представляющему собой полубесконечный объем, ограниченный плоской поверхностью. На плоской поверхности образца помещают четыре металлических электрода в виде металлических игловок-зондов с малой площадью соприкосновения. Все четыре зонда расположены вдоль одной прямой линии (рис. 1.11). Через два внешних зонда (электрода) 1 и 4 пропускают электрический ток J , на двух внутренних зондах (электродах) 2 и 3 измеряют падение напряжения U_{23} . По измеренным значениям разности потенциалов между зондами

2 и 3 и тока, протекающего через зонды 1 и 4, можно определить величину удельного электрического сопротивления образца.

Чтобы найти аналитическую связь между удельным сопротивлением ρ , током J и напряжением U_{23} , необходимо решить более простую задачу, связанную с протеканием тока через отдельный точечный зонд, находящийся в контакте с плоской поверхностью полупроводникового образца полубесконечного объема (рис. 1.12).

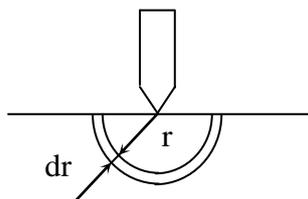


Рис. 1.12. Модель зонда

Так как распределение потенциала в образце имеет сферическую симметрию, то для вычисления $U(r)$ в объеме образца в зависимости от расстояния r до контакта достаточно решить уравнение Лапласа в сферической системе координат, в котором оставлен лишь член, зависящий от r :

$$\Delta U(r) = \frac{1}{r^2} \cdot \frac{d}{dr} \left(r^2 \frac{dU}{dr} \right) = 0, \quad (1.21)$$

при условии, что потенциал в точке $r = 0$ положителен и стремится к нулю при очень больших r . Интегрирование этого уравнения с учетом указанных граничных условий дает следующее решение $U(r) = -c/r$, где константу интегрирования можно определить из условий для напряженности электрического поля E при некотором значении $r = r_0$.

$$E(r_0) = - \left. \frac{dU(r)}{dr} \right|_{r=r_0} = j\rho = \frac{J\rho}{2\pi r_0^2}, \quad (1.22)$$

где $j = J/(2\pi r_0^2)$ — плотность тока, протекающего через полусферу радиусом r_0 . Окончательно получим

$$U(r) = \frac{J\rho}{2\pi r}. \quad (1.23)$$

Очевидно, что распределение потенциала будет таким же, если зонд имеет с поверхностью образца контакт в виде полусферы конечного диаметра.

Пусть радиус контакта равен r_1 , тогда падение напряжения на образце равно потенциалу зонда и составляет

$$U = \frac{J\rho}{2\pi} \cdot \frac{1}{r_1}. \quad (1.24)$$

Из сравнения падения напряжения на контактном кольце толщиной $r_2 - r_1$

$$U(r_1) - U(r_2) = \frac{J\rho}{2\pi} \cdot \frac{r_2 - r_1}{r_1 r_2} \quad (1.25)$$

и полного падения напряжения на образце (1.25) ясно, что основное изменение потенциала происходит вблизи зонда. Например, при $r = 10r_1$ полное падение напряжения на образце превосходит падение напряжения в слое $r_2 - r_1$ всего лишь на 10%. Это означает, что величина протекающего через зонд тока определяется главным образом сопротивлением приконтактной области, протяженность которой тем меньше, чем меньше радиус контакта.

Сформулируем условия, необходимые для измерения сопротивления четырехзондовым методом:

- 1) измерения проводятся на плоской поверхности однородного изотропного образца;
- 2) инжекция неосновных носителей заряда в объем образца отсутствует из-за достаточно высокой скорости поверхностной рекомбинации, что достигается соответствующей обработкой поверхности образца;
- 3) поверхностная утечка тока отсутствует;
- 4) зонды имеют контакты с поверхностью образца в точках, которые расположены вдоль прямой линии;
- 5) граница между токонесящими электродами и образцом имеет форму полусферы малого диаметра;
- 6) диаметр контакта зонда мал по сравнению с расстоянием между зондами.

Потенциал в любой точке образца равен сумме потенциалов, созданных в этой точке током каждого электрода. При этом потенциал имеет положительный знак для тока, втекающего в образец (зонд 1), и отрицательный знак для тока, вытекающего из образца (зонд 4). Таким образом, потенциалы измерительных зондов 2 и 3 равны соответственно

$$U_2 = \frac{J\rho}{2\pi} \left(\frac{1}{S_1} - \frac{1}{S_2 + S_3} \right), \quad (1.26)$$

и

$$U_3 = \frac{J\rho}{2\pi} \left(\frac{1}{S_1 + S_2} - \frac{1}{S_3} \right),$$

а разность потенциалов

$$U_{23} = U_2 - U_3 = \frac{J\rho}{2\pi} \left(\frac{1}{S_1} - \frac{1}{S_2 + S_3} - \frac{1}{S_1 + S_2} + \frac{1}{S_3} \right). \quad (1.27)$$

Соотношение (1.27) позволяет определить удельное сопротивление образца:

$$\rho = \frac{U_{23}}{J} \cdot \frac{2\pi}{\frac{1}{S_1} - \frac{1}{S_2 + S_3} - \frac{1}{S_1 + S_2} + \frac{1}{S_3}}. \quad (1.28)$$

Если расстояния между зондами одинаковы, т.е. $S_1 = S_2 = S_3 = S$, то

$$\rho = \frac{U_{23}}{J} 2\pi S, \quad (1.29)$$

где U_{23} — в Вольтах, J — в Амперах, ρ — в Омах на метр.

Теория четырехзондового метода, как отмечалось выше, рассматривалась в предположении однородности свойств полупроводникового материала. На практике любой полупроводниковый образец обладает некоторой неоднородностью в распределении удельного сопротивления по объему образца, которая может быть обусловлена неравномерностью распределения примесей, существованием электропроводности в приповерхностном слое, анизотропией свойств кристалла и другими причинами. Для количественного анализа влияния неоднородности удельного сопротивления на результаты измерений четырехзондовым методом необходим учет конкретной неоднородности.

Не рассматривая никаких конкретных моделей, можно, однако, сделать некоторые выводы качественного характера. Из анализа распределения потенциала (1.25), падения напряжения (1.27) и плотности тока в образце в зависимости от координаты следует, что:

1) для применения четырехзондового метода измерения достаточно, чтобы образец был однороден в некоторой области с линейными размерами порядка $5S$ (если $S \gg r_l$);

2) измеренное значение удельного сопротивления соответствует значению удельного сопротивления приповерхностного слоя толщиной не более S .

Линейное расположение зондов на поверхности полупроводникового образца не является единственно возможным. Можно, например, использовать

систему четырех зондов, расположенных по вершинам квадрата. Легко рассчитать, используя соотношение для распределения потенциала в образце (1.25), что при этой системе зондов удельное сопротивление

$$\rho = \frac{U_{23}}{J} \cdot \frac{2\pi S}{2\sqrt{2}}. \quad (1.30)$$

Однако такая конфигурация расположения зондов не нашла распространения в практических измерениях.

Чувствительность четырехзондового метода по напряжению, как видно из (1.28), прямо пропорциональна величине протекающего тока и обратно пропорциональна эквивалентному расстоянию между зондами

$$\frac{1}{S_9} = \frac{1}{S_1} + \frac{1}{S_3} - \frac{1}{S_2} - \frac{1}{S_1 + S_2}. \quad (1.31)$$

Поскольку увеличение протекающего через образец тока ограничено допустимым нагревом образца, повысить чувствительность можно, уменьшая эквивалентное расстояние между зондами за счет увеличения расстояния S_2 между измерительными зондами. В случае $S_1 = S_3 \ll S_2$ чувствительность измерительной головки увеличивается вдвое.

Таким образом, для измерения удельного электрического сопротивления четырехзондовым методом используют схему измерения, представленную на рис. 1.11. Ток от источника тока ИТ пропускается через зонды 1 и 4. Желательно, чтобы источник тока имел высокое выходное сопротивление, т.е. являлся генератором тока. Напряжение, возникающее при этом на зондах 2 и 3, измеряется вольтметром В.

Чтобы контактные сопротивления зондов 2 и 3 не оказывали влияния на результаты измерений, разность потенциалов U_{23} необходимо измерять в отсутствие тока через них. Поэтому измерения проводят компенсационным методом. В зависимости от величины электрического сопротивления образцов в качестве компенсаторов используют низкоомные или высокоомные потенциометры постоянного тока и в качестве нуль-индикатора — высокочувствительные гальванометры. Исключить термоЭДС, возникшую вдоль образца, можно, проводя измерения при двух противоположных направлениях тока. При этом разность потенциалов вычисляют как среднее из результатов двух измерений. Возможно также применение электронных вольтметров с высоким входным сопротивлением. В таком случае ток через измерительные зонды пренебрежимо мал, что позволяет отказаться от использования компенсационных методов измерений.

Расстояние между зондами выбирают в пределах 0,1–1,3 мм. При этом зонды монтируют в специальной четырехзондовой головке со строго фиксированным расстоянием между ними. В качестве зондов используют проволоку из

вольфрама, твердых сплавов ВК-10, ВК-15, ВК-20, а также из термоупругих сплавов Ni-Cu-Al. Концы зондов затачивают электролитически или путем электроэрозионной обработки и полировки с применением алмазных порошков так, чтобы диаметр контакта был значительно меньше расстояния между ними. Надежный контакт каждого зонда с поверхностью образца обеспечивается за счет пружин. Четырехзондовую головку крепят к манипулятору, с помощью которого головка устанавливается на поверхности образца.

Для определения удельного электрического сопротивления используется выражение (1.29), справедливое для полубесконечного образца, который имеет $d \gg S; l \gg S; h \gg S$.

Важнейшим недостатком методов измерения удельного электрического сопротивления на постоянном токе является влияние термоЭДС и различных электрических наводок. Влияние наводок состоит в том, что за счет частичного выпрямления тока наводок зондом, находящимся под обратным смещением, могут возникать большие ложные сигналы. Проведение измерений при двух направлениях тока уменьшает ошибки, обусловленные наводками, но устранить их полностью можно только путем тщательного экранирования. Метод измерения при переменном токе с использованием постоянного смещения не имеет отмеченных недостатков. Если все четыре зонда имеют прямое смещение, создаваемое протеканием небольшого прямого тока, то контактное сопротивление будет достаточно малым. Тогда удельное сопротивление можно измерять с помощью наложения сигнала переменного тока на постоянный. При этом прямое смещение должно быть достаточно малым, чтобы влиянием неравновесных инжектированных носителей зарядов можно было пренебречь. Это условие определяет верхний предел величин прямого тока и ограничивает минимальное расстояние между зондами. В то же время амплитуда переменного тока не должна превышать ток смещения, иначе в течение некоторой части периода будет происходить выпрямление и, следовательно, искажение формы сигнала. Для создания прямого смещения зондов необходим пятый контакт к образцу. Роль такого контакта выполняет пятый зонд, который находится под обратным смещением.

Схема устройства для измерения проводимости при переменном токе с использованием постоянного смещения показана на рис. 1.13. Характерной особенностью схемы является то, что все четыре зонда связаны с цепями переменного тока с помощью трансформаторов. Это позволяет подавать на них постоянное смещение. Схема работает следующим образом. От источника тока ИТ через выходной трансформатор Тр1 переменный ток подается через зонды 1 и 4 на образец. Цепь переменного тока состоит из следующих элементов: обмотка 1 выходного трансформатора Тр1, конденсатор С, обмотка 2 выходного трансформатора Тр1, зонд 4, образец, зонд 1. Постоянное смещение зондов создается источником смещения ИС. Постоянный ток зонда 1 протекает в цепи: источник смещения ИС, индуктивность L_1 , обмотка 1 выходного трансформатора Тр1, зонд 1, образец, контакт 5.

Аналогичным образом подается постоянное смещение и на остальные

зонды. Направление тока смещения выбирается в со-ответствии с типом электропроводности образца и определяется полярностью включения источника смещения. Рабочая частота источника переменного тока около 1000 Гц. Сигнал, возникающий на зондах 2 и 3, через трансформатор Tr2 подается на узкополосный вольтметр переменного тока V. Используемые сигналы имеют очень малый уровень, вследствие чего необходим стабильный усилитель с большим коэффициентом усиления. Для усовершенствования схемы применяют синхронный детектор. Схемы на переменном токе отличаются широким диапазоном измеряемых величин удельных электрических сопротивлений: от 10^{-2} до 10^3 Ом·см.

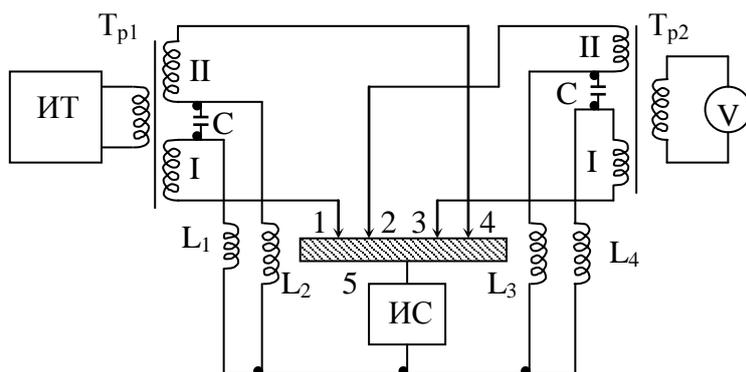


Рис. 1.13. Принципиальная схема измерения электрического сопротивления на переменном токе

Описанный выше подход пригоден для определения удельного электрического сопротивления образца полубесконечного объема, т.е. образца, линейные размеры которого много больше расстояния между зондами S . Для получения более строгих критериев применимости уравнения (1.29) рассмотрим частные случаи измерения удельной электрической проводимости образцов ограниченных размеров, которые имеют и самостоятельное значение, т. е. довольно часто встречаются на практике. Проанализируем подробно следующий случай. Образец полубесконечного объема имеет плоскую проводящую границу, зонды расположены на линии, перпендикулярной к этой границе (рис. 1.14).

Наличие проводящей границы на одной из граней образца обуславливает шунтирование образца и, следовательно, увеличение тока I , что приводит к уменьшению измеренного в соответствии с (1.29) значения ρ по сравнению с истинным.

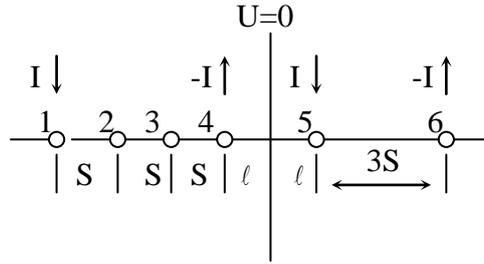


Рис. 1.14. Схема измерения электрической проводимости четырехзондовым методом в образцах ограниченных размеров с плоской проводящей границей

Практическим примером такой модели может служить образец, на одной из плоских граней которого создан омический контакт. Ввиду того, что сопротивление омического контакта очень мало, можно пренебречь падением напряжения, возникающим при протекании тока через контакт по сравнению с падением напряжения на образце и считать потенциал контакта постоянной величиной.

Для анализа применимости формулы (1.29) используем метод зеркальных изображений, который широко распространен в электростатике. Для этого на продолжении линии расположения зондов симметрично относительно проводящей границы расположим два таких мнимых источника тока 5 и 6, чтобы удовлетворить условию на проводящей границе $U = 0$.

Условие на проводящей границе будет выполнено, если, считая образец бесконечным, в точку 5 поместить положительный источник тока I , а в точку 6 — отрицательный $-I$. В силу единственности решения задачи при данном граничном условии решение для системы источников тока 1, 4, 5 и 6 будет искомым. Вычисление потенциалов в точках 2 и 3 с учетом четырех источников тока позволяет определить удельное сопротивление образца

$$\rho = \frac{U_{23}}{I} 2\pi s f_1\left(\frac{\ell}{S}\right), \quad (1.32)$$

где

$$f_1\left(\frac{\ell}{S}\right) = \left[1 + \frac{1}{2 + 2\ell/S} - \frac{1}{5 + 2\ell/S} - \frac{1}{1 + 2\ell/S} + \frac{1}{4 + 2\ell/S} \right]^{-1} \quad (1.33)$$

функция поправок, зависящая только от отношения ℓ/S . При $\ell = 0$, т.е. когда зонд 4 установлен на проводящей границе образца, $f(\ell/S) \approx 2$; при $\ell \geq 3S$ практически $f(\ell/S)$ не отличается от 1 и поэтому может не учитываться. Таким образом, в рассмотренном случае можно использовать выражение (1.29), если выполняется соотношение $\ell \geq 3S$.

Функцию поправок, подобную (1.33) можно вычислить и для случая, когда граница является непроводящей, а изолирующей. При этом, используя метод зеркальных изображений, необходимо учесть, что на изолирующей границе должно выполняться иное граничное условие, т.е. нормальная составляющая тока, а, следовательно, и электрического поля на границе равны нулю.

Вычисления дают

$$\rho = \frac{U_{23}}{I} 2\pi S f_2\left(\frac{\ell}{S}\right) = \frac{U_{23}}{I} 2\pi S \left(1 + \frac{1}{2+2\ell/S} - \frac{1}{2+2\ell/S} - \frac{1}{4+2\ell/S} + \frac{1}{5+2\ell/S}\right)^{-1}. \quad (1.34)$$

Аналогично для образца полубесконечного объема при параллельном расположении линии зондов относительно изолирующей границы

$$\rho = \frac{U_{23}}{I} 2\pi S f_3\left(\frac{\ell}{S}\right) = \frac{U_{23}}{I} 2\pi S \left\{1 + \frac{2}{\left[1+(2\ell/S)^2\right]^{1/2}} - \frac{1}{\left[1+(\ell/S)^2\right]^{1/2}}\right\}, \quad (1.35)$$

и относительно проводящей границы

$$\rho = \frac{U_{23}}{I} 2\pi S f_4\left(\frac{\ell}{S}\right) = \frac{U_{23}}{I} 2\pi S \left\{1 - \frac{2}{\left[1+(2\ell/S)^2\right]^{1/2}} + \frac{1}{\left[1+(\ell/S)^2\right]^{1/2}}\right\}. \quad (1.36)$$

Численные значения функций $f_1\left(\frac{\ell}{S}\right)$, $f_2\left(\frac{\ell}{S}\right)$, $f_3\left(\frac{\ell}{S}\right)$ и $f_4\left(\frac{\ell}{S}\right)$ приведены в табл. 1.2.

Анализ функций поправок, полученных для образца полубесконечного объема с изолирующей или проводящей границей, при параллельном и перпендикулярном расположении линии зондов относительно границы показывает, что во всех случаях поправка пренебрежимо мала, если $\ell \geq 3S$.

Таблица 1.2

Численные значения функций поправок

$\frac{\ell}{S}$	$f_1\left(\frac{\ell}{S}\right)$	$f_2\left(\frac{\ell}{S}\right)$	$f_3\left(\frac{\ell}{S}\right)$	$f_4\left(\frac{\ell}{S}\right)$
0	1,82	0,69	0,5	∞
0,2	1,365	0,79	0,533	8,07
0,5	1,182	0,882	0,658	2,08
1,0	1,060	0,947	0,842	1,232
2,0	1,010	0,992	0,965	1,038
5,0	1,004	0,996	0,997	1,003
10,0	1,0005	0,9995	0,9996	1,0004

Определение удельной электрической проводимости тонкой пластины по результатам измерений четырехзондовым методом, как и для образца полубесконечного объема с границей, сводится к вычислению функций поправок. Однако нахождение функции поправок для тонкой пластины более сложно, так как тонкая пластина определенной геометрической формы может иметь большое число поверхностей и для каждой из них должно выполняться соответствующее граничное условие. Для пластин, толщина d которых, по крайней мере, в три раза меньше расстояния между зондами S , удельное сопротивление может быть рассчитано по формуле

$$\rho = \frac{U_{23}}{I} \frac{\pi}{\ln 2} d \approx 4,53 \frac{U_{23}}{I} d. \quad (1.37)$$

Это соотношение применяется также для расчета эффективного сопротивления диффузионных слоев.

Игнорирование величины диаметра пластины может также вызвать серьезные ошибки в определении истинного удельного сопротивления пластин диаметром до 20 мм. Обычно расчет производят по формуле

$$\rho = K \frac{U_{23}}{I} d. \quad (1.38)$$

Значения K приведены в табл. 1.3 для образцов в виде диска, величина D обозначает диаметр пластины; для прямоугольных образцов b — ширина пластины, ℓ — длина пластины.

В этом случае плоскость расположения зондов параллельна длине пластины.

Для пластин произвольной формы точное значение поправки привести невозможно, поэтому необходимо уменьшить расстояние между зондами, чтобы можно было пользоваться приближенными формулами.

1.3.4. Двухзондовый метод измерения

Двухзондовый метод измерения удельного сопротивления до разработки четырехзондового метода был наиболее распространенным методом измерения. Теперь же его применяют в основном для измерения удельного сопротивления вдоль слитков полупроводниковых материалов и образцов правильной геометрической формы.

Схема измерения удельного сопротивления двухзондовым методом приведена на рис. 1.15. Для измерения удельного электрического сопротивления образца, например, в виде прямоугольного бруска, на его торцах по всей площади делают омические контакты. Через эти контакты вдоль образца пропускают электрический ток, величину которого устанавливают по амперметру A . На одной из поверхностей образца вдоль линии тока устанавлива-

ют два зонда (1 и 2), с помощью которых измеряют падение напряжения. Если образец однороден, то его удельное сопротивление

$$\rho = \frac{UW}{IS}, \quad (1.39)$$

где I – постоянный ток, протекающий через образец; U – разность потенциалов между измерительными зондами; S – расстояние между зондами; W – площадь поперечного сечения образца.

Таблица 1.3

Значения K при $d \ll S$

$D/S, b/S$	Диски	Прямоугольные пластины при ℓ/b		
		1	2	3
1			—	100
1,5			1,48	1,49
2,0			1,95	1,95
2,5			2,35	2,35
3	2,27	2,46	2,70	2,70
4	2,93	3,11	3,22	3,22
5	3,36	3,51	3,57	3,57
10	4,17	4,22	4,24	4,24
20	4,44	4,45	4,45	4,45

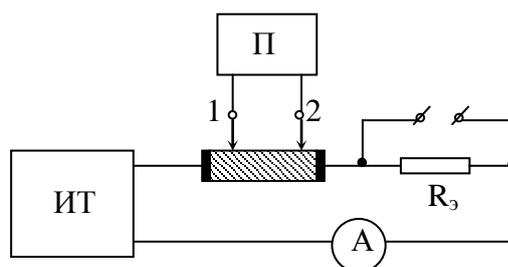


Рис. 1.15. Принципиальная схема измерения электрического сопротивления двухзондовым методом

Двухзондовый метод с точки зрения выполнения электрических измерений ничем не отличается от четырехзондового, но является значительно более трудоемким по приготовлению образца, так как требует создания омических контактов большой площади и точных геометрических размеров.

Погрешность измерения двухзондового метода на образцах правильной геометрической формы составляет обычно 1–3% и зависит главным образом от точности измерений геометрических размеров образца и расстояния между зондами.

1.3.5. Однозондовый метод измерения распределения удельного электрического сопротивления

Однозондовый метод наиболее удобен при измерении удельного сопротивления слитков для выявления неоднородностей. Однозондовый метод измерения осуществляют следующим образом. Через образец, имеющий низкоомные невыпрямляющие токовые контакты, пропускают постоянный ток. На одну из поверхностей образца помещают металлический зонд и проводят измерения его потенциала по отношению к одному из токовых контактов. При последовательном перемещении зонда вдоль образца от одного контакта к другому измеряют распределение электрического потенциала вдоль образца. Если по образцу с поперечным сечением протекает ток I и величина удельного сопротивления ρ образца не зависит от координаты, то разность потенциалов между двумя точками образца, отстоящими на расстоянии ΔX

$$\Delta U = \frac{I}{S} \rho \Delta X. \quad (1.40)$$

Удельное сопротивление определяют по результатам двух измерений потенциала:

$$\rho = \frac{S}{I} \frac{\Delta U}{\Delta X}. \quad (1.41)$$

Если же удельное сопротивление образца различно в зависимости от координаты X , то распределение потенциала вдоль него

$$U(x) = \frac{1}{S} \int_0^x I \cdot \rho(x) dx. \quad (1.42)$$

По зависимости $U(x)$ величину удельного сопротивления в любой точке образца находят, как производную функции $U(x)$ по x

$$\rho(x) = \frac{S}{I} \cdot \frac{dU(x)}{dx}, \quad (1.43)$$

т.е. удельное электрическое сопротивление кристалла в данной точке образца пропорционально тангенсу угла наклона касательной графика $U(x)$ в этой точке.

При использовании однозондового метода для контроля микронеоднородности монокристаллических слитков из полупроводникового материала металлический зонд перемещается по поверхности образца с постоянной скоростью v , а напряжение, возникающее между зондом и одним из токовых контактов образца, подается на дифференцирующую RC-цепочку (рис. 1.16). Так как ток через конденсатор пропорционален производной приложенного напряжения

$$i = c \cdot \frac{dU_c}{dt}, \quad (1.44)$$

то напряжение на сопротивлении R дифференцирующей цепочки при достаточно малой постоянной времени $\tau = RC$

$$U_R = iR = CR \frac{dU_c}{dt} = CRv \frac{I}{S} \rho(x). \quad (1.45)$$

Регистрируемое самопишущим прибором напряжение U_R пропорционально удельному сопротивлению и характеризует его распределение вдоль образца. Разрешающая способность метода зависит от диаметра движущегося контакта, скорости его перемещения v , чувствительности и постоянной времени регистрирующего прибора, а также от параметров RC-цепочки.

Поскольку в однозондовом методе усредненное удельное сопротивление присуще площади касания зонда с образцом, то очевидно, что минимальная протяженность неоднородности, которую может зафиксировать метод, не превышает диаметр контакта. Инерционность измерительной схемы определяется наибольшей из двух постоянных времени: постоянной времени RC-цепочки $\tau = RC$ или регистрирующего прибора $\tau_{пр}$. Эти величины ограничивают скорость перемещения измерительного зонда.

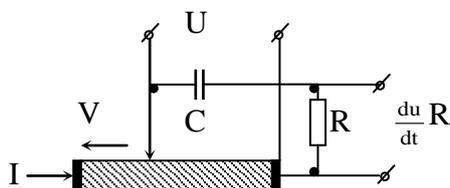


Рис. 1.16. Принципиальная схема измерения электрического сопротивления однозондовым методом

Ошибка измерений образцов с удельным электрическим сопротивлением до 250 Ом·см не превышает 5%. При измерении образцов с более высоким удельным электрическим сопротивлением появляется ошибка, обусловленная переходным сопротивлением контакта. Нижний предел удельного электрического сопротивления составляет 0,005 Ом·см и ограничивается нагреванием образцов.

В качестве зондов используют твердые материалы (например, карбид кремния), а также зондовые головки специальной конструкции, где роль зонда выполняет стальной шарик малого диаметра (2 мм), катящийся по поверхности образца и имеющий с ней малую площадь соприкосновения.

1.3.6. Измерение электрической проводимости пластин произвольной геометрической формы

Удельную электрическую проводимость образцов правильной геометрической формы, как отмечалось, можно определить, лишь вводя функции поправок, учитывающие геометрические размеры образца. В общем случае для пластины произвольной геометрической формы определение удельной электрической проводимости также возможно, если использовать видоизмененный четырехзондовый метод измерения. В этом методе вдоль периметра плоской пластины размещают четыре контакта 1, 2, 3 и 4 (рис. 1.17).

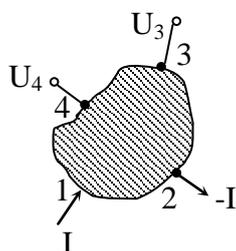


Рис. 1.17. Схема расположения контактов в методе Ван-дер-Пау

Сначала, пропуская ток через контакты 1 и 2 и измеряя разность потенциалов на зондах 3 и 4, определяют сопротивление $R_{1,2} = U_{34}/I_{12}$, затем при протекании тока между контактами 1 и 4 по падению напряжения на зондах 2 и 3 определяют сопротивление $R_{1,4} = U_{23}/I_{14}$. Эти два измерения позволяют найти удельное электрическое сопротивление пластины по формуле:

$$\rho = 4,53 \left(\frac{R_{1,2} + R_{1,4}}{2} \right) \cdot f(R_{1,2} / R_{1,4}) \cdot d, \quad (1.46)$$

где $f(R_{1,2}/R_{1,4})$ теоретически вычисленная корректирующая функция. Значение этой функции в зависимости от $(R_{1,2}/R_{1,4})$ приведено на рис. 1.18. Видно, что $f(R_{1,2}/R_{1,4}) \approx 1$ при $0,7 < (R_{1,2}/R_{1,4}) < 1,5$. Как видно из уравнения (1.74) в расчетную формулу не входят расстояния между зондами. В формулах фигурируют величины, которые можно измерить с большой точностью.

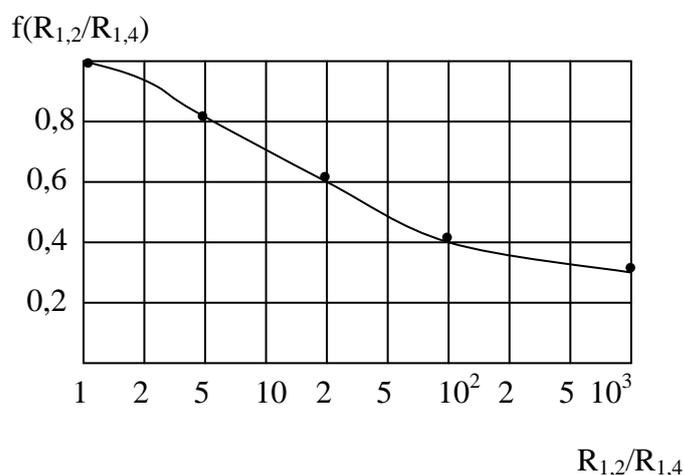


Рис. 1.18. График функции поправок при измерении образцов произвольной геометрической формы

Изложенный модифицированный четырехзондовый метод измерения проводимости пластин произвольной формы можно применить и для определения ρ круглых, квадратных и прямоугольных пластин. При симметричном расположении измерительных контактов на периферии пластины в случае однородности пластины по электропроводности сопротивления R_1 и R_2 будут одинаковы: $R_1 = R_2 = R$, а функция $f(R_1/R_2) = 1$, тогда

$$\rho = 4,53dR = 4,53d \cdot \frac{U}{I}. \quad (1.47)$$

Модифицированный четырехзондовый метод позволяет измерять удельное электрическое сопротивление тонких пластин и слоев с точностью 1–2%.

Погрешность измерений возрастает, если контакт занимает на боковой поверхности некоторую протяженную область или расположен не только на боковой поверхности, но и частично на поверхности пластины. Поэтому в качестве контактов обычно используют пластинчатые контактные ножи, которые прижимают к боковой поверхности пластины и создают с нею контакт в виде узкой линии.

На основе рассмотренного метода создают автоматические устройства для разбраковки пластин на группы по величине удельного электрического сопротивления.

1.3.7. Высокочастотные бесконтактные методы измерения удельного электрического сопротивления

Широко распространенные зондовые методы измерения электрических параметров, пригодные для монокристаллического материала, не подходят для поликристаллических образцов, жидких полупроводников и т. д. Кроме того, зондовым методам присущи недостатки, связанные с инжекцией носителей заряда и возникновением в зоне контактов больших потенциальных барьеров, которые создают побочные эффекты и искажают результаты измерений.

Важным направлением при разработке новых методов контроля является использование токов ВЧ и СВЧ. Особенности распространения электромагнитных волн ВЧ и СВЧ в проводящей среде легли в основу бесконтактных методов измерения электрофизических параметров полупроводников и металлов. При этом возможны два пути.

В первом случае контролируемый образец полупроводника можно помещать в катушку индуктивности, внутри которой создается высокочастотное переменное поле, вызывающее возникновение в образце вихревых токов.

Во втором — образец полупроводника можно вводить в цепь колебательного контура, присоединенного к генератору токов ВЧ, применяя емкостную связь соответствующих элементов контура с образцом. Исследования показали, что для контроля свойств низкоомного материала целесообразно производить измерения с индуцированием токов ВЧ в образце, а для высокоомного материала особенно пригодны схемы с емкостной связью.

Кроме метода колебательного контура с последовательным или параллельным присоединением образца широко применяются мостовые схемы. При измерениях по методу моста цилиндрический образец полупроводника введен с помощью емкостной связи в одно из плеч моста, питаемого от генератора токов высокой частоты. Схема такого моста и эквивалентная ей электрическая схема приведены на рис. 1.19. Изменяя значения C и R в другом плече моста, добиваются компенсации, и в этих условиях величина сопротивления образца R_x будет равна сопротивлению R .

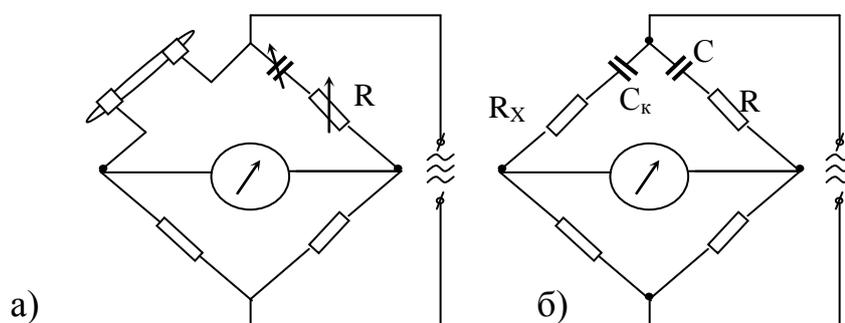


Рис. 1.19. а) схема измерительного моста; б) эквивалентная ей схема для определения удельного электрического сопротивления

При измерениях удельного электрического сопротивления бесконтактным методом сильно легированных полупроводников используют специальный датчик (рис. 1.20), состоящий из ферритового торроида 1 с обмоткой 2. Торроид имеет зазор шириной L . В зазоре и в прилегающем пространстве происходит концентрация высокочастотного магнитного поля. Напряженность этого поля довольно быстро убывает по мере удаления от зазора. Сам зазор обычно рассматривают как магнитный диполь. Ширина зазора примерно соответствует межзондovому расстоянию.

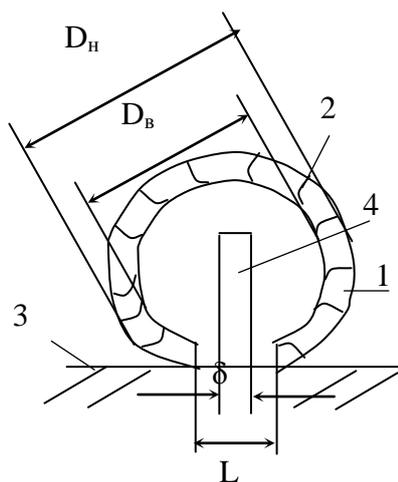


Рис. 1.20. Схема высокочастотного датчика для измерения удельного электрического сопротивления

В зазор помещают пластину 4 из меди, покрытой серебром. Она вытесняет высокочастотное поле из зазора, значительно повышая его концентрацию. Кроме того, присутствие пластинки приводит к ещё большему снижению напряженности поля с расстоянием, т.к. наведенные в ней токи эквивалентны другому магнитному диполю, ориентированному противоположно первоначальному, т.е. ширина суммарного диполя будет значительно меньше, чем в отсутствие пластинки, и в первом приближении её можно отождествить с величиной $\ell = L - \delta$, где δ — толщина проводящей пластинки.

При замыкании зазора поверхностью образца изменяется добротность датчика. Величина изменения добротности ΔQ зависит от удельного электрического сопротивления образца ρ и определяется экспериментальным путем. Для этого пользуются стандартным Q -метром. Образцы для градуировки датчиков представляют собой диски из монокристаллов кремния или германия. Точность описываемого метода в значительной степени зависит от точности градуировки и погрешность измерений составляет около 10%.

1.4. Определение ширины запрещенной зоны полупроводников по температурной зависимости проводимости

Удельная электрическая проводимость полупроводникового материала в области собственной электропроводности определяется соотношением

$$\sigma_i = en_i(\mu_n + \mu_p) = e(N_c N_v)^{1/2} \mu_p (v+1) e^{-\frac{\Delta E}{2kT}}, \quad (1.48)$$

где n_i — концентрация носителей заряда в области собственной электропроводности:

$$n_i = (N_c N_v)^{1/2} e^{-\frac{\Delta E}{2kT}}, \quad (1.49)$$

N_c, N_v — эффективные плотности квантовых состояний в свободной и валентной зонах соответственно; ΔE — ширина запрещенной зоны; k — постоянная Больцмана; T — абсолютная температура; μ_n, μ_p — подвижность электронов и дырок.

Величина $(N_c N_v)^{1/2}$, как известно, пропорциональна $T^{3/2}$. Примем, что подвижности электронов и дырок одинаково зависят от температуры и что каждая из подвижностей в достаточно широком интервале температур может быть представлена степенной функцией температуры

$$\mu_{n,p} = A_{n,p} T^{-\alpha}. \quad (1.50)$$

В действительности температурные зависимости подвижности электронов и дырок отличаются друг от друга, т.е. характеризуются различными значениями α . С учетом (1.50) отношение подвижностей $b = \mu_n / \mu_p$ представляют собой константу, не зависящую от температуры. При сделанных допущениях σ_i может быть записано в виде произведения температурнозависимых сомножителей на некоторую постоянную величину:

$$\sigma_i = c T^{3/2-\alpha} e^{-\frac{\Delta E}{2kT}}. \quad (1.51)$$

Логарифмируя выражение (1.45) и строя график зависимости

$$\ln[\sigma_i T^{\alpha-3/2}] = \left[\ln C - \frac{\Delta E}{2kT} \right] \frac{1}{T}, \quad (1.52)$$

определяем ширину запрещенной зоны ΔE из значения производной функции $\ln[\sigma_i T^{\alpha-3/2}]$ по $1/T$, (рис. 1.20):

$$\frac{d}{d(1/T)} \ln[\sigma_i T^{\alpha-3/2}] = -\frac{\Delta E}{2k}, \quad (1.53)$$

или

$$\Delta E = -2k \frac{\Delta[\ln(\sigma_i T^{\alpha-3/2})]}{\Delta(1/T)}. \quad (1.54)$$

Как следует из (1.54), для определения ΔE необходимо знать значение α . Однако практически в ряде случаев α не сильно отличается от $3/2$, так что множителем $T^{\alpha-3/2}$ можно пренебречь. При использовании графика зависимости $\ln[\sigma_i T^{\alpha-3/2}]$ от $1/T$ (рис. 1.21) необходимо учитывать, что как в области собственной проводимости при высоких температурах, так и в области смешанной электропроводности происходят отклонения функции от линейной зависимости.

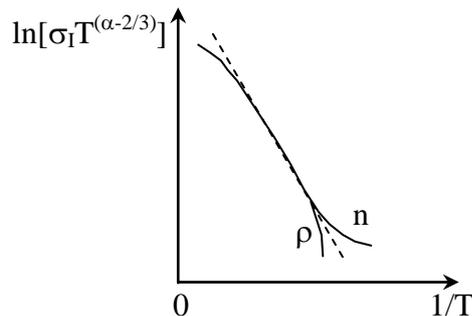


Рис. 1.21. Температурная зависимость электрической проводимости полупроводников

При высоких температурах эти отклонения могут возникнуть в результате влияния эффектов рассеяния более высокого порядка. При переходе от собственной электропроводности к примесной значительные отклонения от линейности наблюдаются в том случае, если примесная электропроводность создается носителями с меньшей подвижностью.

Величина ΔE , вычисленная из (1.54), дает истинное значение ширины запрещенной зоны лишь при $\Delta E = const$. В действительности ΔE сама зависит от температуры, и характер этой зависимости оказывает существенное влияние на результат измерений. Если, например, температурную зависимость можно представить в виде линейной функции $\Delta E = \Delta E_0 - \beta T$, то с помощью описанной методики можно определить величину ΔE_0 , которая характеризует ширину за-

прещенной зоны при $T = 0$. Для определения ΔE при любой температуре необходимо знать значение коэффициента β по другим измерениям. При более сложной, нелинейной зависимости ΔE от температуры график $\ln[\sigma_i T^{\alpha-3/2}]$ от $1/T$ будет значительно отличаться от прямой линии и вычисленное в соответствии с (1.54) значение ΔE не будет представлять истинную ширину запрещенной зоны ни при какой температуре.

1.5. Методы исследования термоЭДС

Существуют два метода измерения термоЭДС S_{AB} — интегральный и дифференциальный. Первый базируется на уравнении

$$\Delta U = U_b - U_a = \int_{T_1}^{T_2} (S_B - S_A) dT, \quad (1.55)$$

второй на его дифференциальной форме

$$\frac{d(\Delta U)}{dT_2} = S_{AB}(T_2) = S_B(T_2) - S_A(T_2). \quad (1.56)$$

Для интегрального метода требуются более простые, чем для дифференциального метода, аппаратура и электронные устройства, поскольку в качестве T_1 можно взять температуру криогенной ванны (жидкого азота или гелия). Тогда один спай оказывается погруженным в криогенную жидкость и отпадает необходимость в измерении его температуры, как в случае дифференциального метода. Но в интегральном методе требуется создание больших градиентов температуры, если, например, измерения проводят в интервале 4,2–80 К или 80–300 К. По этой причине интегральный метод предпочтительнее, когда образцы изготовлены в виде длинных проволок. Поскольку структура проволоки обычно поликристаллическая, в эксперименте измеряется некоторое усредненное значение тензора термоЭДС, за исключением частного случая, когда структура образца кубическая, а тензор термоЭДС выражается через единичный тензор.

Для получения компонентов тензора термоЭДС необходимо использовать монокристаллические образцы. Размеры последних обычно невелики, поэтому интегральный метод оказывается в этом случае мало пригодным. Некоторые материалы, из которых нельзя получить проволоку прессованием или волочением, также лучше исследовать с помощью дифференциального метода.

В процессе всех термоэлектрических измерений необходимо позаботиться об устранении ложных термоЭДС, которые возникают в тех случаях, когда при наличии значительного градиента температуры используются недостаточно

гомогенные подводящие проволоки. Здесь понятие гомогенности, также, как и наличие вакансий и дислокаций, включено в понятие чистоты материала. По мнению многих исследователей, лучшими для этих целей являются проволоки из чистого свинца. Но так как они обладают повышенной хрупкостью, часто вполне удовлетворительными оказываются медные проволоки, которые подсоединяют к исследуемому образцу, находящемуся в криогенной жидкости.

1.5.1. Интегральный метод

В интегральном методе температуру T_1 одного из спаев термопары поддерживают все время постоянной, а разность потенциалов ΔU измеряют в зависимости от температуры T_2 другого спая. Затем дифференцированием определяют значение $S_{AB}(T_2)$. После этого можно вычислить $S_B(T_2)$, если металл A (например, свинец или платина) служит стандартом. Обычно дифференцирование осуществляют либо графически, откладывая величину ΔU против T_2 и измеряя наклон кривой при интересующих значениях температуры T_2 , либо численным методом с помощью вычислительных средств.

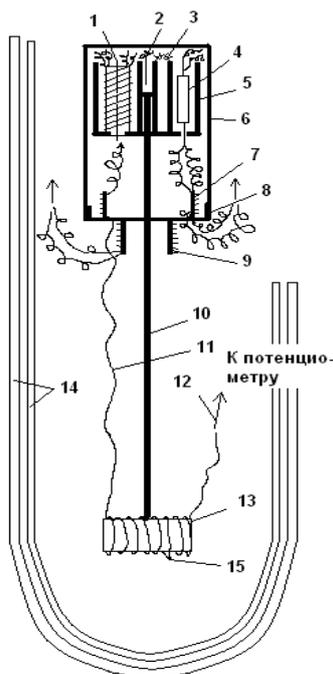


Рис. 1.22. Криостат для измерения термоЭДС интегральным методом:
 1 – элемент сопротивления; 2 – горячий спай термопары; 3 – платиновый термометр сопротивления; 4 – углеродный термометр сопротивления; 5 – медный блок; 6 – покрытый асбестом медный цилиндр; 7 – соединительная стойка; 8 – опорная плита; 9 – нагреватель; 10 – латунный стержень; 11 – исследуемый материал; 12 – свинцовая подводящая проволока; 13 – бакелитовая катушка; 14 – сосуд Дьюара; 15 – холодный спай

В качестве примера установок, находящихся применение для интегрального метода измерений термоЭДС на рис. 1.22 приведен криостат Генри и Шредера. Для измерений в интервале температур от 12 до 300 К применяли платиновый термометр сопротивления, а ниже 12 К — углеродный.

В последние годы для замеров в температурном интервале 1,5–100 К использовали германиевые термометры сопротивления. В медном блоке может быть предусмотрено пространство, куда помещают образцы для измерения сопротивления. Блок окружен медным цилиндром, благодаря чему находится в почти изотермических условиях. Этот цилиндр покрыт асбестом или другим теплоизоляционным материалом для снижения колебаний температуры, возникающих вследствие конвекционных потоков в парах охлаждающей жидкости. Температура этого узла поддерживается на заданном уровне с помощью нагревателя, прикрепленного к основанию медного цилиндра. Хорошие результаты могут быть получены даже тогда, когда в процессе измерений термоЭДС термопары и температуры T_2 горячего спая последняя поддерживается постоянной путем регулирования тока нагревателя вручную. Однако мощность, подводимую к нагревателю, целесообразно контролировать при помощи специальной термопары или чувствительного терморезистора.

Рассмотренная установка позволяет проводить эксперименты в медленном темпе и делать замеры практически одновременно для нескольких различных образцов с помощью внешнего переключателя между образцами.

К преимуществам интегрального метода относятся:

1) простота (нет необходимости в вакуумной системе, за исключением случая, когда температура холодного спая должна быть ниже 4,2 К, то есть необходима откачка паров гелия);

2) широкий интервал температур;

3) хорошая точность (легко осуществимо измерение S с ошибкой $\pm 0,015$ мкВ/К, что в большинстве случаев вполне достаточно).

Недостатком метода является тенденция к «смазыванию» резких изменений измеряемой абсолютной термоЭДС и приходится специально заботиться о получении большого числа экспериментальных точек в области таких особенностей.

В процессе численного дифференцирования все эти точки также должны быть учтены. В рассмотренном выше методе предполагается, что любые ложные термоЭДС, возникающие в термоэлектрической цепи, либо постоянны, либо изменяются так медленно, что их влияние на результаты измерений минимально.

1.5.2. Дифференциальный метод

В дифференциальном методе между двумя спаями термопары создают небольшую разность температур $\Delta T = T_2 - T_1$ и меняют среднюю температуру спаев. В этом случае

$$S_{AB} = \frac{\Delta U}{\Delta T}. \quad (1.57)$$

В данном методе разность температур ΔT необходимо брать достаточно малой для того, чтобы в выбранном температурном интервале величины S_A и S_B не изменялись заметным образом. В то же время значение ΔT не должно быть и слишком малым, чтобы возникающее напряжение можно было измерить с необходимой степенью точности.

Простой криостат, предназначенный для дифференциального метода измерения термоЭДС в таком же широком, как в случае интегрального метода, интервале температур показан на рис. 1.23. ТермоЭДС термопары, составленной из свинца и исследуемого образца, измеряют в тот момент, когда вдоль образца создается небольшой перепад температуры. Свинцовые проволоочки подсоединены к образцу в точках 1 и 2, которые являются также местами касания холодного и горячего спаев измерительной термопары (Au + Fe) — хромель. Эта термопара служит для определения малого температурного перепада ΔT в формуле (1.57). Другая такая же термопара контролирует температуру образца. Ее холодный спай погружен в охлаждающую жидкость, а горячий касается образца в точке 3. Нагреватель, намотанный на внутренний стакан, задает его температуру. Для проведения измерений в области температур ниже 4,2 К внешний стакан убирают, а температуру внутреннего стакана и образца регулируют откачкой паров из криогенной ванны. Для проведения измерений при температурах от 4,2 до 35 К пространство между внутренним и внешним стаканами заполняют газообразным гелием при контролируемом давлении. Этим обеспечивается большой отток тепла к ванне именно в той температурной зоне, где необходимо создать большой тепловой поток для возникновения в кристалле градиента температуры, величина которого достаточна для измерения. Для замеров в области температур более 35 К пространство между стаканами вакуумируют. В процессе эксперимента температуру образца поддерживают постоянной автоматически с помощью электронного регулятора силы тока в нагревателе. Датчиком в этом случае служит термопара, подведенная к образцу в точке 3 (рис. 1.23).

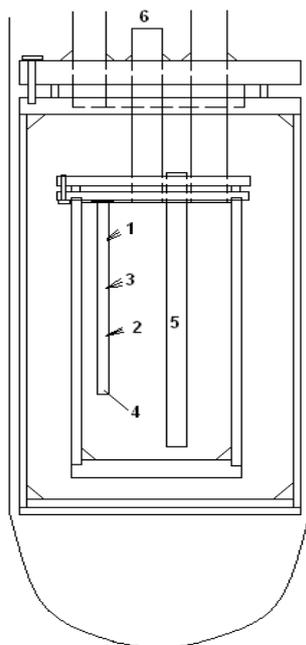


Рис. 1.23. Криостат для измерения термоЭДС дифференциальным методом: 1,2 — соответственно холодный и горячий спаи первой термопары (Au+Fe) — хромель (касаются исследуемого образца точно в том месте, где находятся контакты термопары Pb — образец); 3 — точка касания образца второй термопары (Au+Fe) — хромель; 4 — нагреватель, навитый на образец; 5 — стержень, связывающий все элементы конструкции; 6 — уплотнение из эпоксидной смолы, через которые выведены концы термопары

В установке применены цельные свинцовые проволочки, которые пропущены через трубку, служащую для откачки, а затем выведены из криостата через специальные уплотнения 6 из эпоксидной смолы. Такая конструкция минимизирует ложные ЭДС в термоэлектрической цепи. Подобные предосторожности не нужны для подводов к измерительным термопарам, поскольку их термоЭДС обычно много больше той, которую дает образец. Во всяком случае, влияние ложных ЭДС можно исключить, для ряда значений ΔT от 0 до 0,5 К (вблизи температуры 300 К) или от 0 до 0,1 К (вблизи 4,2 К) построить зависимость $\Delta U = f(\Delta T)$. Наклон получаемой прямой линии характеризует измеряемую дифференциальную термоЭДС образца, а ложные термоЭДС определяют величину отрезка, который эта линия отсекает на оси ΔU .

Контрольные вопросы

1. Назовите единицы измерения удельного электрического сопротивления.
2. Какие методы исследований используют при измерении электропроводности металлов?

3. Какие методы используют при измерении электропроводности полупроводников?
4. Назовите величину, определяющую отношение электрического напряжения к току.
5. Можно ли четырехзондовый метод применить для измерения электропроводности тонких пленок.
6. Каким методом можно измерить электрическое сопротивление полупроводниковых образцов произвольной формы?
7. Какую плотность тока используют при измерении удельного электрического сопротивления в полупроводниках двухзондовым методом?
8. Как повысить чувствительности двухзондового метода измерения электрического сопротивления полупроводников?
9. Назовите недостатки бесконтактных методов измерения электрической проводимости.
10. По какой формуле определяют удельное электрическое сопротивление полупроводников при использовании четырехзондового метода измерения?
11. По какой формуле определяют удельное электрическое сопротивление полупроводниковых тонких пленок при использовании четырехзондового метода измерения?
12. По какой формуле определяют удельное электрическое сопротивление полупроводников при использовании двухзондового метода измерения?
13. На каком расстоянии от границы образца можно использовать четырехзондовый метод измерения удельной электрической проводимости?
14. Назовите основные методы измерения термоЭДС.
15. Назовите основные методы определения типа (знака) носителей заряда в полупроводниках.
16. Какие параметры металлов можно определить по температурной зависимости электропроводности?
17. Какие параметры полупроводников можно определить по температурной зависимости электропроводности?
18. По какой формуле можно рассчитать ширину запрещенной зоны по температурной зависимости проводимости?

2. МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ ЭФФЕКТА ХОЛЛА

2.1. Эффект Холла и сопутствующие ему явления

Эффект Холла представляет собой один из гальваномагнитных эффектов, наблюдающихся в веществе при совместном действии электрического и магнитного полей. Простейшее описание эффекта Холла можно получить при рассмотрении движения заряженной частицы в магнитном поле под действием силы

$$F = e [\vec{v}\vec{B}]. \quad (2.1)$$

Пусть на полупроводник в виде тонкой пластины, по которой в направлении x протекает электрический ток плотностью j , вдоль оси z воздействует магнитное поле с индукцией B . Скорость дрейфа носителей заряда в электрическом поле равна $v = j/ne$. При этом поперечная сила, действующая на электрон в направлении y , равна jB/n и в стационарных условиях, т.е. в отсутствие электрического тока по направлению y , компенсирующее электрическое поле в этом направлении определяют из условия

$$-eEy = +jB/n. \quad (2.2)$$

Возникающее в направлении y ЭДС электрического поля и представляет собой эффект Холла, который в общем случае определяется равенством

$$E_y = RjB, \quad (2.3)$$

где R — коэффициент Холла.

Из сравнения выражений (2.2) и (2.3) следует, что для полупроводника n -типа коэффициент Холла R определяется величиной концентрации носителей заряда n и имеет отрицательное значение

$$R = -\frac{1}{en}. \quad (2.4)$$

Для полупроводника p -типа R положительно

$$R = +\frac{1}{ep}. \quad (2.5)$$

Формулы (2.4) и (2.5), полученные на основе простейшей физической модели не вполне верны. При более строгом анализе эффекта Холла на основе ки-

нетического уравнения Больцмана с учетом статистического распределения носителей заряда по энергиям и с учетом зависимости времени релаксации от энергии в выражение для коэффициента Холла вводят численный множитель r , называемый холл-фактором.

Множитель r изменяется в пределах от 1 до 2 в зависимости от преобладающего механизма рассеяния, от степени вырождения носителей заряда, а также от величины магнитного поля. В слабых магнитных полях, если основным механизмом рассеяния носителей заряда являются тепловые колебания решетки, $r = 3\pi^8$; при рассеянии на ионах примеси $r = 315\pi/512 = 1,93$; в вырожденных полупроводниках и металлах $r = 1$. В сильных магнитных полях $r = 1$ независимо от механизма рассеяния. Если полупроводник имеет смешанную электропроводность, то в слабом магнитном поле коэффициент Холла

$$R = \frac{r(p - n\beta^2)}{e(p + n\beta)^2} = \frac{r}{e} \cdot \frac{\mu_p^2 p - \mu_n^2 n}{(\mu_p p + \mu_n n)^2}. \quad (2.6)$$

В случае собственного полупроводника $n = p = n_i$ и

$$R = \frac{r}{en_i} \frac{1 - \beta}{1 + \beta} = \frac{r}{en_i} \cdot \frac{\mu_p - \mu_n}{\mu_p + \mu_n}. \quad (2.7)$$

Так как обычно $\beta > 0$, в собственном полупроводнике $R < 0$. Полагая в (2.6) $n \gg p$, получим для полупроводника n-типа

$$R = -\frac{r}{en}, \quad (2.8)$$

что с точностью до холл-фактора r совпадает с (2.4). При условии в (2.6) $p \gg n$ получим коэффициент Холла для полупроводника p-типа

$$R = \frac{r}{ep}. \quad (2.9)$$

В сильном магнитном поле для полупроводника при наличии электронов и дырок коэффициент Холла выражается соотношением:

$$R = \frac{1}{e} \cdot \frac{p - \beta^2 n + \beta^2 \mu_p^2 B^2 (p - n)}{(p + \beta n)^2 + \beta^2 \mu_p^2 B^2 (p - n)}. \quad (2.10)$$

При больших значениях в коэффициент Холла стремится к

$$R = \frac{1}{e(p - n)}. \quad (2.11)$$

Поскольку значение коэффициента Холла определяется такими параметрами полупроводникового материала, как концентрация и подвижность носителей заряда, эффект Холла является эффективным методом определения этих параметров.

Прежде чем описывать методы измерения эффекта Холла и способы определения параметров по этим измерениям, отметим ряд физических явлений, которые возникают совместно с эффектом Холла и вносят систематические ошибки при его измерении. К этим явлениям относятся: эффект Эттингсгаузена, поперечный эффект Нернста и эффект Риги — Ледюка.

Эффект Эттингсгаузена возникает на помещенном в магнитном поле B образце, по которому в направлении, перпендикулярном B , протекает ток, и состоит в проявлении градиента температуры в направлении, перпендикулярном магнитному полю и току. Если, как и в случае эффекта Холла, вектор магнитной индукции направлен вдоль оси z , а электрический ток по оси x , то вдоль оси y возникает градиент температуры, пропорциональный магнитной индукции и электрическому току

$$\frac{\partial T}{\partial y} = -K_3 B j, \quad (2.12)$$

здесь K_3 — коэффициент Эттингсгаузена.

Физический эффект Эттингсгаузена обусловлен тем, что магнитное поле действует на «горячие» носители заряда с большей силой, чем на «холодные». Поэтому происходит пространственное разделение носителей по скорости. В результате обмена энергией носителей заряда с кристаллической решеткой возникает градиент температуры. Знак эффекта Эттингсгаузена не зависит от типа носителей заряда. Возникающая вследствие эффекта Эттингсгаузена термоЭДС суммируется с холловским напряжением и не может быть отделена от него при изменении направления тока или магнитного поля.

Эффект Нернста аналогичен тепловому эффекту Холла. Если образец, по которому в направлении x проходит тепловой поток, поместить в магнитное поле B , направленное по оси z , то в направлении оси y возникает ЭДС. Эффект состоит в том, что при наличии градиента температуры потоку тепла соответствует преимущественное движение быстрых носителей заряда от горячего конца к холодному. Отклонение носителей заряда магнитным полем пропорционально их скорости. Поэтому в направлении y возникает поперечная ЭДС и попе-

речный градиент температуры. Возникшая поперечная ЭДС пропорциональна градиенту температуры и магнитной индукции

$$E_y = -K_n B \frac{\partial T}{\partial x}, \quad (2.13)$$

где K_n — коэффициент пропорциональности, называемый коэффициентом Нернста.

Поперечный градиент температуры $\partial T / \partial y$, так же, как и поперечная ЭДС, пропорционален $\partial T / \partial x$ и B

$$\frac{\partial T}{\partial y} = K_p B \frac{\partial T}{\partial x}, \quad (2.14)$$

где K_p — коэффициент Риги — Ледюка.

Таким образом, ЭДС эффекта Нернста и термоЭДС под влиянием эффекта Риги — Ледюка возникают в том же направлении, что и эффект Холла, и складываются с ним. Градиент температуры $\partial T / \partial x$, обуславливающий возникновение этих эффектов, как правило, существует на образце при проведении холловских измерений в результате протекания тока через контакты к образцу и выделения на них некоторого количества тепла. Знак градиента температуры, обусловленный эффектом Пельтье или нелинейностью вольтамперных характеристик токовых контактов, зависит от направления тока через образец. Значит, знаки эффектов Нернста и Риги — Ледюка зависят от направления протекающего через образец тока.

Другой причиной существования градиента температуры $\partial T / \partial x$ может быть неравномерный нагрев образца при проведении температурных измерений или неоднородности образца. Относительная оценка величины этих эффектов показывает, что наиболее важным является эффект Эттингсгаузена, который для полупроводников может достигать 70 % от ЭДС Холла. Другие эффекты менее существенны, и играют более важную роль в металлах.

2.2. Основные методы измерения эффекта Холла

Для измерения эффекта Холла применяются образцы самой различной формы (рис. 2.1). Для прямоугольного образца, который применяют чаще всего, с размерами a , b и d (соответственно по направлениям x , y и z) соотношение (2.3), выраженное через холловскую разность потенциалов $U_x = E_x B$ и ток $I = j B d$ через образец, приобретает вид

$$U_x = RIB/d. \quad (2.15)$$

Если при измерении входящих в формулу (2.15) величин использовать единицы измерения СИ (вольт, ампер, метр и тесла), то коэффициент Холла будет иметь размерность $\text{м}^3/\text{Кл}$.

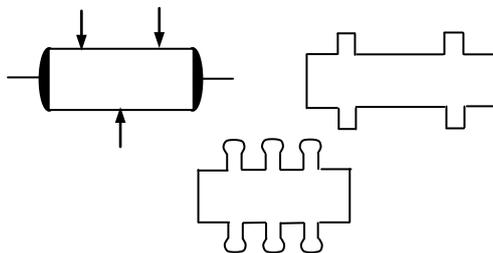


Рис. 2.1. Форма образцов, применяемых для измерения эффекта Холла

Таким образом, для определения коэффициента Холла R необходимо измерить четыре величины: холловскую разность потенциалов, ток, протекающий через образец, магнитную индукцию и геометрический размер образца d в направлении магнитного поля. Отношение длины образца a к его ширине b может оказывать существенное влияние на величину U_x . Но если образец достаточно длинный, т.е. $a/b \gg 1$, можно считать, что токовые контакты не влияют на результаты измерений.

Согласно выражению (2.15) холловскую разность потенциалов U_x можно измерить, по крайней мере, четырьмя различными способами, используя постоянный и переменный ток, а также постоянное и переменное магнитное поле.

2.2.1. Метод постоянного магнитного поля и постоянного тока

Этот метод измерения эффекта Холла является самым простым и наиболее распространенным. От источника тока ИТ (рис. 2.2) через образец прямоугольной формы пропускают постоянный ток. Образец помещают между полюсами постоянного магнита или электромагнита, создающего в рабочем зазоре магнитную индукцию до 1 Тл.

Изменение величины магнитной индукции в рабочем зазоре магнита осуществляют, изменяя величину тока электромагнита. Желательно, чтобы источник тока ИТ имел высокое выходное сопротивление и протекающий через образец ток не изменялся за счет эффекта магнитосопротивления при включении магнитного поля. Протекающий через образец ток измеряют по падению напряжения на эталонном сопротивлении, включенном последовательно с образцом.

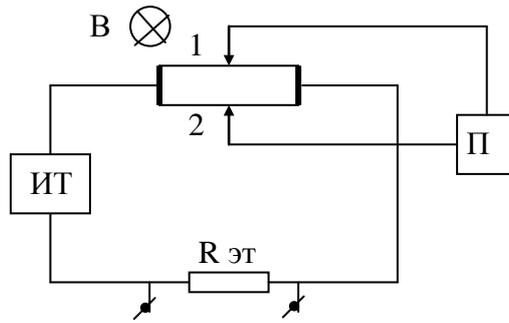


Рис. 2.2. Схема для измерения эффекта Холла на постоянном токе в постоянном магнитном поле

Измерение ЭДС Холла производят на прижимных контактах или точечных зондах, установленных на соответствующих гранях образца. Для большей надежности используют паяные или сварные контакты. Однако в этом случае электроды, имея достаточно большую площадь, могут значительно искажать токораспределение в образце, что особенно существенно для образцов с высоким сопротивлением. Чтобы исключить влияние контактных сопротивлений на результаты измерений, необходимо использовать компенсационный метод измерения ЭДС Холла.

При измерении эффекта Холла напряжение на холловских электродах состоит как минимум из четырех составляющих: ЭДС Холла U_x , термоЭДС эффекта Эттингсгаузена U_ε , ЭДС поперечного эффекта Нернста U_n и термоЭДС эффекта Риги — Ледюка U_p . Существует ещё один «эффект», который также влияет на величину ЭДС холловских электродов, U_o — напряжение, возникающее за счет неточного расположения холловских электродов на одной эквипотенциали образца. Эта разность потенциалов холловских зондов U_o равна падению напряжения на образце между этими точками под влиянием тока, протекающего через образец. Следовательно, в общем случае напряжение на холловских электродах равно сумме пяти составляющих. Предполагая, что продольный градиент температуры $\partial T/\partial x$ вызван неравномерным нагревом образца за счет внешнего нагревателя и, следовательно, не зависит от направления тока через образец, можно записать систему уравнений для напряжения на холловских электродах, которая соответствует всем возможным сочетаниям направлений тока и магнитного поля

$$\left. \begin{array}{l} \text{при } +J, +B \quad U_1 = U_x + U_\varepsilon + U_n + U_p + U_o \\ \text{при } -J, +B \quad U_2 = -U_x - U_\varepsilon + U_n + U_p - U_o \\ \text{при } -J, -B \quad U_3 = U_x + U_\varepsilon - U_n - U_p - U_o \\ \text{при } +J, -B \quad U_4 = -U_x - U_\varepsilon - U_n - U_p + U_o \end{array} \right\} \quad (2.16)$$

Проводя простые преобразования, получим

$$U_x + U_{\text{Э}} = \frac{U_1 - U_2 + U_3 - U_4}{4}, \quad (2.17)$$

т.е. выполняя четыре измерения при различных направлениях магнитного поля и электрического тока через образец, из результатов измерений можно исключить все эффекты, кроме эффекта Эттингсгаузена. Необходимость четырех измерений, требующих большого времени, является существенным недостатком этой методики измерения эффекта Холла. Если же знак продольного градиента температуры $\partial T/\partial x$ зависит от направления тока через образец, то проведение четырех измерений позволяет исключить только неэквипотенциальность холловских электродов. Однако теоретическую возможность избавиться от влияния неэквипотенциальности холловских электродов практически не всегда можно реализовать, особенно для высокоомных образцов. Чтобы пропустить через высокоомный образец достаточно большой ток, увеличивают приложенное к образцу напряжение, а это приводит к увеличению разности потенциалов на холловских электродах. Если же эта разность потенциалов значительно превосходит холловскую разность потенциалов, точность измерения U_x может снизиться настолько, что сделает невозможным холловские измерения. Поэтому стремятся не только уменьшить неэквипотенциальность холловских электродов за счет точной установки, но и используют другие способы, позволяющие избавиться от влияния U_0 на результаты измерений.

Таким образом, напряжение на холловских зондах, определяемое (2.15), складывается из ЭДС Холла и сопутствующих ему явлений. Поэтому для определения ЭДС Холла при использовании постоянного тока необходимо проводить четыре измерения: для двух направлений тока и двух направлений магнитного поля.

2.2.2. Метод переменного тока или переменного магнитного поля

Способ четырех отсчетов, устраняющий влияние побочных эффектов и помех, эффективен при измерении на постоянном токе в постоянном магнитном поле, но неприменим при измерениях переменной ЭДС Холла. При измерении переменной ЭДС Холла используют следующий способ. Для этого рассмотрим связь холловской ЭДС с напряжением, возникающим на холловских зондах. Пусть переменное напряжение на холловских зондах в отсутствие магнитного поля равно U_1 . Оно складывается из напряжения неэквипотенциальности холловских электродов и некоторого напряжения помех, причем оба напряжения находятся в произвольном соотношении с ЭДС Холла.

Переменное напряжение на холловских зондах U_1 можно представить в виде двух составляющих, сдвинутых по фазе на 90° . Активная составляющая U_{1a} этого напряжения совпадает по фазе с ЭДС Холла. Реактивная составляющая

щая U_{1p} сдвинута на 90° (рис. 2.3). При включении постоянного магнитного поля активная составляющая увеличивается на ЭДС Холла U_x и равна $U_{2a} = U_{1x} + U_x$; реактивная составляющая не изменяется.

Измерительный прибор регистрирует напряжение U_2 . Если изменить направление магнитного поля на обратное, то активная составляющая напряжения станет $U_{3a} = U_{1a} - U_x$. На основании рис. 2.3 составим систему уравнений

$$\left. \begin{aligned} U_{1a}^2 + U_{1p}^2 &= U_1^2 \\ \left((U_{1a} + U_x)^2 + U_{1p}^2 \right) &= U_2^2 \\ \left((U_{1a} - U_x)^2 + U_{1p}^2 \right) &= U_3^2 \end{aligned} \right\}, \quad (2.18)$$

откуда

$$U_x = \sqrt{\frac{1}{2}(U_2^2 + U_3^2 - 2U_1^2)}. \quad (2.19)$$

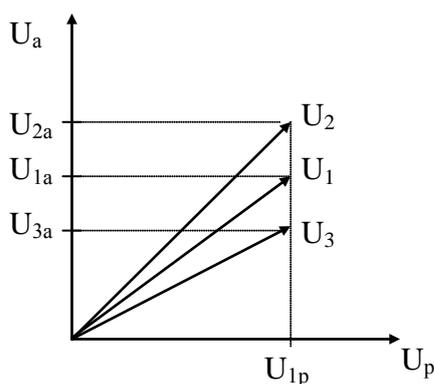


Рис. 2.3. Векторная диаграмма напряжений на холловских электродах

Таким образом, для определения холловской ЭДС необходимо измерить три напряжения на холловских зондах, отличающихся значением магнитной индукции B : U_1 — при $B = 0$; U_2 — при $B = const$ и U_3 — при $B = -const$.

Метод позволяет определить холловскую ЭДС и в том случае, когда измеряемые напряжения значительно превосходят U_x , но при этом падает точность измерений. Используя этот метод, необходимо учитывать, что вследствие шунтирующего действия распределенных емкостей схемы возникают погрешности при измерении тока образца, которые возрастают с увеличением частоты и определяют предельную частоту тока.

Способ трех отсчетов, аналогичный описанному, применим и тогда, когда переменная ЭДС Холла возникает при использовании переменного магнитного поля и постоянного тока. Формула (2.19) остается справедливой и в этом слу-

чае, только напряжения измеряются при иных условиях: U_1 — при $I = 0$; U_2 — при $I = const$; U_3 — при $I = -const$.

Основную трудность при измерении эффекта Холла с использованием переменного тока в постоянном магнитном поле или постоянного тока в переменном магнитном поле создают электромагнитные наводки, которые обуславливают возникновение на холловских электродах некоторой ЭДС, имеющей произвольную фазу по отношению к ЭДС Холла и сравнимую с ней по величине. Для её устранения применяют специальную электрическую и магнитную экранировку элементов измерительной схемы, а при измерениях применяют амплитудно-фазовую компенсацию наводок. В результате такие схемы оказываются сложными и неудобными в работе.

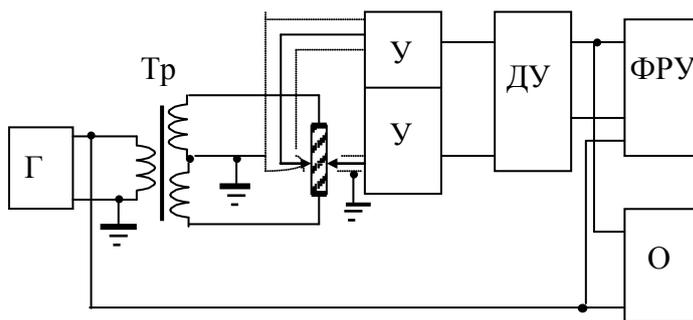


Рис. 2.4. Схема измерения эффекта Холла на переменном токе в постоянном магнитном поле

Типичная схема измерения эффекта Холла на переменном электрическом токе показана на рис. 2.4. Напряжение низкой частоты от генератора переменного тока Γ через трансформатор Тр с заземленной средней точкой вторичной обмотки подается на образец. ЭДС, возникающее на холловских зондах, с помощью кабеля с двойным экраном усиливается двумя идентичными усилителями $У$ с высоким входным сопротивлением и малой емкостью. Затем оба сигнала поступают на вход дифференциального усилителя ДУ и далее на фазочувствительный резонансный усилитель ФРУ , с помощью которого производится сравнение амплитуд и фаз холловского сигнала и напряжения, поданного на токовые контакты образца. Фазовое соотношение между этими напряжениями характеризует знак основных носителей заряда в образце.

2.2.3. Метод переменного тока и переменного магнитного поля

Пусть магнитный поток и электрический ток в образце изменяются в соответствии с функциями:

$$B = B_0 \cos(\omega_1 t + \delta_1) \quad (2.20)$$

и

$$I = I_0 \cos(\omega_2 t + \delta_2), \quad (2.21)$$

причем $\omega_2 > \omega_1$. В этом случае ЭДС Холла

$$U_x = R \frac{IB}{d} = R \frac{I_0 B_0}{d} \cos(\omega_1 t + \delta_1) \cdot \cos(\omega_2 t + \delta_2) = \frac{I_0 B_0}{2d} \times \\ \times \{ \cos [(\omega_2 - \omega_1)t + (\delta_2 - \delta_1)] + \cos [(\omega_2 + \omega_1)t + (\delta_2 + \delta_1)] \}$$

и может быть измерена при суммарной или разностной частоте

$$U_x [(\omega_2 + \omega_1)t] = R \frac{I_0 B_0}{2d} \cos [(\omega_2 + \omega_1)t + (\delta_2 + \delta_1)], \quad (2.22)$$

$$U_x [(\omega_2 - \omega_1)t] = R \frac{I_0 B_0}{2d} \cos [(\omega_2 - \omega_1)t + (\delta_2 - \delta_1)]. \quad (2.23)$$

При измерении среднеквадратичного значения ЭДС Холла I_0 — среднеквадратичное значение тока, а B_0 — амплитудное значение магнитной индукции. В частном случае, когда $\omega_1 = \omega_2 = \omega$, ЭДС Холла складывается из постоянной составляющей ЭДС и переменной составляющей удвоенной частоты

$$U_x = \frac{RI_0 B_0}{2d} \cos(\delta_2 - \delta_1) + \frac{RI_0 B_0}{2d} \cos[2\omega t + (\delta_2 + \delta_1)]. \quad (2.24)$$

Если проводить измерения постоянной составляющей ЭДС или переменной составляющей удвоенной частоты, то измеренная разность потенциалов будет суммой ЭДС Холла и ЭДС, возникающей за счет эффекта Эттингсгаузена. Остальные эффекты не будут оказывать влияния, так как будут создавать ЭДС на частоте ω . Влияние эффекта Эттингсгаузена устраняется, если частота протекающего через образец тока велика.

Таким образом, для определения ЭДС Холла этим методом достаточно одного измерения. Несмотря на существенные преимущества метод измерения

эффекта Холла при $\omega_1 = \omega_2$ по сравнению с методом измерения при постоянном токе в постоянном магнитном поле не нашел широкого распространения.

Схема одного из вариантов измерительной установки данного метода представлена на рис. 2.5. Схема имеет следующие основные элементы: источник тока ИТ — низкочастотный генератор переменного тока с частотой ω_2 и низкоомным симметричным выходом, измеритель тока образца А, включенный в середину выходной обмотки трансформатора источника тока; избирательный усилитель У с узкой полосой пропускания (0,1 Гц), вольтметр V для измерения ЭДС Холла, смеситель СМ, осциллограф О.

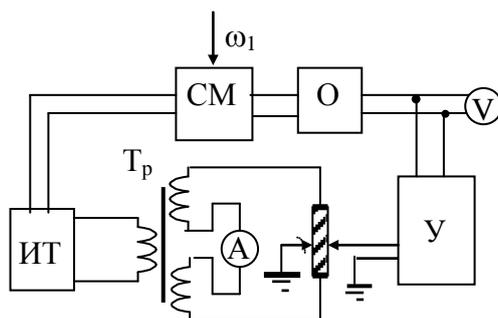


Рис. 2.5. Схема измерения эффекта Холла на переменном токе в переменном магнитном поле

Для создания магнитного поля, в которое помещают образец, обычно используют электромагнит, питаемый от промышленной сети переменного тока или соленоид с концентраторами. Источник магнитного поля на схеме не показан.

Измерительная схема работает следующим образом. Переменное напряжение частотой ω_2 от источника тока ИТ через трансформатор T_p подается на образец. ЭДС, возникающая на холловских зондах образца, один из которых заземлен, усиливается усилителем У, настроенным на разностную частоту $\omega_2 - \omega_1$, равную разности частоты тока через образец и частоты изменения магнитного поля. Напряжение, возникающее на холловских электродах образца за счет протекания через образец тока и соответствующее неэквивалентности холловских электродов, имеет частоту тока ω_2 и потому не регистрируется усилителем. Высокое входное сопротивление усилителя (10^{10} Ом) достигается благодаря использованию электрометрического входного каскада усилителя и максимального уменьшения паразитных емкостей. Узкая полоса пропускания снижает, кроме того, уровень шумов усилителя. Величина ЭДС Холла измеряется вольтметром V на выходе усилителя.

Одновременно напряжение частотой ω_2 от источника тока подается на смеситель СМ, который создает напряжение частотой $(\omega_2 - \omega_1)$ со стандартной фазой. Это напряжение подается на вход осциллографа О. На другой вход осциллографа подается напряжение от усилителя У. Возникающая на экране осциллографа картина Лиссажу позволяет сравнивать фазы напряжений и, следо-

вательно, определять знак ЭДС Холла, а также тип электропроводности кристаллического образца.

По сравнению с другими методами измерения эффекта Холла данный метод имеет существенные преимущества. Благодаря тому, что ЭДС Холла измеряют с помощью избирательного усилителя при разностной или суммарной частоте, исключаются все побочные ЭДС, вызываемые сопутствующими явлениями, несимметрией зондов, наводками от магнитного поля, и повышается чувствительность схемы. По сравнению с методом измерения при постоянном токе в постоянном магнитном поле рассмотренный метод при использовании даже слабых магнитных полей превосходит его по чувствительности во много раз.

2.3. Определение параметров по измерениям тока Холла

Одновременные измерения удельной электрической проводимости и коэффициента Холла широко применяют при изучении процессов рассеяния носителей заряда, а также при определении энергии ионизации и концентрации локальных энергетических уровней в полупроводниках.

Измерение тока Холла вместо общепринятого измерения ЭДС Холла нередко более удобно и имеет определенные преимущества. Экспериментально полученные значения удельной проводимости и ЭДС Холла в общем случае обусловлены движением носителей заряда как в объеме, так и в приповерхностных областях образца, где концентрация и подвижность носителей заряда отличаются от объемных. Поэтому возникает необходимость исключить одно из этих явлений или разделить их с целью изучения каждого в отдельности.

Обычно при измерении эффекта Холла и удельной проводимости используют толстые образцы, у которых влияние поверхностных явлений на результаты измерений оказывается пренебрежимо малым. Чем выше поверхностная проводимость и чем ниже объемная, тем толще должен быть образец. При недостаточной толщине образца необходимо учитывать неоднородность его свойств по толщине и проявлять значительную осторожность при использовании теоретических соотношений, пригодных лишь для образца с однородными свойствами. Особенность измерения эффекта Холла по току заключается в том, что поверхностная и объемная составляющие тока в суммарном токе Холла складываются аддитивно. Это позволяет исследовать их отдельно, используя эффект поля как средство управления поверхностной проводимостью образца. Разделить объемную и поверхностную составляющую тока Холла можно, если одновременно провести измерения тока Холла и поверхностной проводимости в зависимости от внешнего приложенного напряжения при эффекте поля.

Рассмотрим схему, представленную на рис. 2.6. Основная особенность образца для измерения тока Холла заключается в том, что один из токовых контактов выполняют в виде двух равных половинок 2 и 3, разделенных узким зазором. В отсутствие магнитного поля через образец протекает ток от источника

питания ИТ. Если $R_1 = R_2$, контакты 2 и 3 эквипотенциальны и ток через гальванометр G отсутствует. При наличии тока через гальванометр переменные сопротивления R_1 и R_2 позволяют довести его до нулевого значения. Чтобы весь ток Холла протекал через гальванометр и измерялся им, электрическое сопротивление гальванометра должно быть много меньше, чем сопротивление R_1 и R_2 . При соблюдении этих требований, если включить магнитное поле, гальванометр покажет ток, равный $0,5I_y$. Такой же по величине ток потечет вдоль контакта 1.

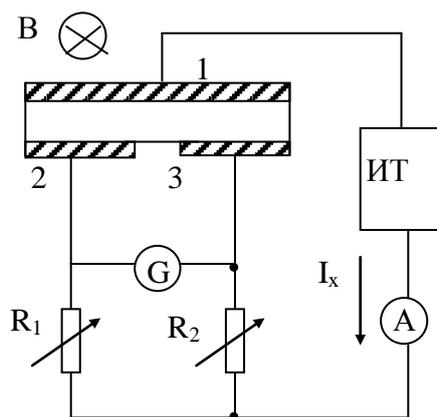


Рис. 2.6. Схема для измерения тока Холла

На образцах с низким удельным сопротивлением выполнить первое из указанных условий затруднительно, а иногда практически невозможно. Поэтому при измерениях на низкоомных образцах в измерительную схему дополнительно включают гальванометр с источником питания. При включенном магнитном поле ток гальванометра G доводится до нулевого значения за счет увеличения тока в цепи дополнительного гальванометра. При нулевом токе гальванометра G контакты 1 и 2 образца эквипотенциальны, а через дополнительный гальванометр протекает ток $0,5I_y$.

Используя специальную форму контакта — охранный кольцо (рис. 2.7), можно не измерять ток Холла, текущий в поверхностном слое, а производить измерение только объемной составляющей тока Холла. Условием точных измерений является эквипотенциальность контактов 2, 3 и охранный кольцо. Выполнение этого требования обеспечивается, если сопротивление прибора A_2 много меньше сопротивления между охранным кольцом и контактами 2 и 3. При этом расстояние между контактами и охранным кольцом, так же как расстояние между контактами 2 и 3 должно быть достаточно малым (много меньше размеров a и b), чтобы электрическое поле в образце можно было считать однородным.

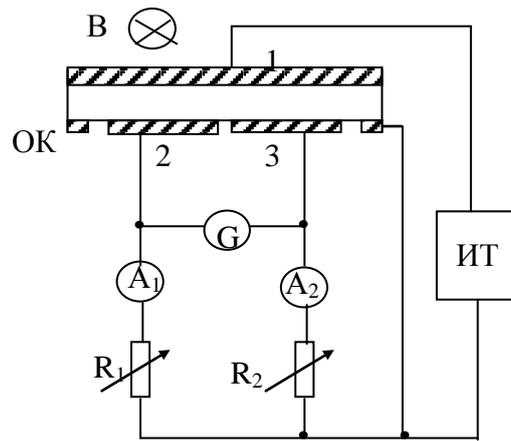


Рис. 2.7. Схема для измерения объемной составляющей тока Холла

Измерение эффекта Холла (тока Холла) по сравнению с измерением ЭДС Холла имеет преимущества при использовании высокоомных образцов, т.к. не требует высокоомной измерительной схемы. Основное ограничение метода связано с необходимостью использования омических контактов.

2.4. Определение параметров полупроводников из измерений эффекта Холла

2.4.1. Определение концентрации донорных и акцепторных примесей по измерению эффекта Холла

На практике концентрацию доноров и акцепторов по измерениям эффекта Холла определяют следующим образом. В области комнатных температур все примеси в широкозонных полупроводниках, создающие мелкие уровни, полностью ионизированы. В примесном полупроводнике (возьмем для определенности полупроводник электронной проводимости) концентрация электронов определяется соотношением

$$n = N_d - N_a, \quad (2.25)$$

где N_d и N_a — концентрация донорных и акцепторных уровней.

Образец называется компенсированным, если концентрации доноров и акцепторов приблизительно равны. Фактор компенсации K определим из соотношения (в полупроводнике n-типа)

$$K = N_a/N_d. \quad (2.26)$$

Компенсация связана с недостаточной очисткой исходных материалов. Компенсированные полупроводники имеют худшие свойства при использовании их в полупроводниковых приборах. Поэтому раздельное определение до-

норов и акцепторов и нахождение фактора компенсации представляет важную задачу.

В области низких температур не все доноры в полупроводнике ионизированы. Пусть n_d — количество неионизированных доноров. Тогда $N_d - n_d$ — количество ионизированных доноров. Предположим, что концентрация $N_d > N_a$. Тогда, очевидно, все акцепторы ионизированы, т.е. имеют отрицательный заряд.

Условия электронейтральности в этом случае

$$n + N_a = N_d - n_d, \quad (2.27)$$

где n — концентрация электронов. Отсюда концентрация электронов на донорах

$$n_d = N_d - N_a - n. \quad (2.28)$$

Кроме того, при термодинамическом равновесии количество переходов с донорных уровней в зону проводимости равняется количеству обратных переходов из зоны проводимости на донорные уровни. Если C_n — вероятность захвата электрона, а $C_n \cdot n_1$ — вероятность теплового выброса, то величина $u = C_n \cdot n \cdot (N_d - n_d)$ характеризует суммарную скорость захвата электронов на заряженные донорные уровни, а величина $C_n \cdot n_d \cdot n_1$ — суммарную скорость тепловых переходов в зону проводимости. Величина n_1 определяется соотношением

$n_1 = N_c \exp\left(-\frac{E_d}{kT}\right)$. Приравнивая скорость захвата и выброса

$$C_n n(N_d - n_d) = C_n n_d n_1$$

получим

$$n_d = \frac{n}{n + n_1} N_d. \quad (2.29)$$

Подставляя n_d в (2.28), получим

$$\frac{n}{n + n_1} N_d = N_d - N_a - n$$

или

$$\frac{nN_d}{N_d - N_a - n} = n + n_1;$$

$$\frac{nN_d}{N_d - N_a - n} - n = n_1;$$

$$\frac{nN_d - nN_d + N_a n + n^2}{N_d - N_a - n} = N_c \exp\left(-\frac{E_d}{kT}\right);$$

$$\frac{n(N_a + n)}{N_d - N_a - n} = N_c \exp\left(-\frac{E_d}{kT}\right). \quad (2.30)$$

При низких температурах концентрация электронов уменьшается, и мы можем в знаменателе выражения (2.30) пренебречь величиной n по сравнению с N_d , тогда

$$n = \frac{N_d - N_a}{N_a - n} N_c \exp\left(-\frac{E_d}{kT}\right). \quad (2.31)$$

Рассмотрим два случая:

1) полупроводник некомпенсированный $N_a \ll n$:

$$n = \frac{N_d}{n} N_c \exp\left(-\frac{E_d}{kT}\right), \quad (2.32)$$

т.е.

$$n^2 = N_d N_c \exp\left(-\frac{E_d}{kT}\right),$$

откуда получаем

$$n = \sqrt{N_d N_c} \exp\left(-\frac{E_d}{2kT}\right). \quad (2.33)$$

2) Полупроводник компенсированный $N_a \gg n$:

$$n = \frac{N_d - N_a}{N_a} N_c \exp\left(-\frac{E_d}{kT}\right). \quad (2.34)$$

При учете факторов вырождения примесных уровней β соотношения (2.33) и (2.34) принимают вид

$$\begin{cases} n = \sqrt{\beta N_d N_c} \exp\left(-\frac{E_d}{2kT}\right) \\ n = \beta \frac{N_d - N_a}{N_a} N_c \exp\left(-\frac{E_d}{kT}\right) \end{cases} \quad (2.35)$$

Таким образом, для некомпенсированного полупроводника наклон кривой $\ln(n) = f(1/T)$ равен $E_d/2k$. Для компенсированного полупроводника в области низких температур наклон равен E_d/k (рис. 2.8).

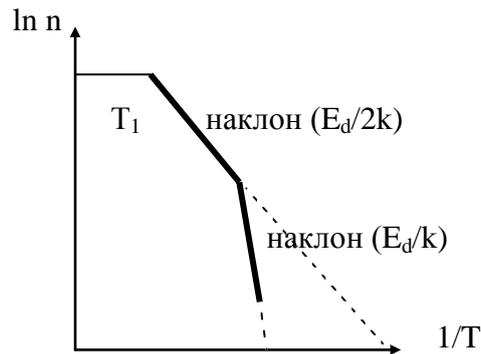


Рис. 2.8. Температурная зависимость концентрации носителей заряда в полупроводнике n-типа при низких температурах

Учитывая, что при высоких температурах T_1 в области истощения примесей $n(T_1) = N_d - N_a$, концентрации акцепторов и доноров могут быть найдены по формулам

$$N_a = \frac{n(T_1)}{n(T)} N_c \exp\left(-\frac{E_d}{kT}\right), \quad (2.36)$$

и $N_d = n(T_1) + N_a$

где $n(T)$ — концентрация электронов, определяемая по измерению эффекта Холла в области низких температур, там, где она изменяется по закону (2.34) с наклоном $\Delta E_d/k$.

Данный метод широко применяется для определения концентрации доноров и акцепторов в германии и кремнии. Однако его следует применять с осторожностью, лишь убедившись, что соответствующие условия эксперимента выполняются, а исследуемые образцы имели однородную изотропную кристаллическую структуру.

2.4.2. Определение концентрации доноров и акцепторов по температурной зависимости подвижности

Известно, что температурная зависимость подвижности свободных носителей заряда в легированных полупроводниках имеет вид кривой с максимумом. Это объясняется тем, что подвижность носителей заряда обусловлена их рассеянием на акустических колебаниях кристаллической решетки и на ионах примеси, а влиянием других возможных механизмов рассеяния можно пренебречь. В диапазоне высоких температур, где преобладает рассеяние на колебаниях кристаллической решетки, подвижность носителей заряда уменьшается с увеличением температуры по степенному закону $T^{-3/2}$. В диапазоне более низких температур, где преобладает рассеяние на ионах примеси, подвижность растет с увеличением температуры. Максимальные значения подвижности достигаются в диапазоне температур, в котором происходит переход от одного преобладающего механизма рассеяния к другому. Относительное влияние рассеяния на ионах примеси тем сильнее, чем выше их концентрация, и, следовательно, тем выше температура, при которой достигается максимальное значение подвижности. Иными словами, температура T_m , соответствующая максимуму подвижности, является функцией концентрации ионов примеси $T_m = f(N_i)$ и может быть использована для её нахождения.

Если полупроводник содержит донорную и акцепторную примеси, то при условии полной ионизации примесей концентрация ионов

$$N_i = N_d + N_a \quad (2.37)$$

или

$$N_i = n + 2N_a, \quad (2.38)$$

где учтена компенсация акцепторов донорами.

Концентрация свободных носителей заряда известна из холловских измерений при температуре T_l (рис. 2.8)

$$n = N_d - N_a, \quad (2.39)$$

так что выражения (2.38) и (2.39) составляют систему уравнений относительно N_d и N_a , если N_i определена из условия максимума подвижности.

Таким образом, для раздельного определения концентрации доноров и акцепторов с помощью описанного метода необходимо выполнить измерения эффекта Холла и проводимости в диапазоне температур, в котором холловская подвижность достигает максимального значения ($\mu_x = R_x \cdot \sigma$); затем по градуировочной кривой найти соответствующую концентрацию ионов N_i , а из уравнений

$$\begin{cases} N_i = n + 2N_a \\ n = N_d - N_a \end{cases} \quad (2.40)$$

определить N_d и N_a .

2.4.3. Ширина запрещенной зоны

Коэффициент Холла при концентрации носителей заряда в области собственной электропроводности

$$R = \frac{r \mu_p - \mu_n}{e \mu_p + \mu_n} (N_c \cdot N_v)^{1/2} \exp \frac{\Delta E}{2kT}. \quad (2.41)$$

Предполагая частное $(\mu_p - \mu_n)/(\mu_p + \mu_n)$ независимым от температуры, что практически выполняется в большинстве случаев, ширину запрещенной зоны можно определить по измерениям температурной зависимости постоянной Холла. Тангенс угла наклона функции $\ln(RT^{3/2})$ в зависимости от обратной температуры, полученной (т.к. $(N_c \cdot N_v)^{-1/2} \sim T^{-3/2}$) из (2.41), определяет величину ΔE_0

$$\frac{\Delta \ln |RT^{3/2}|}{\Delta(1/T)} = \frac{\Delta E_0}{2k}. \quad (2.42)$$

Как и при определении ширины запрещенной зоны по температурной зависимости электропроводности, в данном случае наклон кривой $\ln |RT^{3/2}|$ от $1/T$ характеризует величину ΔE при $T = 0$ (т.е. ΔE_0), а не ширину зоны, соответствующую температуре, при которой производились измерения. Если функция $\ln |RT^{3/2}|$ от $1/T$ значительно отличается от линейной, это может быть следствием очень сильной нелинейной зависимости ширины запрещенной зоны от температуры, процессов многофононного рассеяния при высоких температурах, а также от электронно-дырочного рассеяния при больших концентрациях свободных носителей заряда. Последние два процесса влияют на величину коэффициента r , зависящую от механизма рассеяния, изменяют характер зависимости подвижности от температуры.

В области примесной электропроводности в соответствии с формулами (2.33) и (2.34) энергия ионизации доноров и акцепторов определяется на основании графической зависимости для случая чисто примесной электропроводности

$$\ln|RT^{3/4}| = f\left(\frac{1000}{T}\right), \quad (2.43)$$

и для случая компенсированной примесной электропроводности

$$\ln|RT^{3/2}| = f\left(\frac{1000}{T}\right). \quad (2.44)$$

Таким образом, из температурной зависимости коэффициента Холла, как и из температурной зависимости электрической проводимости, можно определить ширину запрещенной зоны и энергию активации примесной проводимости.

Контрольные вопросы

1. Назовите единицу измерения постоянной Холла.
2. К каким явлениям принадлежит эффект Холла?
3. Какой плотности электрического тока пропускают через образец при измерении эффекта Холла в полупроводниках?
4. От каких параметров зависит постоянная Холла?
5. Назовите типичное значение постоянной Холла в металлах.
6. Перечислите основные методы измерения эффекта Холла.
7. Какие параметры полупроводников можно определить с помощью эффекта Холла?
8. Действие какой силы приводит к возникновению эффекта Холла?
9. Перечислите сопутствующие эффекты, возникающие при измерении эффекта Холла.
10. Какое уравнение используют при определении эффекта Холла?
11. Сколько измерений ЭДС Холла надо выполнить для корректного определения коэффициента Холла на постоянном токе в постоянном магнитном поле?
12. Сколько измерений ЭДС Холла надо выполнить для корректного определения коэффициента Холла на переменном токе в переменном магнитном поле?
13. Назовите основные параметры, которые можно определить из температурной зависимости коэффициента Холла.

3. ИЗМЕРЕНИЕ ПАРАМЕТРОВ НЕРАВНОВЕСНЫХ НОСИТЕЛЕЙ ЗАРЯДА В ПОЛУПРОВОДНИКАХ

3.1. Основные параметры

Параметры неравновесных носителей заряда характеризуют электрофизические свойства полупроводникового материала и во многом определяют его возможности при изготовлении полупроводниковых приборов. Кроме того, измерение этих параметров является важным средством исследования полупроводникового материала.

К параметрам неравновесных носителей заряда относятся дрейфовая подвижность, коэффициент диффузии, диффузионная длина, скорость поверхностной рекомбинации и время жизни. Во многих случаях параметры неравновесных носителей заряда характеризуют неосновные носители заряда, т.е. электроны в полупроводниках р-типа и дырки в полупроводниках n-типа.

Распределение неравновесных носителей заряда в полупроводниковом образце, его изменение в пространстве и во времени описываются системой уравнений непрерывности с начальными и граничными условиями на поверхности, в которые входят все перечисленные параметры. Поэтому методы определения этих параметров основаны на решении соответствующих уравнений непрерывности с некоторыми упрощающими предположениями.

3.2. Методы измерения дрейфовой подвижности

Прежде чем рассматривать методы измерения дрейфовой подвижности кратко рассмотрим различные типы подвижности:

1. *Микроскопическая подвижность* — подвижность, которую свободные носители имеют в действительности.

2. *Подвижность по электрической проводимости*, т.е. подвижность, вычисляемая из равенства $\mu = \sigma/ne$, практически идентична с микроскопической подвижностью.

3. *Дрейфовая подвижность* — скорость дрейфа носителя в электрическом поле, деленная на единицу напряженности поля. Дрейфовая подвижность совпадает с микроскопической подвижностью только тогда, когда отсутствует захват носителей. Если, например, носитель свободен в течение половины своего времени жизни, а в остальное время захвачен ловушкой, то дрейфовая подвижность равна по величине половине микроскопической подвижности.

4. *Холловская подвижность* — произведение коэффициента Холла на проводимость.

5. *Подвижность по фотопроводимости* — подвижность, вычисленная из скорости фотоотклика, обычно при условии, что электрическая проводимость образца обусловлена носителями одного типа. Если измерения проводятся при достаточно высоких интенсивностях света, когда ловушки не влияют на пере-

нос носителей заряда, то подвижность по фотопроводимости совпадает с микроскопической подвижностью. При малых интенсивностях света, когда ловушки существенно влияют на скорость фотоотклика, измерения фотопроводимости дают величины дрейфовой подвижности.

Методы измерения дрейфовой подвижности неравновесных носителей заряда основаны на регистрации дрейфа избыточных носителей заряда в электрическом поле и различаются лишь способами его регистрации в некоторой точке образца.

Впервые измерения дрейфовой подвижности были выполнены Хайнсом, Пирсоном и Шокли в 1949 г. Схема измерительной установки их метода показана на рис. 3.1. Образец германия, предназначенный для измерения, представляет собой нитевидный прямоугольный образец. На поверхности образца на расстоянии ℓ установлены два вольфрамовых зонда.

Образец закрепляется на столике микроскопа. Установку вольфрамовых зондов производят с помощью винтовых устройств, расстояние между зондами измеряют по шкале микроскопа. Один из зондов служит эмиттером Э и предназначен для инжекции неосновных носителей заряда в образец, другой — коллектором К и необходим для регистрации дрейфа избыточных носителей заряда. Оба контакта должны обладать выпрямляющими вольтамперными характеристиками. При протекании тока через выпрямляющий контакт, включенный в прямом направлении, осуществляется инжекция неосновных носителей заряда. Одновременно с возрастанием концентрации неосновных носителей заряда появляются основные носители, обеспечивающие электронейтральность.

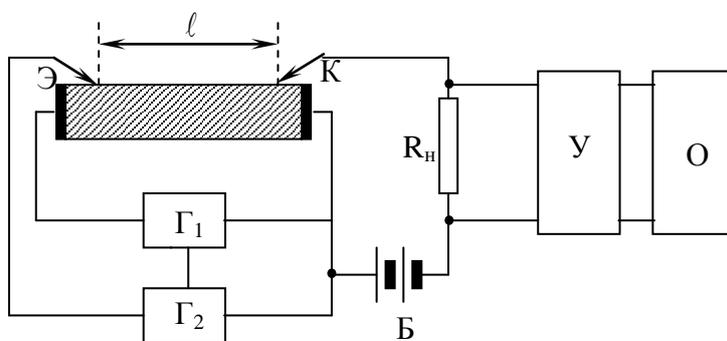


Рис. 3.1. Схема для измерения дрейфовой подвижности

К коллекторному зонду приложено напряжение от батареи Б в запирающем направлении. Ток коллектора пропорционален концентрации неосновных носителей заряда. Если в результате дрейфа импульс избыточных носителей заряда дойдет до коллектора, то ток коллектора возрастает, и это увеличение тока будет пропорционально концентрации неосновных избыточных носителей заряда.

Схема работает следующим образом. В цепь коллектора включено последовательно сопротивление нагрузки R_n , падение напряжения на котором пропорционально току коллектора. Напряжение с сопротивления нагрузки подается на схему регистрации, состоящую из дифференциального усилителя $У$ и импульсного осциллографа $О$. На экране осциллографа можно наблюдать осциллограмму коллекторного тока и по меткам времени определять время дрейфа неосновных носителей от эмиттера к коллектору t , которое связано с подвижностью μ соотношением

$$\mu = \ell^2 / Ut, \quad (3.1)$$

где U — приложенное к образцу напряжение.

В некоторый момент времени $t = 0$ от генератора Γ_1 через торцевые омические контакты подается импульс напряжения прямоугольной формы, который создает в образце электрическое поле E (рис. 3.2). Через некоторый интервал времени Δt , соответствующий времени задержки, от генератора Γ_2 на эмиттерный контакт подается импульс тока прямоугольной формы, который инжектирует неосновные носители заряда в объеме исследуемого образца. Избыточные носители заряда начинают дрейфовать в электрическом поле, созданном в образце импульсом напряжения генератора Γ_1 . К моменту времени t_{np} передний фронт импульса носителей пройдет расстояние ℓ , достигнет коллектора и будет зафиксирован на осциллограмме. В момент времени t_2 импульс генератора Γ_2 окончится, и дальнейшая инжекция носителей заряда прекратится. Однако неосновные носители, введенные в образец задним фронтом этого импульса, будут продолжать движение в сторону коллектора и достигнут его в момент t_y . В течение времени, равного длительности $(t_y - t_{np})$ эмиттерного импульса, ток коллектора остается неизменным. В момент времени t_y задний фронт импульса избыточных носителей уйдет за коллектор.

Подъем на осциллограмме в момент $t = 0$, $t = t_1$ и спад при $t = t_2$ и $t = t_0$ соответствуют импульсам от генераторов Γ_1 и Γ_2 . Они фиксируются осциллографом потому, что вызывают падение напряжения на участке образца между коллектором и контактом, который включен последовательно в коллекторную цепь.

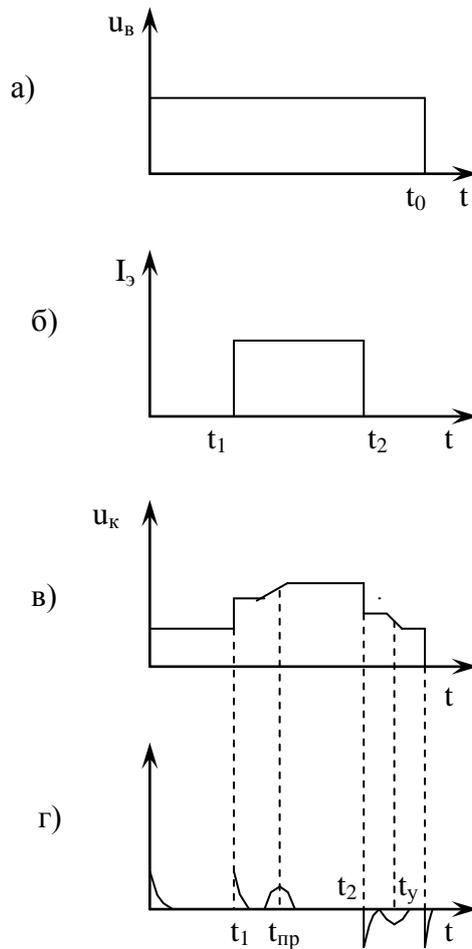


Рис. 3.2. Осциллограммы: а) импульса напряжения на образце; б) импульса тока эмиттера; в) напряжение на коллекторе; г) продифференцированного напряжения на коллекторе

Время дрейфа переднего фронта импульса инжектированных носителей до коллектора определяется из осциллограммы как время $t_{np} - t_1$, а дрейфа заднего фронта — как время $t_y - t_2$. Времена дрейфа носителей заряда, определенные таким образом, не равны друг другу. Это объясняется тем, что передний фронт импульса инжектированных носителей заряда дрейфует в электрическом поле, образованном совместно генераторами Γ_1 и Γ_2 , а задний фронт импульса перемещается в поле, созданном генератором Γ_1 . Это электрическое поле можно измерить импульсным вольтметром в отсутствие инжекции, и потому вычисление подвижности производят по времени ухода носителей за коллектор.

Процессы диффузии вызывают размытие фронтов импульса инжектированных носителей заряда, что приводит к размытию фронтов импульса коллекторного тока и делает неопределенным момент прихода и ухода импульса носителей. Поэтому время дрейфа определяют по точке перегиба осциллограммы коллекторного тока. Для удобства отсчета времени дрейфа коллекторный сиг-

нал дифференцируют, тогда точкам перегиба t_{np} и t_y осциллограммы соответствуют экстремумы осциллограммы dU_k/dt .

Вычисленные таким образом значения дрейфовой подвижности тем ближе к истинным значениям, чем ниже уровень инжекции. Это связано с нарушением однородности электрического поля, возникающим в результате модуляции проводимости образца инжектированными носителями заряда.

Снижение уровня инжекции приводит не только к уменьшению модуляции проводимости образца, но и к уменьшению размытия фронтов импульса коллекторного тока. Чем больше уровень инжекции, тем больше градиент концентрации носителей заряда и тем больше протяженность области диффузионного размытия. Поэтому для точного определения дрейфовой подвижности производят ряд измерений времени дрейфа при постепенно уменьшающемся уровне инжекции. Из этого графика находят точное значение дрейфовой подвижности носителей заряда.

Существующие модификации метода измерения дрейфовой подвижности отличаются от изложенного способами создания и регистрации неравновесных носителей заряда.

Рассмотрим некоторые из них. В одной из модификаций метода измерения дрейфовой подвижности используют короткий (длительностью 1–2 мс) импульс эмиттерного тока. При этом измерительная схема и последовательность её работы остаются прежними. Осциллограмма коллекторного тока для этого случая приведена на рис. 3.3. Время дрейфа импульса от эмиттера до коллектора равно $t_n - t_l$.

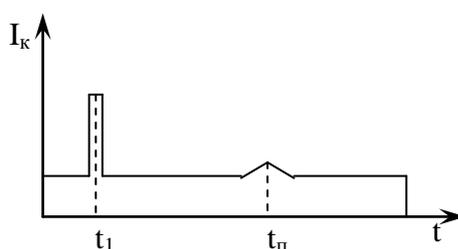


Рис. 3.3. Осциллограмма коллекторного тока при коротком импульсе

Несколько больше отличается от схемы Хейнса — Шокли мостовой метод измерения дрейфовой подвижности. В этом случае измерительная схема представляет собой мост, два плеча которого составляют части образца по одну и другую стороны от коллекторного контакта, а два других плеча — переменные сопротивления. В измерительную диагональ моста включают батарею смещения коллектора и сопротивления нагрузки. Напряжение с сопротивления нагрузки, пропорциональное коллекторному току, подается на осциллограф. Во вторую диагональ моста включен генератор прямоугольных импульсов напряжения для создания электрического поля в образце. Изменяя соотношение ме-

жду сопротивлениями плеч моста, можно добиться баланса моста при наличии импульса напряжения генератора Γ_1 . Тогда на осциллограф будет подаваться только сигнал, возникающий на коллекторе в результате дрейфа неравновесных носителей заряда, отпадает необходимость дифференцирования коллекторного сигнала и увеличится чувствительность схемы измерения.

Схема работает так. Сначала подается импульс эмиттерного тока небольшой длительности от генератора Γ_2 . Затем, через некоторое время задержки, следует импульс напряжения генератора Γ_1 . Осциллограмма коллекторного тока показана на рис. 3.4.

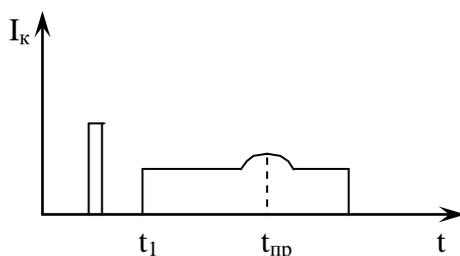


Рис. 3.4. Осциллограмма коллекторного тока при мостовой схеме измерения

Схема регистрации с коллекторным контактом работает хорошо, если действие коллектора эффективно. Однако практически для некоторых полупроводниковых материалов действие коллектора неэффективно. В этом случае коллекторный сигнал, обусловленный избыточными носителями заряда, очень мал по сравнению с сигналом от импульсов напряжения генератора Γ_1 и его не удается обнаружить. Тогда необходимо подавать на осциллограф компенсирующий импульс. В мостовой схеме это условие реализуется при установке баланса моста в отсутствие эмиттерного сигнала.

3.3. Определение коэффициента диффузии

Во многих способах дрейфовую подвижность носителей заряда находят путем измерений времени дрейфа избыточных носителей в электрическом поле между двумя точками образца. Однако имеется ещё одна возможность измерения подвижности. Эта возможность связана с определением коэффициента диффузии по диффузионному размытию импульса носителей заряда и последующим вычислением подвижности по соотношению Эйнштейна

$$\mu = D \cdot e / kT. \quad (3.2)$$

Метод предполагает изучение распределения носителей заряда, возникшего в отсутствие электрического поля в результате процесса диффузии через некоторое время после окончания процесса генерации. Сравнение эксперимен-

тально полученного распределения носителей заряда с вычисленным по уравнению диффузии дает возможность найти коэффициент диффузии.

Схема измерительной установки изображена на рис. 3.5.

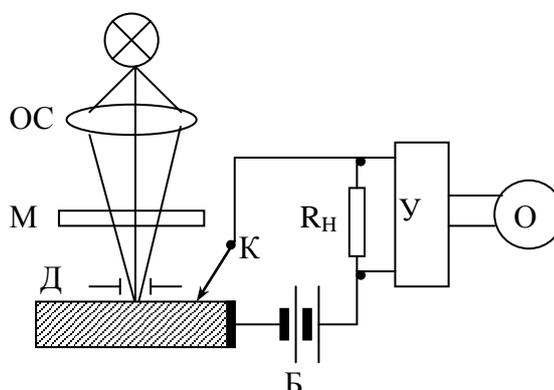


Рис. 3.5. Схема установки для измерения коэффициента диффузии

Световой поток от импульсной лампы с помощью оптической системы ОС и щелевой диафрагмы Д фокусируется на поверхности образца в виде узкой полоски (100–500 мкм). Световые импульсы следуют с частотой 50 Гц. Генерированные светом избыточные носители заряда диффундируют в объеме образца и фиксируются зондом-коллектором, смещенным в запирающем направлении. Напряжение с сопротивления нагрузки R_n подается на импульсный усилитель У и осциллограф О или вольтметр. Развертка осциллографа запускается импульсом синхронизации от блока питания импульсной лампы одновременно со световым импульсом.

Измерения проводят следующим образом. Снимают серию осциллограмм тока коллектора при различных расстояниях до световой полоски (рис. 3.6). Затем на осциллограммах замеряют координаты, соответствующие фиксированному $t = t_0$, и наносят на график в логарифмическом масштабе в зависимости от x^2 .

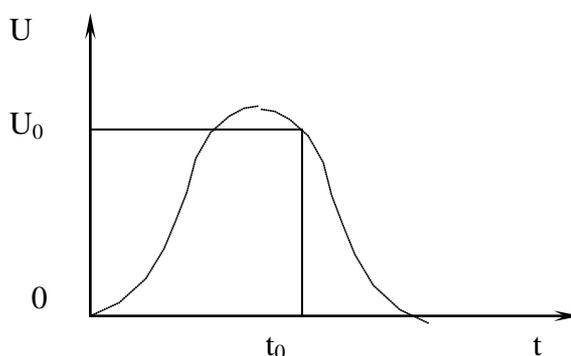


Рис. 3.6. Определение напряжения U_0 при фиксированном t_0 из осциллограммы напряжения

Из тангенса угла наклона прямой по формуле

$$D = 4t_0 \left| \frac{d}{dx^2} [\ln U(x, y_0, t_0)]^{-1} \right| \quad (3.3)$$

определяют коэффициент диффузии. Момент t_0 нужно выбирать на осциллограмме с учетом того, что расчетные формулы получены в предположении мгновенного источника, а это выполняется в том случае, если длительность светового импульса значительно меньше t_0 . Вместе с тем, чтобы выполнялся теоретический критерий между шириной полосы ω и t_0

$$\frac{\omega^2}{Dt_0} \ll 7. \quad (3.4)$$

Но максимальное значение t_0 ограничивается тем минимальным сигналом, который может быть надежно измерен. Максимальное значение t_0 возрастает при увеличении чувствительности схемы и уровня инжекции, а также за счет увеличения сигнала при использовании источника генерации в виде полуплоскости. Минимальное значение эффективного времени жизни, при котором метод применим, ограничивается длительностью светового импульса и при полуплоскости светового импульса, равного 3 мкс, составляет около 10 мкс.

В отличие от дрейфовой подвижности носителей заряда, которая определяется путем измерения времени дрейфа импульса носителей заряда в электрическом поле, в данном случае значение подвижности носителей заряда, вычисляемое из соотношения Эйнштейна, представляет собой биполярную диффузионную подвижность

$$\mu_b = \frac{n + p}{\frac{n}{\mu_p} + \frac{p}{\mu_n}}. \quad (3.5)$$

По сравнению с методом определения дрейфовой подвижности этот метод обладает преимуществами:

1. Не требуется образцов правильной геометрической формы.
2. Измерения можно проводить на образцах с собственной проводимостью и очень низкоомных.
3. Метод не требует создания электрического поля, что значительно упрощает схему.
4. Схема менее чувствительна к уровню инжекции, метод не нуждается в экстраполяции результатов к нулевому уровню и требует измерения лишь на одном уровне инжекции. Это связано с тем, что биполярная диффузионная под-

вижность зависит от суммы концентраций носителей заряда и в противоположность биполярной дрейфовой подвижности не изменяет знака при изменении типа электропроводности полупроводника, т.е. слабо зависит от уровня инжекции.

3.4. Измерение диффузионной длины методом подвижного светового зонда

Практически для измерения диффузионной длины неосновных носителей заряда широко распространен метод подвижного светового зонда с точечным детектирующим контактом. Основа этого метода состоит в следующем. Плоская поверхность полупроводникового образца освещается узкой длинной полоской света — световым зондом. Свет, поглощаясь в тонком приповерхностном слое, генерирует электронно-дырочные пары, которые диффундируют из освещенной области. На некотором расстоянии от светового зонда находится детектирующий точечный контакт, который дает возможность фиксировать диффундирующие носители в данной точке образца. На коллекторный контакт подано запирающее напряжение. Ток в цепи коллектора прямо пропорционален концентрации неосновных носителей заряда.

Если исследуется тонкий однородный образец, освещенный с торца, то задачу нахождения распределения неосновных носителей в первом приближении можно считать одномерной. При этом распределение избыточных носителей находится из решения уравнения

$$\frac{\partial^2 P}{\partial x^2} - \frac{P - P_0}{D\tau_p} = 0, \quad (3.6)$$

при граничных условиях

$$P_{x=0} = P(0) + P_0; P_{x=\infty} = P_0, \quad (3.7)$$

которое записывается в виде

$$P(x) - P_0 = P(0) \exp\left(-\frac{x}{L}\right), \quad (3.8)$$

где $L = \sqrt{D\tau_p}$.

В действительности, метод в таком варианте имеет целый ряд ограничений, которые почти полностью исключают возможность его практического применения. Освещение с торца неудобно, при освещении же узкой полоской света образца, толщина которого меньше длины, измеряемое значение диффузионной длины значительно занижено вследствие влияния скорости поверхностной рекомбинации. Поэтому шире распространен метод быстро движущегося

светового зонда. Этот метод широко применяется в учебных институтах, в практике студенческих лабораторных работ, так как позволяет достаточно наглядно представить и измерить такие характеристики неосновных носителей, как время жизни τ , коэффициент диффузии неосновных носителей D и скорость поверхностной рекомбинации S .

Сущность метода заключается в следующем. На исследуемый образец падает пучок света, движущийся с постоянной скоростью по светочувствительной поверхности кристалла, на которой установлен металлический зонд (коллектор). В освещенной области создаются избыточные носители тока, которые диффундируют в неосвещенную область со скоростью диффузии $V = L/\tau$, где L — средняя диффузионная длина, τ — время жизни.

При движущемся световом пятне характер распределения избыточных носителей определяется постоянной L и скоростью перемещения светового пятна V . Величина эффективной диффузионной длины L с разных сторон от светового пятна должна иметь различные значения, и функции распределения избыточных носителей по объему неосвещенного кристалла для областей $x > 0$ и $x < 0$ (x отсчитывается относительно подвижной системы координат, начало которой связывается с центром движущегося пятна) записываются в форме

$$\begin{cases} P(x) = \text{const} \cdot \exp(-x/L_1) \\ P(x) = \text{const} \cdot \exp(-x/L_2) \end{cases} \quad (3.9)$$

Функция $P(x)$ определяется экспериментально — измерением фотоЭДС, возникающей под действием света на коллекторе. По постоянным (для заданных условий опыта) L_1 и L_2 , которые находят по экспериментально полученной кривой, могут быть вычислены время жизни τ и коэффициент диффузии D

$$\tau = \frac{L_1 - L_2}{v}; \quad D = \frac{v}{1/L_1 - 1/L_2}. \quad (3.10)$$

Схема установки методом движущегося светового зонда показана на рис. 3.7. Свет от соответствующего источника света с помощью зеркал Z_1 , Z_2 и щелевой диафрагмы D фокусируется на поверхности образца в виде длинной полосы шириной от 10^{-2} до 1,0 мм. Движение световой полосы по поверхности образца создается за счет вращения зеркала, укрепленного на оси электромотора. Сигнал фотоЭДС, пропорциональный концентрации неравновесных носителей заряда, снимается с образца благодаря зонду-коллектору и через усилитель $У$ подается на осциллограф $О$. Качество коллекторного контакта определяется отношением сигнал-шум. Для уменьшения шумов контакт подвергают формовке.

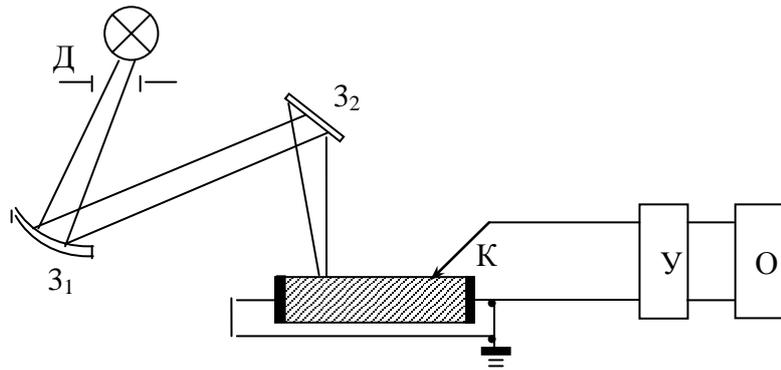


Рис. 3.7. Схема установки для измерения параметров неравновесных носителей методом движущегося светового зонда

Увеличенное изображение осциллограммы перестраивают в полулогарифмическом масштабе; при этом точки экспоненциальных спадающих участков осциллограммы укладываются на две прямые линии с различными наклонами: слева от светового луча

$$\frac{d}{dt} \ln \Delta P(x, t) = \frac{c}{L_1}, \quad (3.11)$$

и справа от светового луча

$$\frac{d}{dt} \ln \Delta P(x, t) = \frac{c}{L_2}. \quad (3.12)$$

Масштаб осциллограммы по горизонтальной оси определяется по меткам времени развертки осциллографа, масштаб по вертикальной оси произвольный. При этом соотношения (3.10) преобразуются следующим образом

$$\tau = \left(\frac{1}{\Delta \ln P_1} - \frac{1}{\Delta \ln P_2} \right) \Delta t, \quad (3.13)$$

$$D = \frac{v^2}{\Delta \ln P_2 - \Delta \ln P_1} \Delta t, \quad (3.14)$$

где $\Delta \ln P_1$ и $\Delta \ln P_2$ — разности ординат двух прямых, соответствующих равным отрезкам Δt по оси времени.

Как видно из выражения (3.13) в формулу для вычисления τ не входит скорость v . Таким образом, при замене координаты x координатой времени устраняется одна из возможных ошибок измерений τ , и если определяются только

времена жизни, исключается необходимость измерения скорости движения светового зонда. Для определения коэффициента диффузии необходимо измерение скорости перемещения светового луча. Для этого на поверхности кристалла на некотором расстоянии от первого зонда-коллектора устанавливают второй. Время прохождения светового луча между зондами находят из осциллограммы по меткам времени между максимумами двух импульсов.

Кроме τ и D , из определенного экспериментального распределения избыточных носителей тока при движущемся световом пятне можно вычислить и скорость поверхностной рекомбинации S . Для этого у двух образцов толщиной b_1 и b_2 , поверхность которых обработана одним способом, определяют диффузионные длины $L_{\alpha 1}$ и $L_{\alpha 2}$, где $L_{\alpha} = \sqrt{L_1 L_2}$, и вычисляют S на освещенной поверхности по формуле

$$S = \frac{D b_1 \cdot b_2}{2 b_2 - b_1} \left(\frac{1}{L_{\alpha 1}^2} - \frac{1}{L_{\alpha 2}^2} \right). \quad (3.15)$$

По найденному значению можно найти истинную диффузионную длину

$$\frac{1}{L^2} = \frac{1}{L_{\alpha 1}^2} - \frac{2S}{Db_1}. \quad (3.16)$$

Возможности метода значительно возрастают при использовании в качестве зондирующего пучка света луча лазера с длиной волны 3,39 или 10 мкм.

3.5. Измерение времени жизни методом модуляции проводимости точечным контактом

Измерение времени жизни неосновных носителей заряда методом модуляции проводимости полупроводника точечным контактом заключается в следующем. Через точечный контакт на полупроводниковом образце пропускается в прямом направлении прямоугольный импульс тока. С помощью этого импульса в объем образца инжектируются избыточные носители заряда. По окончании инжектирующего импульса тока концентрация избыточных носителей заряда в образце начинает уменьшаться за счет их рекомбинации.

Спустя некоторое время (время задержки) после окончания инжектирующего импульса тока через точечный контакт пропускается второй импульс тока, с помощью которого производится измерение. Падение напряжения на образце в момент подачи измерительного импульса тока зависит от концентрации избыточных носителей заряда, которые не успели ещё прорекомбинировать. Изменяя время задержки t_3 в пределах $0 < t < 3t_3$, можно по зависимости падения напряжения на образце от времени задержки проследить весь процесс

рекомбинации и определить время жизни носителей заряда в образце. Если пренебречь процессами рекомбинации носителей заряда на поверхности образца и на контакте, а также их диффузией, которые происходят при реальном эксперименте, то можно считать, что концентрация носителей заряда уменьшается только за счет их рекомбинации в объеме.

Структурная схема установки для измерения времени жизни методом модуляции проводимости образца точечным контактом представлена на рис. 3.8. Прямоугольный импульс тока от генератора Γ_1 пропускается через образец. Спустя некоторое время, регулируемое с помощью линии задержки ЛЗ, на образец от генератора Γ_2 подается второй импульс тока. Генераторы Γ_1 и Γ_2 совместно с линией задержки составляют генератор спаренных импульсов.

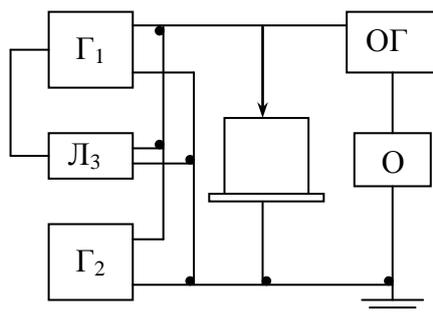


Рис. 3.8. Структурная схема установки для измерения времени жизни методом модуляции проводимости образца точечным контактом

Напряжение, создаваемое на образце протекающим током, через ограничитель ОГ подается на осциллограф О. Так как величина импульсов напряжения, возникающих на образце, значительно больше изменения напряжения, вызванного модуляцией проводимости образца, то сначала импульсы напряжения подаются на ограничитель ОГ, который уменьшает амплитуды импульсов, оставляя лишь часть импульса, изменяющуюся в результате процессов инжекции и рекомбинации. Частоту следования пар импульсов выбирают невысокой, порядка 50–200 Гц, чтобы за интервал времени между двумя последовательными парами импульсов концентрация носителей заряда успела прийти в равновесное состояние. Форма импульсов напряжения, наблюдаемых на экране осциллографа, и соответствующие им импульсы тока показаны на рис. 3.9. Пунктирная линия иллюстрирует изменение напряжения $U_2(t_3)$.

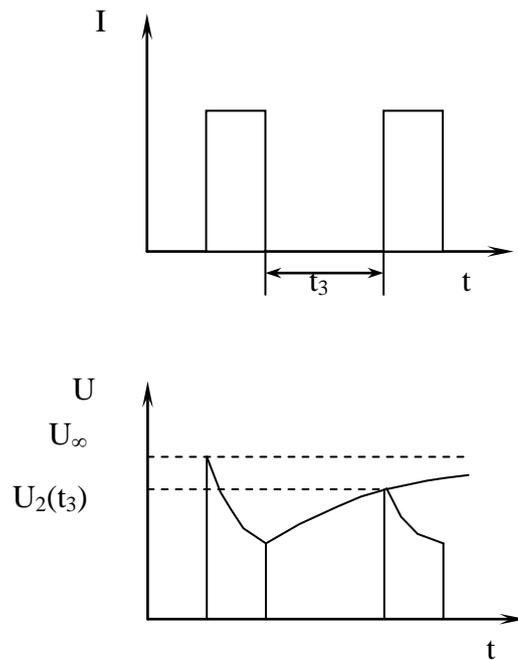


Рис. 3.9. Импульсы напряжения, наблюдаемые на экране осциллографа, и соответствующие им импульсы тока

Из теории следует, что разность амплитуд первого и второго импульса меняется при изменении времени задержки по закону

$$U_1 - U_2 \approx \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right), \quad (3.17)$$

где τ — время задержки. Очевидно, что разность $U_2(\infty) - U_2(t)$ меняется аналогичным образом. Подготовка образца к измерениям сводится к травлению его поверхности. Материал точечного контакта при наличии достаточной инжекции не сказывается на результатах измерений. Для улучшения стабильности контакта его подвергают формовке короткими импульсами тока в пропускном направлении. В качестве второго омического контакта используют прижимной контакт большой площади, для чего одну из поверхностей образца подвергают грубой шлифовке, или применяют электролитически нанесенный контакт.

Пределы измерений времени жизни на образцах германия и кремния 3–500 мксек при удельном сопротивлении 0,1–100 Ом·см. Точность измерения порядка 30%.

Как известно, сопротивление растекания точечного контакта равно $\rho/2d$, где d — диаметр контакта. В момент первого импульса в область точечного контакта вводят неравновесные носители, увеличивающие проводимость приконтактной области. Носители заряда распространяются под действием сильного электрического поля в некоторую область радиуса r . Величина этой области

зависит от длительности и силы тока первого импульса. Картина распределения носителей заряда в приконтактной области показана на рис. 3.10.

При достаточно большой длительности импульса наступает насыщение, эквивалентное режиму стационарной инжекции. По окончании первого импульса концентрация неравновесных носителей убывает по закону $\exp(-t/\tau)$. Если учитывать процессы диффузии, то затухание происходит по закону $(t/\tau)^{0.5} \cdot \exp(-t/\tau)$. При больших временах задержки процессом диффузии можно пренебречь.

Экспериментальные исследования показали, что измеряемое время жизни зависит от длительности и силы тока первого импульса. Это связано с тем, что при уменьшении длительности импульса носители заряда, находящиеся в приповерхностной области, после окончания импульса исчезают за счет поверхностной рекомбинации и диффузии в глубь образца. Длительность первого импульса должна быть $\sim 1,5 \tau$.

Аналогичные результаты были получены при исследовании зависимости измеряемого времени жизни от тока первого импульса. При уменьшении тока первого импульса носители не могут распространяться в глубь образца и сосредотачиваются вблизи поверхности. Кроме того, зависимость от тока связана с влиянием уровня инжекции на измеряемое время жизни. В практике измерений необходимые значения тока первого импульса подбирают экспериментально.

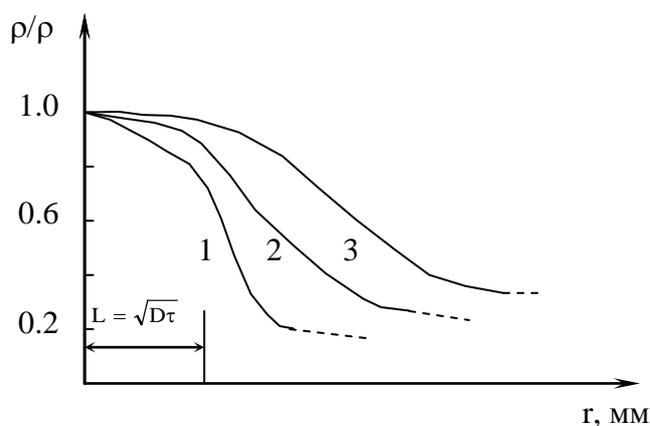


Рис. 3.10. Распределения носителей заряда в приконтактной области

Сильная зависимость от тока является основным недостатком метода модуляции проводимости в точечном контакте. Однако метод имеет ряд существенных достоинств:

1. Измерения можно проводить на образцах произвольной формы и величины.

2. Результаты мало зависят от качества обработки поверхности. Теоретические расчеты показали, что величина скорости поверхностной рекомбинации мало влияет на результаты измерений. Экспериментальными исследованиями до-

казано, что при $\tau \leq 20$ мксек для шлифованной и травленной поверхностей результаты измерений совпадают.

3. Центры захвата (при не очень высокой их концентрации) мало влияют на результаты измерений, следовательно, измеряемое значение соответствует времени жизни неосновных носителей заряда.

4. Может быть исследована зависимость времени жизни от уровня инжекции или от концентрации неосновных носителей.

3.6. Определение параметров полупроводников путем измерения оптических и фотоэлектрических свойств

3.6.1. Электронные переходы и фотопроводимость

В основе явления фотопроводимости лежит поглощение света веществом. При поглощении квантов света в веществе могут происходить три типа электронных переходов, которые обуславливают возникновение фотопроводимости. Переход типа 1 (рис. 3.11) соответствует собственному поглощению вещества, что приводит к образованию свободного электрона и свободной дырки на каждый поглощенный фотон. Генерацию пар свободных носителей заряда при внешнем воздействии на полупроводник называют биполярным возбуждением.

В результате поглощения фотонов локальными несовершенствами кристаллической решетки происходят переходы типа 2 и 3, которые ведут к образованию свободного электрона и дырки и связанных с соответствующим центром дырки и электрона. При возбуждении переходов типа 2 и 3 происходит генерация носителей заряда одного знака, т.е. имеет место монополярное возбуждение. Монополярное возбуждение характерно для примесного механизма поглощения.

Другие возможные переходы, а именно: переходы внутри разрешенных зон, переходы на уровни возбуждения локальных несовершенств и переходы, связанные с образованием экситонов, здесь не рассматриваются, поскольку непосредственно не ведут к образованию свободных носителей заряда в свободной и валентной зонах.

Минимальная энергия фотона в случае перехода типа 1 равна ширине запрещенной зоны; спектр поглощения сплошной; величина коэффициента поглощения определяется плотностью квантовых состояний в разрешенных зонах энергии и вероятностями переходов. Поэтому спектр собственного поглощения однозначно характеризует данное вещество, и не изменяется от образца к образцу.

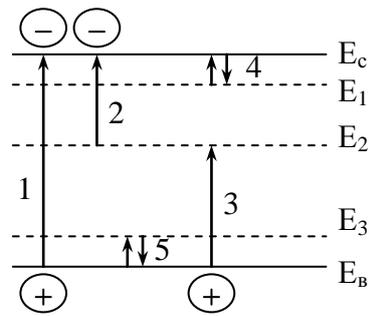


Рис. 3.11. Электронные переходы в полупроводниках

Возбужденные светом избыточные дырки и электроны остаются свободными в валентной зоне и зоне проводимости до тех пор, пока не рекомбинируют или не будут захвачены на локальный энергетический уровень. Локальные несовершенства кристаллической решетки можно разделить на две группы: центры захвата и центры рекомбинации.

Находящийся в центре захвата носитель заряда в результате теплового возбуждения имеет большую вероятность перехода обратно в свободное состояние. Находящийся в центре рекомбинации носитель заряда имеет большую вероятность рекомбинировать с носителем противоположного знака. На рис. 3.11 переходы типа 4 и 5 характеризуют процессы захвата и теплового возбуждения электронов и дырок. Различие между центрами захвата и центрами рекомбинации зависит не столько от природы самих центров, сколько от условий кинетики электронных процессов.

Генерированные светом носители заряда в результате столкновений теряют избыточную энергию и в течение времени релаксации приходят в тепловое равновесие с кристаллической решеткой; в дальнейшем фотоносители, ничем не отличаясь от равновесных, участвуют во всех явлениях переноса наравне с ними. Проводимость, возникающая за счет увеличения концентрации свободных носителей заряда при фотовозбуждении, составляет фотопроводимость вещества.

Возрастание концентраций свободных носителей заряда не является единственно возможной причиной фотопроводимости. Причиной возникновения фотопроводимости является также изменение подвижности носителей заряда. Так, например, электронные переходы внутри разрешенных зон при некоторых условиях приводят к изменению подвижности носителей заряда и возникновению фотопроводимости.

Ограничимся рассмотрением лишь фотопроводимости, связанной с изменением концентрации свободных носителей заряда в результате биполярного возбуждения. Фотопроводимость, связанную с межзонными переходами, называют собственной фотопроводимостью в отличие от монополярной примесной фотопроводимости. Длинноволновая граница собственной фотопроводимости совпадает с краем собственного поглощения и для многих полупроводников, таких как кремний, германий, соединения типа A^3B^5 лежит в инфракрасной об-

ласти спектра. Широкозонные полупроводники из группы соединений A^3B^5 , напротив, имеют границу собственной фотопроводимости в видимой и даже ультрафиолетовой области спектра.

При наличии избыточных электронов Δn и дырок Δp удельная проводимость полупроводников

$$\sigma = e(n\mu_n + p\mu_p), \quad (3.18)$$

где n и p — полные концентрации носителей заряда; $n = n_0 + \Delta n$, $p = p_0 + \Delta p$. Подвижности избыточных носителей заряда считаются равными подвижностям равновесных носителей.

В однородном образце при равномерной генерации избыточных носителей заряда по всему объему удельная фотопроводимость $\Delta\sigma_0$ определяется как разность между величинами удельных проводимостей при освещении и в темноте

$$\Delta\sigma = \sigma - \sigma_0 = e(\mu_n\Delta n + \mu_p\Delta p). \quad (3.19)$$

Для хорошо проводящих полупроводников величин Δn и Δp обычно значительно меньше концентраций носителей заряда в темноте n_0 и p_0 или, по крайней мере, одной из этих величин. Поэтому результат воздействия света можно рассматривать как малое изменение больших величин равновесных концентраций носителей заряда. В изоляторах и полупроводниках с большой шириной запрещенной зоны наоборот, Δn и Δp велики по сравнению с n_0 и p_0 . Именно в этом и заключается основное различие при рассмотрении явления фотопроводимости в полупроводниках и диэлектриках.

Если при свете, падающем на фотопроводник, скорость генерации электронно-дырочных пар в секунду в единице объема g , то их стационарные концентрации связаны соотношением

$$\frac{\Delta n}{\tau_n} = \frac{\Delta p}{\tau_p} = g, \quad (3.20)$$

и согласно выражению

$$\Delta\sigma = ge(\mu_n\tau_n + \mu_p\tau_p), \quad (3.21)$$

полученному из (3.19) и (3.20), видно, что время жизни носителей заряда играет важную роль в процессах фотопроводимости. Поскольку величина фотопроводимости зависит от значений времени жизни электронов и дырок, по результатам измерения фотопроводимости можно определять время жизни.

Во многих случаях выполняется условие электронейтральности, при котором $\tau_n = \tau_p = \tau$, тогда

$$\Delta\sigma = g \cdot \tau \cdot e \cdot \mu_p \cdot (1+b), \quad (3.22)$$

и величина фотопроводимости определяется избыточными электронно-дырочными парами. Формулу (3.22) используют для оценки времени жизни по измерениям фототока на тонких образцах, для которых величину g несложно определить по результатам измерения поглощения света.

Во многих реальных кристаллах наряду с центрами рекомбинации имеются центры захвата. Часть возбужденных носителей заряда захватывается этими центрами, и поэтому число свободных носителей, создающих фотопроводимость, становится меньше, чем число возбужденных носителей заряда. Хотя при наличии центров захвата полное время между возбуждением и рекомбинацией одинаково для электронов и дырок, доля того времени, в течение которого носители заряда находятся в свободном состоянии, различна для каждого типа носителей, т.е. времена жизни электронов и дырок в этом случае не равны и составляют лишь часть полного времени между возбуждением и рекомбинацией.

Таким образом, если количество захваченных носителей заряда, например, электронов, обозначить Δn_3 , то согласно условию электронейтральности

$$\Delta p = \Delta n + \Delta n_3, \quad (3.23)$$

и, так как скорости рекомбинации носителей заряда равны,

$$\frac{\tau_p}{\tau_n} = 1 + \frac{\Delta n_3}{\Delta n}. \quad (3.24)$$

Как следует из (3.24), времена жизни носителей заряда не совпадают. Это обуславливает изменение величины фотопроводимости, а также отражается на характере нестационарных процессов установления и спада фотопроводимости.

В случае неравенства времени жизни электронов и дырок нельзя использовать соотношение (3.22) для их определения. Однако на основе выражений (3.22) и (3.24) вводят новую характеристическую величину — эффективное стационарное время жизни τ_ϕ для процессов фотопроводимости, которое определяют из условия

$$g e \mu_p (\tau_p + b \tau_n) = g \tau_\phi e \mu_p (1+b), \quad (3.25)$$

$$\tau_{\phi} = \frac{\tau_p + b\tau_n}{1+b}. \quad (3.26)$$

В общем случае время жизни τ_{ϕ} , найденное по величине фотопроводимости, зависит от времени жизни электронов и дырок и отношения их подвижностей, и только в частном случае, когда процессы захвата носителей заряда не существенны, все три величины имеют одно и то же значение

$$\tau_n = \tau_p = \tau_{\phi} = \tau. \quad (3.27)$$

Реальная величина фотопроводимости образца определенных размеров и геометрической формы, вычисленная с учетом неоднородной генерации носителей заряда, процессов диффузии и дрейфа, условий на поверхности образца, отличается от выражения (3.22). Поэтому для проведения точных измерений необходимо выполнение ряда условий и требований. Кроме того, усложняется методика определения времени жизни, но появляются дополнительные возможности для измерения величин, характеризующих эти процессы.

По сравнению с методами, рассмотренными ранее, методы измерения времени жизни и диффузионной длины на основе явления фотопроводимости позволяют измерять меньшие значения этих параметров и поэтому пригодны для более широкой группы полупроводниковых материалов.

3.6.2. Измерение стационарной фотопроводимости

Наиболее часто для измерения стационарной фотопроводимости и характеризующих её параметров используют схему, представленную на рис. 3.12. Одна из поверхностей полупроводникового образца, имеющего форму прямоугольной пластины, освещается модулированным светом. Фототок, изменяющийся с частотой модуляции света, вызывает падение напряжения на сопротивлении R , включенном последовательно с образцом. Это напряжение измеряется электронным вольтметром переменного тока.

Найдем связь между переменным напряжением, измеряемым вольтметром, и фотопроводимостью $\Delta\sigma$ образца, возникающей при его освещении. Без освещения через образец протекает ток, величина которого определяется электрическим сопротивлением образца $1/\sigma$ и сопротивлением нагрузки

$$I = \frac{U}{(\sigma^{-1} + R)}. \quad (3.28)$$

При освещении образца ток возрастает на величину $\Delta\sigma$, обусловленную фотопроводимостью

$$I + \Delta I = \frac{U}{(\sigma + \Delta\sigma)^{-1} + R}. \quad (3.29)$$

$$\Delta U = \Delta I \cdot R = \frac{UR \cdot \Delta\sigma}{(1 + R\sigma + R\Delta\sigma)(R\sigma + 1)}, \quad (3.30)$$

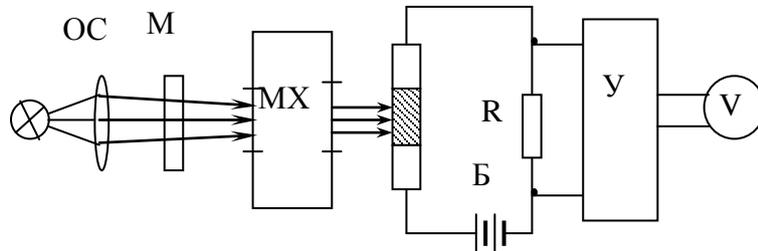


Рис. 3.12. Схема измерения стационарной фотопроводимости

Увеличение тока приводит к изменению напряжения на сопротивлении, откуда получаем соотношение между фотопроводимостью и напряжением

$$\Delta\sigma = \frac{\Delta U (R\sigma + 1)^2}{UR - \Delta UR (R\sigma + 1)}. \quad (3.31)$$

Как видно из (3.31), связь между фотопроводимостью и измеряемым напряжением нелинейна, и для вычисления фотопроводимости кроме ΔU необходимо измерить U и σ . В частном случае, когда сопротивление R мало по сравнению с сопротивлением образца σ^{-1} , то $\Delta U \ll U$ и соотношение (3.31) принимает вид

$$\Delta\sigma = \frac{\Delta U}{UR}. \quad (3.32)$$

Этот режим измерения характерен тем, что при освещении образца электрическое поле его сохраняется неизменным и существует линейная зависимость между измеряемым напряжением и фотопроводимостью.

Когда же сопротивление R выбирают много больше сопротивления образца, осуществляется режим постоянного тока и, как следует из (3.31),

$$\Delta\sigma = \frac{\Delta UR \sigma^2}{U - \Delta UR \sigma}, \quad (3.33)$$

т.е. зависимость $\Delta\sigma$ от ΔU снова нелинейна.

Выражения (3.22) и (3.24) справедливы при произвольном уровне возбуждения, т.к. никаких предположений относительно величины $\Delta\sigma$ не делалось. Однако если относительное изменение проводимости при освещении мало, т.е. $\Delta\sigma \ll \sigma$, то из (3.30)

$$\Delta\sigma = \frac{2U_{\sim}}{UR} (R\sigma + 1)^2, \quad (3.34)$$

где U_{\sim} — амплитуда переменного напряжения.

Выражение (3.34) показывает, что в случае низкого уровня возбуждения линейная связь между фотопроводимостью и измеряемым напряжением осуществляется при любой величине сопротивления R . С целью получения максимальной величины напряжения U_{\sim} сопротивление R выбирают равным сопротивлению образца, при этом

$$U_{\sim} = \frac{1}{8} U \frac{\Delta\sigma}{\sigma}. \quad (3.35)$$

3.6.3. Определение параметров полупроводников методом затухания фотопроводимости

Измерение затухания фотопроводимости используют для определения неравновесных параметров полупроводников. В частности, метод затухания фотопроводимости наряду с методом модуляции проводимости в точечном контакте является одним из основных методов измерения времени жизни носителей заряда. В отличие от последнего, он дает возможность достаточно просто оценивать уровень инжекции. Метод затухания фотопроводимости позволяет измерять время жизни носителей заряда на образцах из различных полупроводниковых материалов в интервале от нескольких микросекунд до единиц миллисекунд при точности 20%, а также скорость поверхностной рекомбинации, коэффициент диффузии, диффузионную длину и подвижность носителей заряда.

В основе метода затухания фотопроводимости лежит закон затухания во времени неравновесной проводимости, вызванной возбуждением светом. В некоторый момент времени полупроводниковая пластина, через которую пропускают небольшой электрический ток, освещается коротким импульсом света. После прекращения светового импульса возбужденные светом избыточные носители заряда рекомбинируют в объеме и на поверхности образца. Изменение падения напряжения на нагрузочном сопротивлении отражает закономерности процесса рекомбинации и диффузии избыточных носителей заряда и дает возможность определить ряд параметров полупроводникового материала.

Если фотопроводимость невелика, то изменение напряжения на образце пропорционально общему количеству избыточных носителей заряда, и поэтому

зависимость напряжения на образце от времени после прекращения импульса света описывается тем же законом, которому подчиняется уменьшение количества избыточных носителей заряда. Анализируя форму осциллограммы напряжения на образце, можно установить закон изменения концентрации носителей заряда во времени.

Пусть имеется однородный полупроводниковый образец в виде прямоугольного параллелепипеда, ограниченного плоскостями $x = 0$; $x = 2A$; $y = 0$; $y = 2B$; $z = 0$; $z = 2C$.

Положим, что полупроводник имеет электропроводность р-типа, и поэтому диффузия избыточных носителей заряда определяется электронами. Кроме того, допустим отсутствие центров захвата и низкий уровень возбуждения. Примем длительность светового импульса столь малой, что в момент его окончания, который принимается за начало отсчета времени ($t = 0$), неравновесные носители заряда равномерно распределены по всему объему кристалла и начинается процесс рекомбинации и диффузии.

Для того, чтобы найти закон затухания, необходимо решить уравнение непрерывности

$$\frac{\partial p}{\partial t} = D \frac{\partial^2 p}{\partial x^2} - \frac{p}{\tau}, \quad (3.36)$$

при начальном условии $p(x,0) = P_0$ и при граничных условиях

$$D \frac{\partial p}{\partial x} \Big|_{x=\pm \frac{x_0}{2}} = \pm sp,$$

где s — скорость поверхностной рекомбинации.

Решая уравнение методом разделения переменных, получим

$$p(x,t) = 4P_0 \exp(-t/\tau) \sum_{i=1}^{\infty} \frac{\sin(\eta_i \pi / 2)}{\eta_i \pi + \sin \eta_i \pi} \exp \left[-\frac{\pi^2 \eta_i^2 D t}{x_0^2} \right] \cos \eta_i \frac{\pi x}{x_0}. \quad (3.37)$$

Причем η_i являются корнями уравнения

$$\operatorname{ctg} \eta_i \frac{\pi}{2} - \eta_i \frac{\pi D}{s x_0} = 0. \quad (3.38)$$

Величина фотопроводимости равна

$$\Delta\sigma(x,t) = e\mu_p(b+1)p(x,t). \quad (3.39)$$

Средняя проводимость, не зависящая от x , равна

$$\Delta\sigma(t) = \frac{1}{x_0} \int_{-x_0/2}^{x_0/2} \Delta\sigma(x,t) dx = A \exp(-t/\tau) \sum_{i=1}^{\infty} A_i \exp\left(-\frac{\pi^2 \eta_i^2 D t}{x_0^2}\right), \quad (3.40)$$

где A и A_i — соответствующие константы.

Таким образом, решение получается в виде ряда, состоящего из суммы членов, каждый из которых затухает во времени по экспоненциальному закону. Избыточная концентрация носителей через некоторый промежуток времени будет определяться членом с наименьшим показателем экспоненты, т.е. содержащим величину η_1 :

$$\Delta\sigma(t) = \text{const} \cdot \exp(-t/\tau) \cdot \exp\left(-\frac{\pi^2 \eta_1^2 D t}{x_0^2}\right). \quad (3.41)$$

Следовательно, затухание становится чисто экспоненциальным

$$\Delta\sigma(t) = \text{const} \cdot \exp(-t/\tau_{\text{эфф}}), \quad (3.42)$$

где

$$\frac{1}{\tau_{\text{эфф}}} = \frac{1}{\tau} + \frac{\pi^2 \eta_1^2 D}{x_0^2}. \quad (3.43)$$

Находя из этого выражения η_1 и подставляя его в уравнение (3.37), можно получить формулу, по которой вычисляется величина скорости поверхностной рекомбинации

$$s = \sqrt{D \left(\frac{1}{\tau_{\text{эфф}}} - \frac{1}{\tau} \right)} \operatorname{tg} \left(\frac{\pi x_0}{2} \sqrt{\frac{1}{D} \left(\frac{1}{\tau_{\text{эфф}}} - \frac{1}{\tau} \right)} \right), \quad (3.44)$$

которое справедливо при

$$x_0 \ll D/s. \quad (3.45)$$

Схема установки для измерения времени релаксации фотопроводимости представлена на рис. 3.13. С помощью короткого светового импульса от импульсного источника света в образце генерируются избыточные носители заряда. Через образец от источника тока ИТ, работающего в режиме генератора тока, пропускается небольшой постоянный ток.

Увеличение проводимости образца, возникающее под воздействием светового возбуждения, приводит к уменьшению напряжения на нем. По окончании светового импульса напряжение на образце возвращается к первоначальному значению, следуя закону рекомбинации носителей заряда. Импульс напряжения с образца подается на усилитель У и воспроизводится в виде осциллограммы на экране осциллографа О. Анализируя форму кривой спада импульса, несложно определить постоянную времени его экспоненциального участка. При этом следует учитывать, что начальный, более быстрый спад импульса определяется высшими гармониками спада и поэтому не должен рассматриваться.

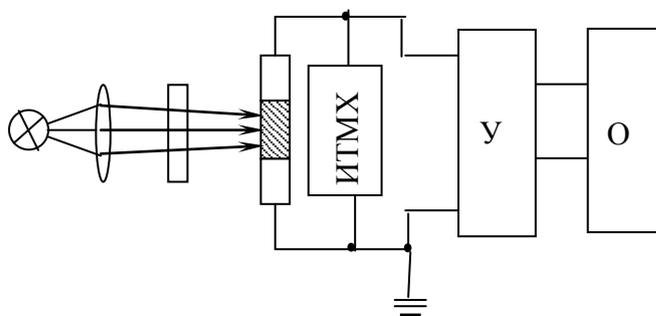


Рис. 3.13. Схема установки для измерения релаксации фотопроводимости

В качестве импульсных источников света обычно применяют газоразрядные импульсные лампы, наполненные инертными газами (или их смесями), чаще всего ксеноном и криптоном. При подаче импульсных напряжений на токовые и поджигающий электроды лампы в ней возникает газовый разряд, который гаснет через несколько микросекунд после прекращения тока. Для создания импульсов напряжения используется разряд конденсатора, частота следования импульсов составляет несколько десятков герц. Минимальное время затухания светового импульса составляет около 1 мкс, и эта величина ограничивает нижний предел значений $\tau_{эф.}$, которые могут быть измерены с помощью данного метода.

В других способах получения импульсов света с малой длительностью фронта нарастания и спада используют модулятор с ячейкой Керра, электролюминесцентные элементы с р-п переходами из карбида кремния, соединений $A^{III}B^V$ и их твердых растворов.

Ячейка Керра основана на электрооптическом эффекте, при котором в оптически изотропной среде под воздействием электрического поля возникает двойное лучепреломление. Линейно поляризованный свет, попадая в среду с двойным лучепреломлением, становится эллиптически поляризованным и проходит через анализатор, который не пропускает линейно поляризованный свет. Постоянная времени электрооптического эффекта Керра составляет 10^{-9} с, с модуляторами этого типа можно получать прямоугольные световые импульсы с фронтами 10^{-7} – 10^{-8} с.

Электролюминесцентные источники с р-п переходами представляют собой излучающие диоды, излучение которых возникает вследствие рекомбинации носителей заряда при смещении р-п перехода в прямом направлении. В излучающих диодах возможна как краевая, так и примесная люминесценция, вызванная рекомбинацией избыточных носителей заряда на уровнях примесей. Излучающие диоды изготавливают на основе карбида кремния, арсенида и фосфида галлия и их твердых растворов.

Возбуждая такие источники света переменным током или импульсами тока с соответствующими параметрами, получают импульсы света. Причем передний и задний фронты зависят от времени жизни носителей заряда в этих материалах, которая равна 10^{-7} – 10^{-9} с.

Значительные ошибки при измерениях могут появиться из-за влияния фотоЭДС, возникающей в образце при освещении контакта или из-за неоднородности образца. Чтобы предотвращать эти ошибки, необходимо проверять однородность образца и тщательно экранировать контакты от попадания на них света. Расстояние от контакта до освещения части образца должно быть больше нескольких диффузионных длин, чтобы процессы рекомбинации на контактах не влияли на спад фотопроводимости образца.

В ряде случаев, особенно при измерениях на образцах кремния, кривая спада фотопроводимости имеет длинноволновую составляющую, обусловленную уровнями захвата. Для устранения их влияния эффективным средством является постоянная подсветка образца.

Для быстрого выполнения измерений, повышения их точности и удобства анализ осциллограммы производят непосредственно на экране осциллографа путем сравнения с вспомогательной экспонентой. Это экспоненциальное напряжение получают от специальной RC-цепочки, включенной в цепь фотоэлемента, на который подается тот же импульс света, что и на образец. При совпадении постоянной времени RC-цепочки и кривой затухания фотопроводимости осциллограмма спрямляется, и величину времени жизни отсчитывают по калибровочной шкале RC-цепочки. С целью исключения высших гармоник эту операцию производят на участке осциллограммы, отстоящем от начала спада не менее чем на 2τ .

3.6.4. Фазовый и частотный методы измерения времени жизни

Фазовый и частотный методы измерения времени жизни основаны на использовании инерционности процесса фотопроводимости, связанной с конечной величиной времени жизни избыточных носителей заряда. При возбуждении носителей заряда светом, интенсивность которого изменяется во времени, например, по синусоидальному закону, фотопроводимость и фототок образца воспроизводят изменение интенсивности света с некоторым запаздыванием, т.е. возникает фазовый сдвиг между световым возбуждением и фототоком. При этом фазовый угол зависит от объемного времени жизни носителей заряда и скорости поверхностной рекомбинации. Таким образом, измеряя величину фазового сдвига, можно определить время жизни носителей заряда в образце.

Наличие фазового сдвига фототока приводит к тому, что при увеличении частоты изменения интенсивности света начинает уменьшаться величина фототока, т.е. начинает проявляться частотная зависимость фототока. Зависимость фототока, так же, как и фазовый угол, связана с величиной времени жизни, которую можно найти по зависимости амплитуды фототока от частоты изменения света.

В простейшем случае изменение проводимости со временем при освещении полупроводника синусоидально модулированным светом происходит по закону:

$$\Delta\sigma(t) = \frac{\Delta\sigma_0}{\sqrt{1 + (\omega\tau)^2}} \cos[\omega t - \arctg(\omega\tau)], \quad (3.46)$$

т.е. в установившемся режиме как амплитуда, так и фаза

$$\varphi = \arctg(\omega\tau) \quad (3.47)$$

зависят от величины эффективного времени жизни носителей заряда в образце.

Более точный анализ с учетом поверхностной рекомбинации показывает, что ее наличие ведет к уменьшению фазового угла между сигналом фотопроводимости и возбуждающим светом. Условие (3.47) справедливо только при $s = 0$; при наличии поверхностной рекомбинации фазовый угол выражается сложной функцией, зависящей от многих параметров,

$$\operatorname{tg}\varphi = -\omega\tau F(\alpha L, \omega/L, s, \omega), \quad (3.48)$$

модуль функции $|F(\dots)| < 1$, и уменьшается при увеличении любого из этих параметров.

На исследовании зависимости амплитуды переменной составляющей фотопроводимости от частоты модуляции света основан так называемый частотный метод определения времени жизни и квантового выхода фототока. Амплитуда фототока, так же, как и фазовый угол, связана с величиной времени жизни, которую можно найти по зависимости амплитуды фототока от частоты изменения света.

При малой частоте модуляции, когда выполняется условие $\omega\tau \ll 1$, амплитуда достигает максимального значения. Если экспериментально измерить частотную зависимость амплитуды переменной составляющей фототока, то из отношения фототока при достаточно большой частоте модуляции к фототоку при $\omega \rightarrow 0$ получим соотношение

$$\frac{I(\omega t)}{I(0)} = \frac{\Delta\sigma(\omega \dots t)}{\Delta\sigma(0)} = \frac{1}{\sqrt{1+(\omega\tau)^2}}, \quad (3.49)$$

из которого можно найти время жизни.

Например, когда $\omega\tau = 1$,

$$\frac{I(\omega t)}{I(0)} = \frac{1}{\sqrt{1+(\omega\tau)^2}} = \frac{\sqrt{2}}{2} \approx 0,71, \quad (3.50)$$

и для нахождения τ достаточно определить частоту модуляции, при которой отношение амплитуд сигналов равно 0,71.

На основе частотного метода созданы автоматизированные установки для измерения распределения времени жизни по длине монокристаллических слитков. Минимальное время жизни, которое можно измерить на таких установках, обычно не меньше нескольких десятков микросекунд.

Определить τ можно путем исследования сдвига фаз между фототоком и световым сигналом. Обычно измерение разности фаз с этой целью производят методом компенсации. Метод компенсации состоит в том, что вначале световой сигнал преобразуют в тождественный ему по фазе электрический сигнал с помощью безинерционного приемника излучения. Затем электрический сигнал, совпадающий по фазе со световым, сдвигается по фазе посредством фазовращающего устройства так, чтобы его фаза совпала с фазой фототока образца. Схема для определения времени жизни методом компенсации сдвига фаз изображена на рис. 3.14.

Световой поток от источника света, модулированный по синусоидальному закону модулятором М, через оптическую систему ОС и фильтр Ф направляется на образец. Напряжение, пропорциональное фототоку, снимается с сопротивления нагрузки R_n и через усилитель У подается на вертикальный вход осциллографа О.

Часть светового потока, отраженная зеркалом Z , попадает на вакуумный фотоэлемент $\Phi Э$, инерционностью которого можно пренебречь по сравнению с инерционностью фототока полупроводникового образца. Сдвигая фазу фототока в цепи фотоэлемента с помощью фазовращателя, в качестве которого в простейшем случае используется RC -цепочка, можно сделать её совпадающей с фазой фототока образца. Отсутствие разности фаз фиксируется осциллографом с помощью фигуры Лиссажу, которая при совпадении фаз двух сигналов из эллипса превращается в наклонную прямую.

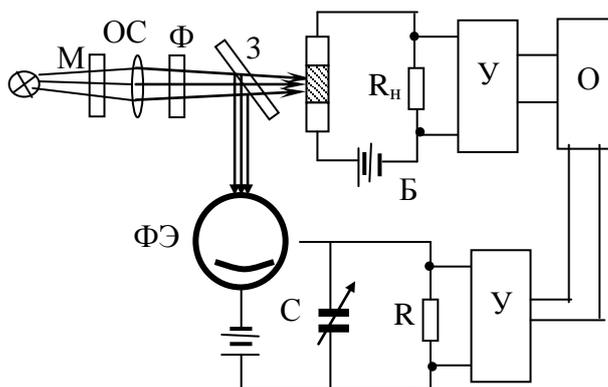


Рис. 3.14. Схема установки для измерения времени жизни путем исследования сдвига фаз между фототоком и световым сигналом

Если шкалу фазовращающей цепочки проградуировать в единицах времени, то при отсчете по шкале фазометра в моменты компенсации определяют непосредственно время жизни. Условие компенсации можно получить при произвольной частоте модуляции света, однако чувствительность и точность измерений существенно зависят от значения этой частоты.

3.6.5. Измерение спектров поглощения

Оптические методы исследования свойств полупроводников отличаются большой универсальностью: такими методами можно исследовать монокристаллы и поликристаллы, пленки и порошки полупроводниковых материалов. Фундаментальные оптические свойства полупроводников связаны с электронами валентной зоны и зоны проводимости. Поскольку ширина запрещенной зоны полупроводников, имеющих техническое применение (Ge , Si , SiC , соединения $A_{III}B_V$, $A_{II}B_{VI}$), обычно не превышает нескольких электронвольт, коротковолновая граница спектра, используемого при исследовании полупроводников, обычно составляет около $0,2$ мкм. Длинноволновая граница спектра соответствует переходам электронов между мелкими уровнями, лежащими в запрещенной зоне, и соответствующей валентной зоне или зоной проводимости полупроводников. Эта величина обычно ограничивается длиной волны ~ 100 мкм. Для таких полупроводников, как германий и кремний, интересен диапазон длин

волн от 0,75 до 25 мкм. В настоящее время выпускаются промышленные оптические приборы, перекрывающие указанные диапазоны.

Для определения фундаментальных параметров полупроводников широко используются методы измерения спектров поглощения. В тех участках спектра, где вещество селективно поглощает, величина прошедшего потока излучения становится меньше, образуя в спектре падающего на вещество излучения полосы поглощения, которые и составляют исследуемый спектр. Измерение спектра поглощения сводится к измерению зависимости энергии потока излучения, прошедшего через вещество, от длины волны. Для этой цели излучение от источника (чаще всего непрерывного спектра) пропускают через исследуемое вещество и направляют на входную щель монохроматора. Поток, выходящий из монохроматора, направляется на приемник излучения, сигнал которого после усиления измеряется прибором или регистрируется при сканировании спектра. Схема классического спектрометра для измерения спектра поглощения приведена на рис. 3.15.

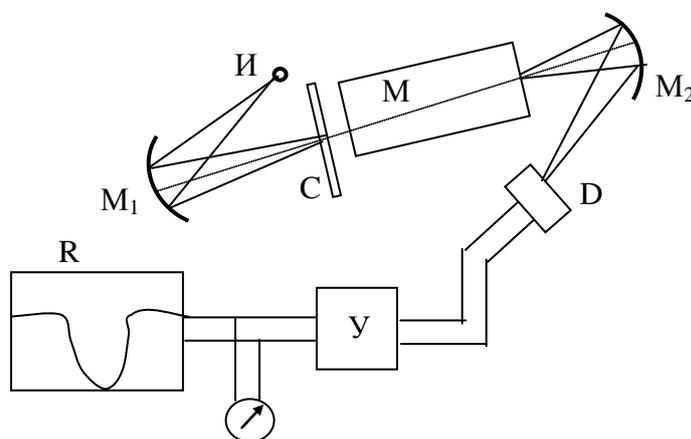


Рис. 3.15. Схема однолучевого спектрометра для измерения спектров поглощения: И — источник непрерывного спектра; С — исследуемое вещество; М — монохроматор; D — приемник излучения; М₁ и М₂ — зеркала; У — усилитель; R — регистрограмма

Создание перестраиваемых по частоте лазеров позволяет измерять спектр поглощения без применения спектрального прибора — путем прямого определения зависимости потока излучения, прошедшего через вещество от длины волны.

Для исключения зависимости регистрируемого спектра поглощения $I(d, \lambda)$ от спектра источника вводят несколько величин, характеризующих только поглощающее вещество. Таких величин четыре:

- 1) коэффициент пропускания T , определяемый соотношением

$$T(\lambda) = \frac{I}{I_0} = \exp[-\alpha \cdot d], \quad (3.51)$$

где I — интенсивность излучения, прошедшего через слой поглощающего вещества толщиной d ; I_0 — интенсивность излучения, падающего на исследуемое вещество. Он изменяется в пределах $0 < T < 1$ и обычно выражается в процентах ($0 < T < 100$ %). Зависимость $T(\lambda)$ часто называют спектром пропускания (рис. 3.16а).

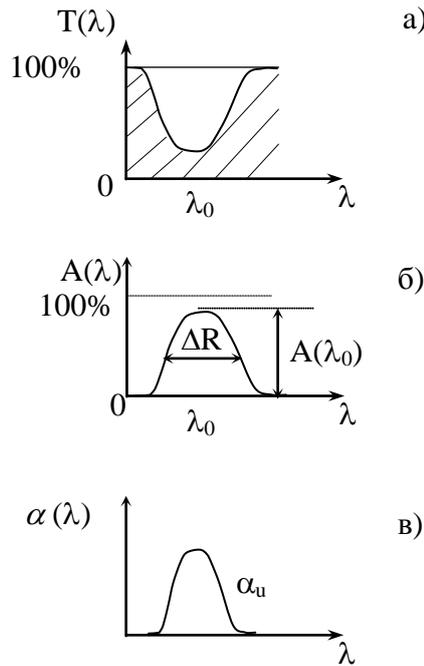


Рис. 3.16. Способы представления спектров поглощения:
 а) T от λ ; б) A от λ , в) α от λ

2) коэффициент поглощения A , определяемый отношением поглощенной энергии к энергии, падающей на вещество:

$$A(\lambda) = \frac{I_0 - I}{I_0} = 1 - T(\lambda). \quad (3.52)$$

Величина $A(\lambda)$ изменяется в пределах $0 < A < 1$ (рис. 3.16б).

3) оптическая плотность поглощающего вещества D , определяемая соотношением

$$D(\lambda) = \ln \frac{I_0}{I} = \ln \left(\frac{1}{T(\lambda)} \right) = \alpha d. \quad (3.53)$$

Оптическая плотность линейно связана с $\alpha(\lambda)$ и d .

4) показатель поглощения $\alpha(\lambda)$, определяемый соотношением

$$\alpha(\lambda) = \frac{D(\lambda)}{d} = \frac{1}{d} \ln \left(\frac{1}{T(\lambda)} \right). \quad (3.54)$$

Величина $\alpha(\lambda)$ характеризует природу поглощающего вещества, т.е. является его спектроскопической характеристикой.

Для измерения спектров поглощения обычно непосредственно определяется коэффициент пропускания $T(\lambda)$, через который можно найти и другие характеристики спектра.

Современные оптические приборы подразделяются на спектрографы, спектрометры и спектрофотометры. В спектрографах спектр регистрируется при помощи фотографической пластинки. К таким приборам относятся, например, спектрографы типа ИСП-28, ИСП-51. В спектрометрах ИКС-12, ИКС-21 регистрируется положение спектральной линии, т.е. определяется её длина волны и интенсивность потока излучения.

В спектрофотометрах ИКС-14, ИКС-22, ИР-10, ИР-20 определяется длина волны или волновое число и коэффициент пропускания для данной длины волны равный, например, отношению I_x/I_0 , где I_x — интенсивность излучения, прошедшего через вещество, I_0 — интенсивность излучения, падающего на образец, или проходящего через контрольный образец.

Для того, чтобы упростить процедуру регистрации спектра поглощения, часто используют двухлучевые спектрофотометры, которые позволяют сравнивать интенсивность света от источника света с интенсивностью света, проходящего через исследуемый образец, или интенсивностью света, проходящего через исследуемый и контрольный образцы. Оптическая схема одного из приборов такого класса представлена на рис. 3.17.

Свет от источника 1 направляется сферическими зеркалами 2, 3, 4, 5 в каналы I и II. В плоскость, в которой установлены компенсирующий клин 6 и фотометрический клин 7, проектируется изображение источника света с увеличением $1,85^*$. Образец О помещают в канал I. Свет, отраженный зеркалами 8, 9, 10 и зеркальной поверхностью прерывателя 11, направляется на торическое зеркало 12. Прерываемые попеременно пучки света направляются зеркалами 12, 13 на входную щель 14 и фокусируются в плоскости этой щели.

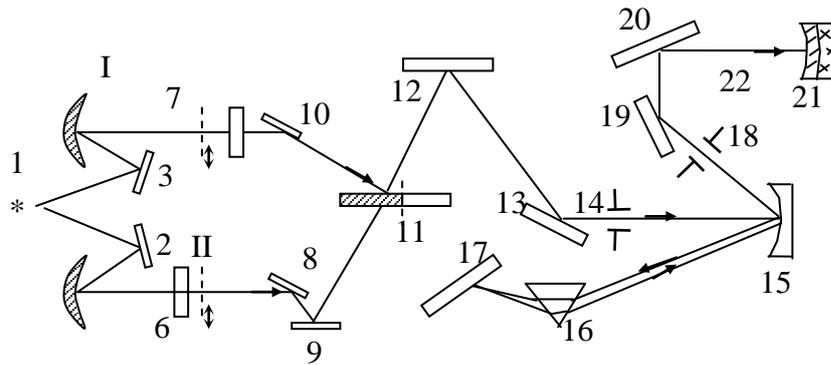


Рис. 3.17. Оптическая схема двухлучевого спектрометра

Пройдя входную щель, свет попадает на параболический зеркальный объектив 15 и, отразившись от него, разлагается в спектр призмой 16. Разложенный в спектр свет, отразившись от зеркала Литтрова 17, вторично проходит призму и фокусируется объективом 15 на выходную щель 18. При повороте зеркала 17 на выходную щель направляются лучи различных длин волн. Изображение выходной щели проектируется зеркалами 19, 20 и эллиптическим зеркалом 21 на приемную площадку болометра 22 с уменьшением 12^* . Зеркало 20 состоит из двух частей: полированной и матовой. Матовая часть зеркала 20 устанавливается для устранения рассеянного света в длинноволновой части спектра.

Щели монохроматора — симметричные и раскрываются одновременно в пределах 0,01–3 мм. Для компенсации кривизны изображения спектра, вносимой призмой, лезвия ножей входной щели изготовлены изогнутыми; благодаря этому на входную щель приходит выпрямленное изображение спектра.

Общий недостаток спектрометров — это необходимость их градуировки. Для градуировки наиболее часто применяют эталонные спектры. В ультрафиолетовой и видимой области используются линии ртути, а в инфракрасной — спектры поглощения паров жидкостей, например CO_2 , хлороформа и др. Для каждой призмы, а также при их смене необходима повторная градуировка.

3.6.6. Определение параметров полупроводников из спектров поглощения

Оптические переходы, приводящие к появлению избыточных носителей в зоне проводимости в полупроводниках, бывают двух типов: прямые и непрямые. При непрямых переходах электронов из зоны в зону поглощаются или испускаются фононы. Прямые переходы проходят без участия фононов и играют существенную роль только тогда, когда экстремумы зоны проводимости и валентной зоны находятся при одном и том же значении квазиимпульса. Если же минимум зоны проводимости и максимум валентной зоны расположены при различных значениях квазиимпульса, то в этих случаях наблюдаются непрямые переходы. При непрямых переходах происходит либо поглощение фотона и фонона, либо поглощение фотона и испускание фонона. Непрямые переходы

наблюдаются в германии, кремнии, карбиде кремния и других полупроводниках. Вид переходов играет существенную роль при выборе полупроводникового материала для квантовых генераторов. Тип оптических переходов определяют по виду экспериментальной спектральной зависимости поглощения вблизи основной полосы, сравнивая её с кривой, рассчитанной теоретически.

Существует пять процессов поглощения в полупроводниках в области собственного и примесного поглощения:

- поглощение, связанное с переходами через запрещенную зону.
- поглощение, связанное с переходами в пределах одной зоны (поглощение на свободных носителях).
- примесное поглощение.
- поглощение на колебаниях решетки.
- экситонное поглощение.

Исследуя различные процессы поглощения, можно определить те или иные параметры полупроводников. Рассмотрим некоторые из них.

1. Поглощение, связанное с переходами через запрещенную зону.

Этому процессу сопутствует собственная фотопроводимость. Зависимость коэффициента поглощения в этой области от энергии фотонов (от длины волны) позволяет определить следующие свойства полупроводника:

а) ширину запрещенной зоны ΔE и её зависимость от температуры, давления, электрического и магнитного поля, концентрации примесей. Если полупроводник — твердый раствор, то можно определить зависимость ширины запрещенной зоны от состава компонентов полупроводника, например при исследовании свойств соединений Ge-Si или $(\text{GaAs})_x(\text{GaP})_{1-x}$;

б) зонную структуру, т.е. зависимость энергии от квазиимпульса;

в) типы колебаний решетки (спектр фотонов).

Так, например, из теории следует, что зависимость коэффициента поглощения от энергии квантов света имеет следующий вид:

$$\alpha_{\text{прям.}} \approx (h\nu - \Delta E)^{1/2}, \quad (3.55)$$

$$\alpha_{\text{непрям.}} \approx (h\nu - \Delta E \pm h\nu_{\text{фононов}})^z, \quad (3.56)$$

где $2 \leq z \leq 3$.

Построив спектральную зависимость поглощения в координатах $\alpha^2 \propto f(h\nu)$ для прямозонного полупроводника (рис. 3.18а), или $\alpha^{1/2} \propto f(h\nu)$ для непрямозонного (рис. 3.18б), можно получить линейные участки этих зависимостей в некотором интервале значений энергий фотонов. Для прямозонного полупроводника пересечение продолжения этой прямой с осью абсцисс позволяет определить ширину запрещенной зоны.

В области непрямых переходов зависимость $\alpha^{1/z}$ от ν представляется в виде прямой линии с изломом (рис. 3.18б). В области больших энергий процесс происходит с испусканием фонона, т.е. $\alpha_{непрям}^{1/z} \approx \Delta E + h\nu_{фон}$. Вблизи края поглощения $\alpha^{1/z} \approx \Delta E - h\nu_{фон}$. Исследуя зависимость α от $h\nu$, можно определить как ширину запрещенной зоны ΔE , так и спектр фононов исследуемой кристаллической решетки $h\nu_{фононов}$.

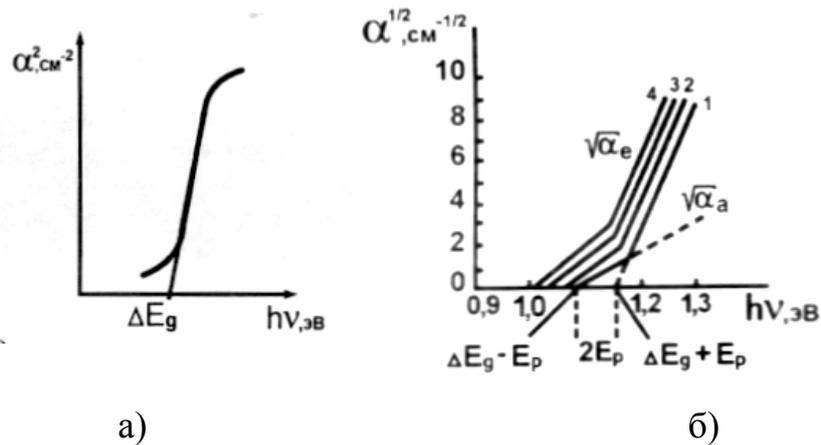


Рис. 3.18. Определение ширины запрещенной зоны из спектра собственного поглощения света в прямозонном (а) и непрямозонном полупроводниках при температурах: 1 – $T = 195$ К; 2 – $T = 245$ К; 3 – $T = 290$ К; 4 – $T = 333$ К

2. Поглощение, связанное с переходами в пределах одной зоны (поглощение на свободных носителях).

Спектр поглощения существенно различается для зоны проводимости и валентной зоны. Для электронов в широком диапазоне спектра $\alpha \approx \lambda^2$. Для дырок в определенной области спектра зависимость сложнее: она определяется переходами из одной ветви валентной зоны в другую, так как во многих случаях валентная зона является вырожденной при значениях квазиимпульса, равных нулю. Изучая поглощение такого рода можно определить: а) эффективные массы проводимости электронов и дырок; б) структуру валентной зоны; в) концентрацию свободных носителей по положению пика поглощения.

Например, в той области, где $\omega\tau \gg t^*$, α можно определить из выражения

$$\alpha = \frac{N\lambda_0^2 e^3}{4\pi^2 \varepsilon_0 m_n^* c^3 n \mu_n}, \quad (3.57)$$

если N – (концентрация носителей заряда) и μ_n (подвижность) найдены другими, например, из эффекта Холла. λ_0 – длина волны в вакууме, ε_0 – диэлектрическая проницаемость вакуума, n – коэффициент преломления, c – скорость света в вакууме.

3. Примесное поглощение.

Этот вид поглощения связан с переходами между локальным уровнем, расположенным в запрещенной зоне, и зоной проводимости или валентной зоной. Примесное поглощение обычно исследуют при концентрации примесей более чем 10^5 атом/см³ и низких температурах. В частности, для примесей III и V групп в германии и кремнии измерения следует проводить при температуре жидкого гелия, а для глубоких уровней (Ni, Fe, Cu, Au др., когда $\Delta E \approx 0,1$ – $0,5$ эВ) при температуре жидкого азота. При большом содержании таких примесей возможно вести измерения и при комнатной температуре. Для полупроводниковых соединений типа $A^{II}B^{VI}$, таких как CdS, энергия ионизации примесей составляет 0,5–1 эВ при ширине запрещенной зоны порядка несколько электронвольт. При этом измерение спектров поглощения можно производить при комнатной температуре и в области длин волн, соответствующих видимому и ближнему инфракрасному участку спектра.

Исследуя примесное поглощение, можно определить энергию активации примесного уровня, а зная сечение фотоионизации σ , можно оценить концентрацию примеси: $N = \alpha/\sigma$.

Различные дефекты, такие как вакансии и дислокации, также дают характерные спектры поглощения. Повышенное содержание дефектов вблизи края поглощения приводит обычно к увеличению коэффициента поглощения. Исследование величины коэффициента поглощения — чувствительный метод определения совершенства структуры и чистоты материала.

4. Поглощение на колебаниях решетки.

Спектр такого поглощения имеет вид пиков в определенной области длин волн. Полупроводниковые соединения $A^{III}B^V$, состоящие из атомов разного типа, можно рассматривать как набор электрических диполей. Под действием света эти диполи могут поглощать энергию электромагнитного поля, и наибольшее взаимодействие будет наблюдаться при совпадении частоты излучения с частотой колебания диполя. Обычно это имеет место в далекой инфракрасной области спектра.

Наибольшее практическое значение имеет измерение поглощения в кремнии, связанное с присутствием в решетке кремния атомов кислорода.

Контрольные вопросы

1. Назовите величину, представляющую отношение скорости дрейфа носителей заряда к напряженности электрического поля.
2. Укажите единицы измерения подвижности носителей заряда.
3. Подвижность каких носителей заряда больше: электронов или дырок?
4. Дайте характеристику методов измерения дрейфовой подвижности.
5. Дайте определение времени жизни неравновесных носителей заряда.
6. Какими методами можно измерить время жизни неравновесных носителей заряда.
7. Какими механизмами обусловлена монополярная и биполярная фотопроводимость?
8. Как различается характер изменения концентрации неравновесных носителей заряда при малом и большом уровнях возбуждения?
9. Чем обусловлен колоколообразный вид спектра собственной фотопроводимости полупроводника?
10. Чем различаются режимы постоянного поля и постоянного тока при измерении фотопроводимости?
11. Как обеспечить максимальную чувствительность фотопроводимости?
12. Как определить время жизни неравновесных носителей заряда из временной зависимости частотно модулированной фотопроводимости?
13. Как определить время жизни носителей заряда методом сдвига фаз?
14. Как определить время жизни носителей заряда методом затухания фотопроводимости?
15. Как определить время жизни носителей заряда методом модуляции проводимости точечным контактом?
16. Охарактеризуйте основные типы спектральных приборов и назовите их основные узлы.
17. Опишите принцип действия двухлучевого спектрометра.
18. Назовите основные механизмы поглощения света в полупроводниках.
19. Как определить ширину запрещенной зоны и характер межзонных переходов в полупроводниках? Как влияет температура на положение края собственного оптического поглощения?
20. Как определить энергию фононов из спектра фундаментального поглощения?
21. Охарактеризуйте основные источники погрешностей при определении запрещенной зоны полупроводника.

4. МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ

4.1. Классификация и особенности механических испытаний

Многообразие условий эксплуатации и обработки конструкционных материалов предопределяет необходимость проведения большого числа механических испытаний. Они классифицируются по разным принципам. Один из них — схема напряженного или деформированного состояния. Всего существует восемь схем. Они сведены в табл. 4.1 вместе с соответствующими примерами реализации в различных испытаниях и условиях эксплуатации (рис. 4.1).

Приведенные в табл. 4.1 схемы применимы, строго говоря, лишь в области упругой и равномерной деформации. В процессе реальных испытаний, особенно после начала сосредоточенной пластической деформации, эти схемы могут значительно изменяться. Помимо напряженного, важное значение при механических испытаниях имеет деформированное состояние, возникающее в материале образца. В большинстве случаев испытаний деформированное состояние гораздо сложнее напряженного состояния.

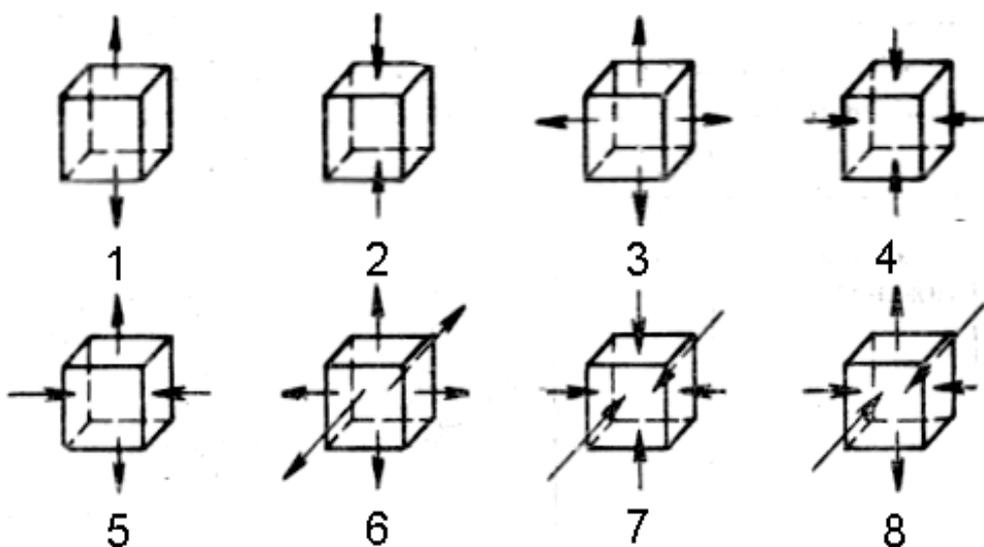


Рис. 4.1. Схемы напряженного состояния при различных испытаниях:
1 – одноосное растяжение; 2 – одноосное сжатие; 3 – двухосное растяжение;
4 – двухосное сжатие; 5 – равноименное напряженное состояние;
6 – трехосное растяжение; 7 – трехосное сжатие; 8 – равноименное объемное напряженное состояние

Схемы напряженного или деформированного состояния

Напряженное состояние		Схема напряженного состояния	Примеры реализации
Линейное	Одноосное растяжение	Рис. 4.1 (1)	Испытание на растяжение образцов без надреза
	Одноосное сжатие	Рис. 4.1 (2)	Испытания на сжатие
Плоское	Двухосное растяжение	Рис. 4.1 (3)	Изгиб широкого образца
	Двухосное сжатие	Рис. 4.1 (4)	Кольцевое сжатие образцов по боковой поверхности
	Разноименное напряженное состояние	Рис. 4.1 (5)	Кручение цилиндрического стержня
Объемное	Трехосное растяжение	Рис. 4.1 (6)	Гидростатическое растяжение в центре нагреваемого шара. Растяжение цилиндрического образца с кольцевым надрезом
Объемное	Трехосное сжатие	Рис. 4.1 (7)	Гидростатическое сжатие. Испытание на твердость вдавливанием индентора
	Разноименное объемное напряженное состояние	Рис. 4.1 (8)	Растяжение образца с шейкой под гидростатическим давлением

При любом способе нагружения в материале возникают нормальные и касательные напряжения. Рост касательных напряжений приводит к пластической деформации материала и вязкому разрушению, в то время как нормальные напряжения приводят к упругой деформации и к хрупкому разрушению. Отношение максимальных касательных τ_{max} к максимальным нормальным напряжениям σ_{max} , действующим в материале, зависит от способа нагружения и называется коэффициентом жесткости нагружения α

$$\alpha = \tau_{max} / \sigma_{max} \quad (4.1)$$

Второй принцип классификации механических испытаний основан на способе нагружения образца в процессе испытания. В основном используют два способа нагружения образца:

1) путем его деформации с заданной скоростью и измерением сил сопротивления образца этой деформации и

2) подачей постоянной нагрузки (напряжения) на образец с измерением возникающей при этом деформации.

Наиболее распространен первый способ, обеспечивающий возможность непрерывного измерения и записи силы сопротивления образца деформированию. Он используется практически во всех разновидностях статических испытаний. Второй способ нагружения (например, при испытании на ползучесть, длительную прочность, замедленное разрушение) применяется реже.

Механические испытания можно классифицировать также по характеру изменения нагрузки во времени. По этому принципу нагрузки подразделяют на *статические*, *динамические* и *циклические*. Статические нагрузки относительно медленно возрастают от нуля до некоторой максимальной величины (обычно секунды–минуты). При динамическом нагружении это возрастание происходит за очень короткий промежуток времени (доли секунды). Циклические нагрузки характеризуются многократными изменениями по направлению и (или) по величине.

В соответствии с характером действующих нагрузок различают статические, динамические и усталостные испытания.

Статические испытания отличаются плавным, относительно медленным изменением нагрузки образца и малой скоростью его деформации. Наиболее важны следующие разновидности статических испытаний, отличающиеся схемой приложения нагрузок к образцу (т.е. схемой напряженного состояния): одноосное растяжение, одноосное сжатие (в дальнейшем — просто растяжение, сжатие), изгиб, кручение, растяжение и изгиб образцов с надрезом и трещиной (плоские и объемные схемы напряженного состояния).

Динамические испытания характеризуются приложением к образцу нагрузок с резким изменением их величины и большой скоростью деформации. Длительность всего испытания не превышает сотых–тысячных долей секунды. В результате динамических испытаний определяют величину полной или удельной работы динамической деформации, а также величину остаточной деформации образца (абсолютной или относительной). Динамические испытания чаще всего проводят по схеме изгиба.

Испытания на усталость проводят при многократном приложении к образцу изменяющихся нагрузок. Такие испытания обычно длительны (часы–сотни часов), по их результатам определяют число циклов до разрушения при разных значениях напряжений, а в конечном итоге — то предельное напряжение, которое образец выдерживает без разрушения в течение определенного числа циклов нагружения.

Помимо рассмотренных статических, динамических и усталостных, различают еще две большие специфические группы испытаний. Первая из них — *испытания на твердость*, в которых оценивают различные характеристики сопротивления деформации или, реже, разрушению поверхностных слоев образца при взаимодействии их с другим телом — индентором. Большинство испытаний на твердость — статические.

Вторая группа — *испытания на ползучесть и длительную прочность*. Их обычно проводят при повышенных температурах для оценки характеристик жаропрочности. Образцы здесь в течение всего испытания находятся под постоянным напряжением или нагрузкой. При испытании на ползучесть измеряют величину деформации в зависимости от времени при разных напряжениях в образце, а при испытании на длительную прочность оценивают время до разрушения под действием различных напряжений.

Как видно, методы проведения испытаний весьма разнообразны. К тому же они проводятся при разных температурах, начиная от очень низких отрицательных и кончая температурами в интервале плавления, в разных средах и т. д. Все это вполне естественно, ибо отражает разнообразие условий эксплуатации и обработки металлов и сплавов, которые в конечном итоге пытаются моделировать испытаниями.

Большинство характеристик механических свойств конструкционных материалов не является их физическими константами. Они в сильной степени зависят от условий проведения испытаний. Поэтому необходимо выполнение определенных условий проведения испытаний, которые бы обеспечили постоянство результатов при многократном повторении испытаний, так чтобы эти результаты в максимальной степени отражали свойства материала, а не влияние условий испытания, и могли войти в справочники. Условия, обеспечивающие такое постоянство и сопоставимость результатов, называются условиями подобия механических испытаний.

Для соблюдения условий подобия образцы следует подвергать испытаниям при одинаковой схеме напряженного состояния и в одинаковых физических условиях. Отсюда следует необходимость соблюдения трех видов подобия:

- 1) геометрического (форма и размеры образца);
- 2) механического (схема и скорость приложения нагрузок);
- 3) физического (внешние физические условия).

Условие геометрического подобия сводится к тому, что испытываемые образцы должны иметь геометрически подобную форму. Форма и размеры образца влияют на результаты испытания через схему напряженного состояния, которая зависит от формы тела и определенного расположения точек приложения нагрузок. Еще в большей степени на напряженное состояние в образце влияет схема приложения нагрузок. В общем виде механическое подобие заключается в том, что в сходственных сечениях рабочей части образцов возникают тождественное напряженное состояние и одинаковая относительная деформация.

Необходимость физического подобия для получения воспроизводимых и сопоставимых результатов испытаний совершенно очевидна и не требует специальных разъяснений. Когда необходимо получение сопоставимых данных по свойствам разных материалов, соблюдение физического подобия усложняется. Например, сравнение механических свойств разных металлов и сплавов при одной температуре может быть при решении определенных задач лишено физического смысла. Механические свойства, в частности прочностные, связаны с температурой начала плавления материала: при прочих равных условиях чем выше эта температура, тем выше прочностные характеристики при заданной температуре испытания. Поэтому сопоставление свойств разных конструкционных материалов более правильно проводить при одинаковых гомологических температурах, т.е. одинаковых отношениях абсолютных температур испытания и плавления $T_{исп}/T_{пл}$ (в градусах Кельвина).

Для получения сопоставимых результатов и правильного их анализа, кроме соблюдения трех перечисленных условий подобия, большое значение имеет методика изготовления образцов для испытания. Способ изготовления образца должен быть таким, чтобы в последнем создавалась структура, идентичная структуре соответствующей детали.

Структура реальных металлов и сплавов и распределение ее дефектов неодинаковы даже в пределах одного образца. Поэтому механические свойства, определяемые структурой и дефектами, строго говоря, различны для разных объемов одного образца. В результате те характеристики механических свойств, которые мы должны оценивать при испытаниях, являются среднестатистическими величинами, дающими суммарную, математически наиболее вероятную характеристику всего объема образца, который принимает участие в испытании. Даже при абсолютно точном замере механических свойств они будут неодинаковы у разных образцов из одного и того же материала. Инструментальные ошибки определения характеристик свойств, связанные с измерением нагрузок, деформаций, размеров и т. д., еще более увеличивают разброс экспериментальных результатов. Поэтому механические испытания требуют статистической обработки результатов, т.е. оценки среднего значения свойств и ошибки в определении этого среднего, а также выбора минимально необходимого числа образцов (или замеров) для оценки среднего значения с заданной точностью. Эти задачи являются стандартными для статистической обработки результатов любых измерений.

4.2. Методы определения упругих свойств

Упругие свойства часто называют константами потому, что они подобно физическим и в отличие от большинства механических свойств не зависят от метода определения, а являются постоянными для данного материала и определенных внешних условий.

Упругая деформация в твердом теле развивается с очень большой скоростью, соответствующей скорости распространения звука в данном материале. Для стали, например, эта скорость составляет 5000, для меди 3670, для свинца 1320 м/с, что значительно выше скоростей деформирования не только при статическом, но и динамическом нагружении. Поэтому величина упругих констант не должна зависеть от скорости нагружения, и они могут определяться по результатам любых испытаний.

Некоторые упругие свойства могут быть определены с помощью стандартных статических испытаний. Так, по результатам испытаний на одноосное растяжение оценивают модуль Юнга E , на кручение — модуль сдвига G . Однако чаще модули упругости измеряют с использованием специальных динамических методов, отличающихся более высокой точностью, а коэффициент Пуассона находят по результатам рентгеноструктурного анализа, определяя период решетки упруго-напряженного образца вдоль и поперек направления деформации. Повышенная точность динамических методов определения модулей упругости объясняется возможностью измерений при малых деформациях, когда явления неупругости (см. следующий раздел) еще пренебрежимо малы. Эти явления могут вызывать также завышение экспериментально определяемых значений коэффициента Пуассона. Последний у металлов обычно заметно увеличивается при повышении уровня напряжений, создающих измеряемые продольную и поперечную деформации. Чем ниже используемое в эксперименте напряжение, тем ближе коэффициент Пуассона к 0,25.

Особенно хорошо разработаны динамические методы определения модуля сдвига G и модуля нормальной упругости E . Все динамические методы базируются на том, что частота колебаний исследуемого образца (резонансные методы) или скорость звука в нем (импульсные методы) зависят от констант упругости.

При использовании резонансных методов образец в виде стержня возбуждается на одной из собственных частот колебаний продольными или поперечными волнами. Длина этих волн должна быть значительно больше радиуса образца.

Тогда в момент совпадения частоты вынуждающих колебаний с собственной частотой колебаний образца в нем возникает стоячая волна. Модуль Юнга E связан с резонансной частотой ($\nu_{рез}$) соотношением (для достаточно длинного стержня)

$$E = 4\rho l\omega_{рез}\Delta, \quad (4.2)$$

где ρ – плотность материала образца; l – длина образца; $\Delta = l + \pi^2 \nu^2 r^2 / 2l^2$, r – радиус образца; ν – коэффициент Пуассона.

Возбуждение механических колебаний частотой 10^2 – 10^5 Гц в образцах можно производить различными способами (рис. 4.2). Частоту колебаний, в том числе и резонансную, можно определить с помощью частотомера и осциллографа.

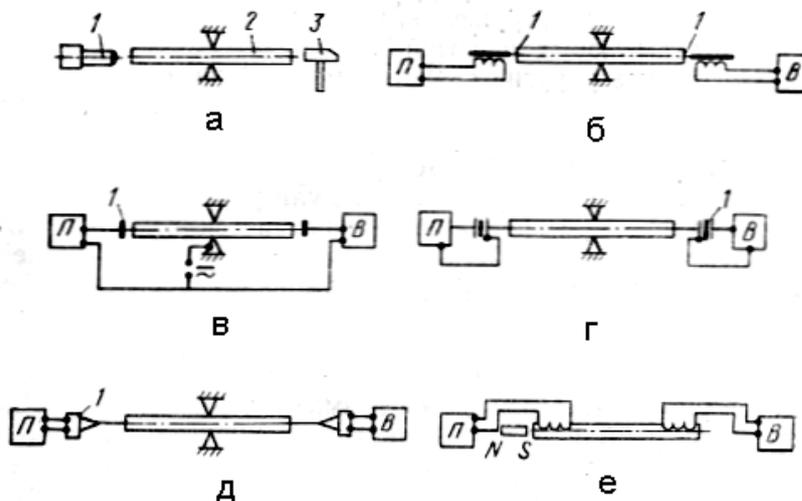


Рис. 4.2. Различные способы возбуждения механических колебаний:
 а – механический (1 – микроскоп, 2 – образец, 3 – молоточек);
 б – электромагнитный (магнитная пластина); в – емкостной (обкладки конденсатора); г – пьезоэлектрический (1 – пьезокристалл);
 д – магнитоупругий (1 – магнитоупругий); е – с помощью вихревых токов (П – приемник, В – возбудитель)

Для определения модуля сдвига G используют крутильный маятник. Частота его колебаний связана с модулем G соотношением

$$\omega = \left(\frac{1}{2\pi} \right) \sqrt{\pi r^4 G / IJ}, \quad (4.3)$$

где r – радиус образца; l – его длина; J – момент инерции груза.

Экспериментальное определение модуля сдвига проводят на тех же установках, что и определение внутреннего трения (см. следующую главу).

В импульсных методах определения констант упругости используют частоты порядка мегагерц. Применение этих методов основано на зависимости скорости звука ν от констант упругости среды, в которой он распространяется:

$$v_{\text{прод}} = \sqrt{\frac{E}{\rho} \cdot \frac{1-\mu}{(1+\mu)(1-2\mu)}}, \quad (4.4)$$

$$v_{\text{попер}} = \sqrt{G/\rho}.$$

Таким образом, определяя скорости распространения продольных и поперечных звуковых волн в образце, диаметр которого намного больше длины волны, можно найти модули упругости материала образца. Для подачи ультразвуковых импульсов используют ультразвуковые генераторы, а для измерения $v_{\text{прод}}$ и $v_{\text{попер}}$ — пьезокристалл кварца, связанный через усилители с электронным осциллографом.

4.3. Испытания на растяжение

Испытание на одноосное растяжение является основным источником информации о характеристиках прочности и пластичности конструкционных материалов. При этом используют как цилиндрические, так и плоские образцы (рис. 4.3), головки которых вставляют в захваты разрывной машины, но чаще всего — цилиндрические образцы (их называют также круглыми). Плоские образцы применяют главным образом для оценки свойств листового материала.

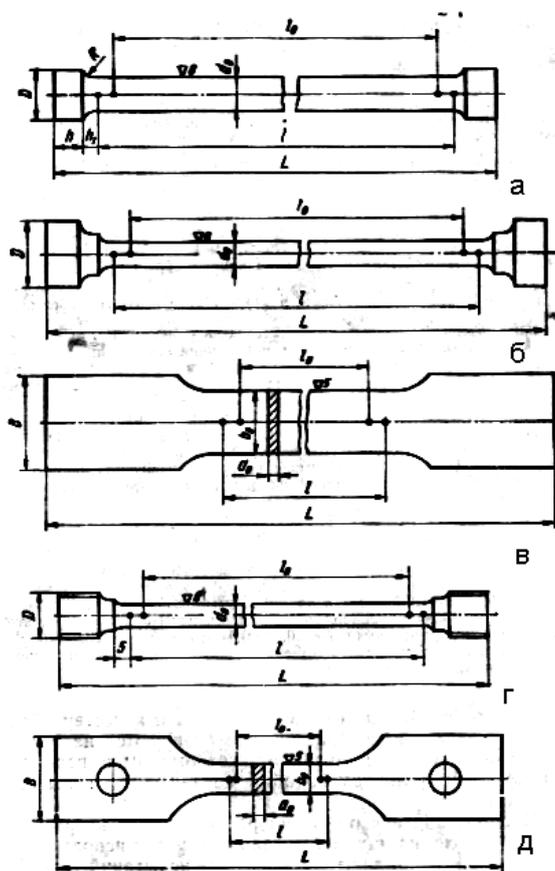


Рис. 4.3. Образцы для испытаний на одноосное растяжение

Цилиндрический образец характеризуется диаметром рабочей части d_0 , длиной рабочей части l , начальной расчетной длиной l_0 . Расчетную длину l_0 , которая меньше l , выбирают так, чтобы исключить влияние головок образца на результаты испытаний.

Размеры образца не влияют на результат определения относительного удлинения после разрыва, если соблюдается условие геометрического подобия образцов: $l_0/F_0 = const$, где F_0 — площадь поперечного сечения в рабочей части образца. В соответствии с ГОСТом $l_0 = 11,3\sqrt{F_0}$ и $l_0 = 5,65\sqrt{F_0}$, т.е. соответственно $l_0 = 10d_0$ и $l_0 = 5d_0$ (так называемые десятикратные и пятикратные образцы). Для литых сплавов допускается $l_0 = 2,82\sqrt{F_0}$, т.е. $l_0 = 2,5d_0$.

Образцы вытачивают из заготовок, вырезанных из тех участков изделия, свойства которых контролируются. Наиболее часто используют небольшие габаритные образцы с $d_0 = 6$ и $l_0 = 30$ мм. При определении свойств в тонких сечениях изделий в порядке исключения применяют микрообразцы с $d_0 < 1$ мм.

В случае литых деталей важно знать влияние литейной корки (поверхностного слоя отливки) на механические свойства. Для этого испытывают отдельно отлитые в песчаную форму или в кокиль, а также прилитые к детали образцы.

При растяжении образца на диаграммной ленте разрывной машины автоматически записывается зависимость осевой растягивающей нагрузки P (силы сопротивления образца деформации) от абсолютного удлинения Δl (рис. 4.4). Кривые P – Δl называют *первичными диаграммами растяжения* или просто *кривыми растяжения*.

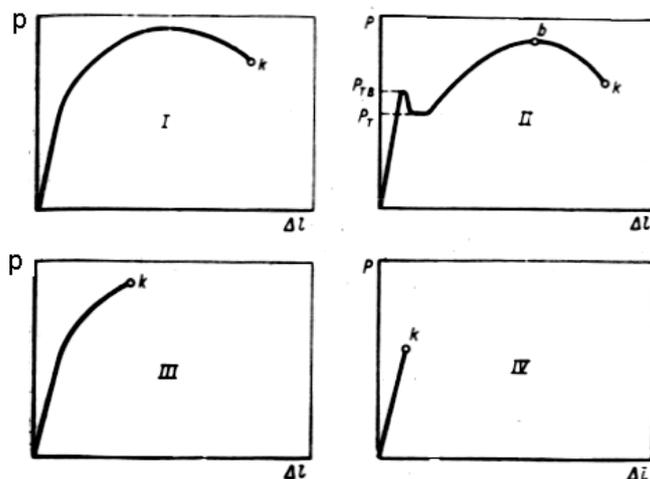


Рис. 4.4. Основные типы диаграмм растяжения:

- I – при образовании ярко выраженной шейки перед разрывом;
- II – при наличии зуба и площадки текучести; III – без образования ярко выраженной шейки, при пластической деформации вплоть до разрушения;
- IV – при хрупком разрушении

На рис. 4.4 приведены четыре типа кривых растяжения. Тип I — образование ярко выраженной шейки перед разрывом. Тип II отличается от типа I наличием зуба и площадки текучести (или только площадки текучести). Тип III — равномерное удлинение без образования ярко выраженной шейки при пластической деформации вплоть до разрушения. Тип IV — хрупкое разрушение.

По определенным точкам на кривой растяжения рассчитывают стандартные характеристики сопротивления материала деформации и разрушению, причем выражают их через условные растягивающие напряжения $\sigma = P/F_0$ (в мегапаскалях). Эти напряжения условны в том смысле, что нагрузку делят не на истинную площадь поперечного сечения образца в тот момент, когда действует нагрузка P , а на начальную площадь поперечного сечения F_0 . Кривые $P-\Delta l$ одновременно являются и кривыми $\sigma-\Delta l$, только с другим масштабом по оси ординат.

Рассмотрим механические параметры конструкционных материалов, определяемые в испытаниях на растяжение, с помощью схемы на рис. 4.5 (кривая растяжения I типа). Разрушенный образец показан на рис. 4.6.

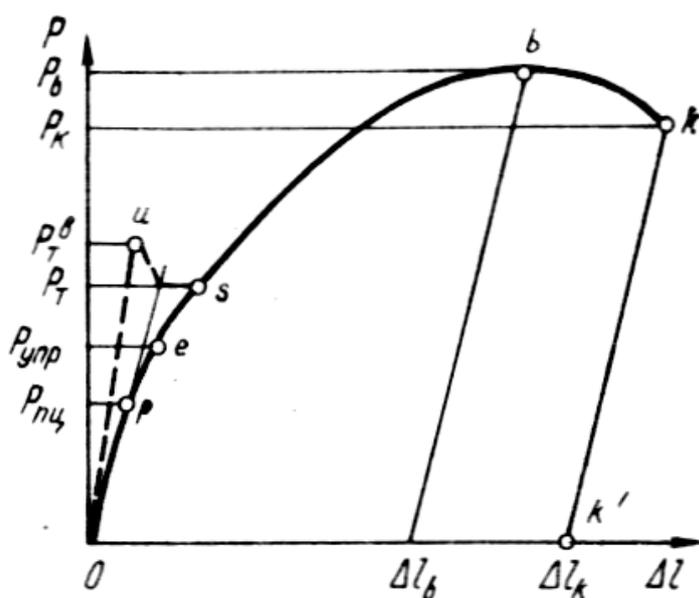


Рис. 4.5. Характерные точки на диаграмме растяжения, по которым рассчитывают прочностные характеристики

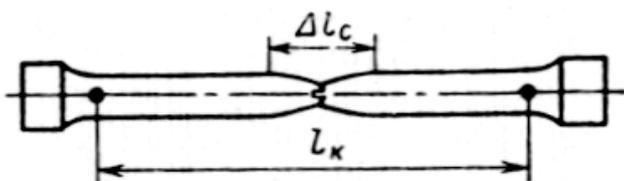


Рис. 4.6. Образец, разорвавшийся после образования шейки

Предел пропорциональности $\sigma_{nc} = P_{nc} / F_0$ — это максимальное напряжение, при котором еще выполняется закон Гука. Нагрузка P_{nc} соответствует точке n перехода от прямолинейного к криволинейному участку на диаграмме растяжения. Так как такой переход очень плавный, то определяют условный предел пропорциональности, соответствующий точке, в которой отклонение от линейного закона изменения нагрузки достигает заданной величины: тангенс угла наклона касательной в этой точке на 50% больше, чем на начальном прямолинейном участке. Величина σ_{nc} в инженерных расчетах указывает напряжение, до которого конструкция может работать без остаточных деформаций.

При достаточно большом масштабе первичной диаграммы растяжения величину предела пропорциональности можно определить графически прямо на этой диаграмме. В первую очередь продолжают прямолинейный участок до пересечения с осью деформаций в точке O , которую и принимают за новое начало координат, исключая искаженный участок диаграммы вследствие недостаточной жесткости испытательной установки. Далее можно использовать два способа. В первом случае на произвольной высоте в пределах упругой области восстанавливают перпендикуляр AB к оси нагрузок (рис. 4.7а), откладывают вдоль него отрезок $BC = 1/2AB$ и проводят линию OC . Если теперь провести касательную к кривой растяжения параллельно OC , то точка касания p определит искомую нагрузку P_{nc} . Во втором способе из произвольной точки прямолинейного участка диаграммы опускают перпендикуляр KU (рис. 4.7б) на ось абсцисс и делят его на три равные части. Через точку C и начало координат проводят прямую, а параллельно ей — касательную к кривой растяжения. Точка касания p соответствует искомому пределу пропорциональности P_{nc} .

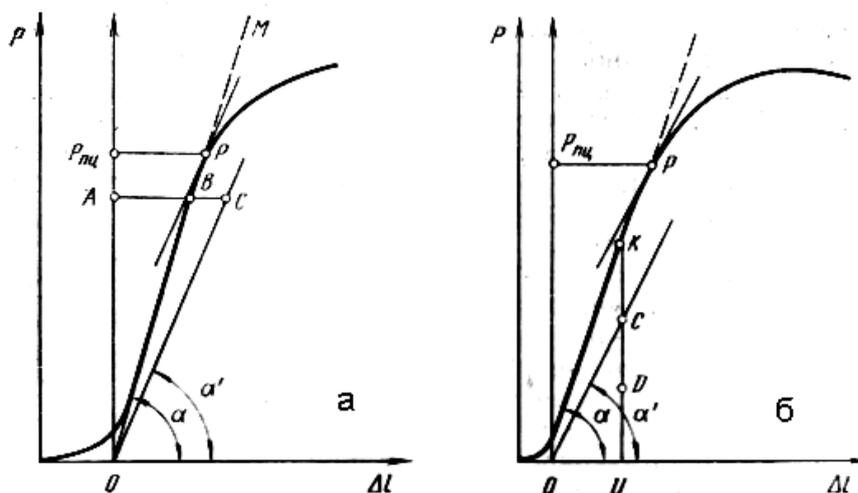


Рис. 4.7. Графические способы определения предела пропорциональности

Предел упругости $\sigma_{0.05} = P_{0.05} / F_0$ — это напряжение, при котором остаточное удлинение составляет 0,05%. Он характеризует сопротивление материала

ла пластической деформации, которая обеспечивается движением ограниченного числа наиболее подвижных дислокаций. Технический смысл предела упругости состоит в том, что он характеризует предельное напряжение, которое допустимо при работе упругих элементов. Допуск на остаточную деформацию может быть еще более жестким, например, 0,005% (предел упругости $\sigma_{0,005}$).

При достаточно большом масштабе первичной диаграммы растяжения величину предела упругости также можно определить графически. Для этого по оси удлинений от начала координат откладывают отрезок, соответствующий относительной деформации 0,05%, и через эту точку проводят прямую, параллельную прямолинейному участку диаграммы. Ордината точки пересечения прямой с диаграммой будет соответствовать величине нагрузки, определяющей условный предел упругости. Пределы пропорциональности и упругости очень близки и практически могут совпадать, поэтому в тех случаях, когда не требуется высокой точности при определении условного предела упругости, эту величину принимают равной условному пределу пропорциональности.

Предел текучести $\sigma_{0,2} = P_{0,2} / F_0$ — это напряжение, при котором остаточная деформация составляет 0,2%. Пластическая деформация величиной 0,2% происходит путем массового скольжения дислокаций. Предел текучести $\sigma_{0,2}$, характеризующий сопротивление малым пластическим деформациям, широко используют в инженерных расчетах конструкций, так как одно из главных требований к нагруженным деталям состоит в том, чтобы их остаточные деформации были не больше определенной величины. Графическое определение условного предела текучести делается так же, как при расчете предела упругости.

Малоуглеродистые стали, многие металлы и сплавы, особенно с о.ц.к. решеткой, характеризуются наличием на кривой растяжения зуба и площадки текучести или только площадки текучести (см. рис. 4.4, кривая типа II). Площадка текучести означает пластическую деформацию при постоянном напряжении, называемом *физическим пределом текучести* $\sigma_m = P_m / F_0$. Деформация на площадке текучести может достигать 1%. Напряжение $\sigma_{m,с} = P_{m,с} / F_0$, рассчитанное по усилию, соответствующему вершине зуба текучести, называют *верхним пределом текучести*.

Временное сопротивление $\sigma_s = P_{max} / F_0$ — это напряжение, соответствующее максимальной нагрузке на кривой растяжения. Точка b на рис. 4.5 соответствует окончанию равномерной пластической деформации и началу образования шейки. Резкое уменьшение поперечного сечения в шейке приводит к снижению сопротивления образца растяжению. Локализация деформации заканчивается разрушением образца в его наименьшем сечении (см. рис. 4.6).

Хотя временное сопротивление в литературе часто называют *пределом прочности*, но таковым, т.е. характеристикой предельного состояния непосредственно перед разрушением, оно далеко не всегда является. В случае образования шейки разрушение наступает не при максимальной нагрузке P_{max} , а в точке k (см. рис. 4.5), которой соответствует меньшая нагрузка P_k . В этом случае ха-

рактической предельного состояния служит *истинное сопротивление разрыву* $S_K = P_K/F_K$, где F_K — поперечное сечение образца в месте разрыва. Следовательно, в отличие от других рассмотренных выше прочностных свойств, величина S_K является не условным, а истинным напряжением при разрушении.

Если для каждого текущего значения нагрузки P_i на первичной кривой растяжения рассчитать значения условного (P_i/F_0) и истинного растягивающего напряжения (P_i/F_i), то можно построить графики зависимости условных и истинных напряжений от относительного удлинения $\varepsilon = \Delta l/l_0$ (рис. 4.8).

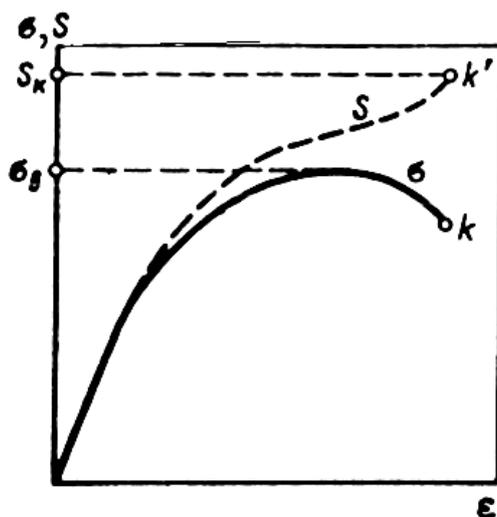


Рис. 4.8. Зависимости условного σ и истинного S растягивающего напряжения от относительного удлинения ε

На начальном участке, где текущая площадь поперечного сечения F_t мало отличается от начальной F_0 , рассматриваемые кривые практически совпадают, а затем по мере увеличения разности $F_0 - F_t$ они все больше расходятся. Наиболее интересно то, что истинное напряжение интенсивно растет тогда, когда нагрузка (и условное напряжение) падает. Обусловлено это тем, что при локализации деформации в виде шейки сильное увеличение плотности дислокаций приводит к большому деформационному упрочнению (наклепу), и величина S_K может значительно превышать величину σ_σ . Падение нагрузки указывает на то, что уменьшение живого сечения в период образования шейки перекрывает влияние деформационного упрочнения.

Временное сопротивление σ_σ в случае образования ярко выраженной шейки на образцах фактически является характеристикой сопротивления большим пластическим деформациям, а не сопротивления разрыву. Если же испытывают хрупкий образец (см. рис. 4.4, кривая растяжения типа IV), то величина σ_σ является характеристикой сопротивления разрушению и мало отличается от величины S_K , так как $F_K \approx F_0$.

Кривая растяжения типа III на рис. 4.4 относится к весьма распространенному случаю испытаний образцов из материалов, отличающихся небольшой или умеренной пластичностью (удлинение до $\sim 10\%$), на которых шейка или не образуется, или выражена очень слабо. К таким материалам, в частности, относятся многие литейные сплавы. В этом случае максимальная растягивающая нагрузка достигается к моменту разрыва, и величина σ_b характеризует сопротивление разрушению, хотя она и меньше S_K , так как $F_K \neq F_0$.

Таким образом, физический и технический смысл временного сопротивления различен у материалов с разным типом кривых растяжения. Но все же, если исключить хрупкие материалы, то величину σ_b следует рассматривать как характеристику сопротивления значительным пластическим деформациям, а величины $\sigma_{0.2}$ и σ_m — как характеристики сопротивления малым пластическим деформациям. Эти характеристики являются самыми распространенными в технике прочностными свойствами промышленных конструкционных материалов.

Характеристики пластичности при растяжении — *относительное удлинение после разрыва δ и относительное сужение после разрыва φ* . Слова «после разрыва» обычно опускают, всегда подразумевая их, когда речь идет о свойствах, обозначаемых символами δ и φ .

Относительное удлинение — это отношение приращения расчетной длины разорванного образца к ее первоначальной величине

$$\delta = [(l_K - l_0) / l_0] \cdot 100\% . \quad (4.5)$$

Относительное сужение — это отношение уменьшения площади поперечного сечения в месте разрыва к начальной площади поперечного сечения образца

$$\varphi = [(F - F_0) / F_0] \cdot 100\% . \quad (4.6)$$

Для определения конечной длины после разрыва l_K разорванные половинки образца плотно составляют так, чтобы их оси образовали прямую линию (см. рис. 4.6).

Существенный недостаток относительного удлинения как характеристики пластичности заключается в том, что она зависит от выбранного значения начальной расчетной длины l_0 . Дело в том, что при наличии шейки абсолютное удлинение образца складывается из двух частей: равномерного удлинения до момента образования шейки и сосредоточенного удлинения, связанного с шейкой (см. рис. 4.6). Чем меньше l_0 , тем большая доля от общего абсолютного удлинения образца приходится на сосредоточенное удлинение и в результате δ возрастает. Поэтому в индексе у δ указывают кратность испытанного образца: δ_{10} , δ_5 , $\delta_{2.5}$. При испытании пяти- и десятикратных образцов у большинства ма-

териалов вклад сосредоточенного удлинения в общее удлинение сравнительно мал, поэтому величина δ характеризует в основном способность к равномерной пластической деформации. Величина φ , наоборот, является показателем главным образом сосредоточенной деформации и более полно характеризует способность материала к предельной деформации до разрушения.

Все рассмотренные свойства определяют при различных температурах (комнатной, а также ниже и выше комнатной). При высокотемпературных испытаниях разупрочнение головок образца может привести к их выскальзыванию из захватов. Поэтому цилиндрические образцы для таких испытаний имеют резьбовые головки, ввинчивающиеся в захваты, а у плоских образцов в головках делают отверстие, в которое через захват вставляют шпильку.

4.4. Испытания на сжатие

Схема одноосного сжатия характеризуется большим коэффициентом жесткости ($\alpha = 2$) по сравнению с растяжением ($\alpha = 0,5$), потому испытаниям на сжатие целесообразно подвергать относительно хрупкие материалы. На практике по этим испытаниям оценивают свойства чугуна и других хрупких сплавов.

Расчет нормальных и касательных напряжений при сжатии и растяжении производят аналогично. В результате пластической деформации при сжатии образец укорачивается и уширяется. Следовательно, вместо измерявшихся после растяжения δ и φ в качестве характеристик пластичности, при сжатии можно определять относительное укорочение

$$\varepsilon = [(h_0 - h_K) / h_0] \cdot 100\% , \quad (4.7)$$

и относительное уширение

$$\varphi = [(F_K - F_0) / F_0] \cdot 100\% ,$$

где h_0 и h_K — начальная и конечная высота образца; F_0 и F_K — начальная и конечная площади поперечного сечения.

Линейность схем напряженного и деформированного состояния при одноосном сжатии и растяжении обуславливает близость характеристик сопротивления малым деформациям одного материала, испытываемого двумя методами. Но после перехода к существенной пластической деформации (при напряжениях выше предела текучести) схема одноосного сжатия в реальных испытаниях нарушается, и фиксируемые характеристики прочностных свойств уже резко отличаются от определяемых при растяжении. Это связано с трением по опорным поверхностям образца.

Схема испытания на сжатие и геометрия используемых образцов показаны на рис. 4.9. Испытания проводят на тех же машинах, что и при растяжении. Образец устанавливают на опорную плиту в нижнем захвате и сжимают подвижным захватом. Для устранения перекоса образца усилие сжатия передают на него с помощью какого-либо направляющего приспособления, например, шарового вкладыша в верхнем захвате (см. рис. 4.9).

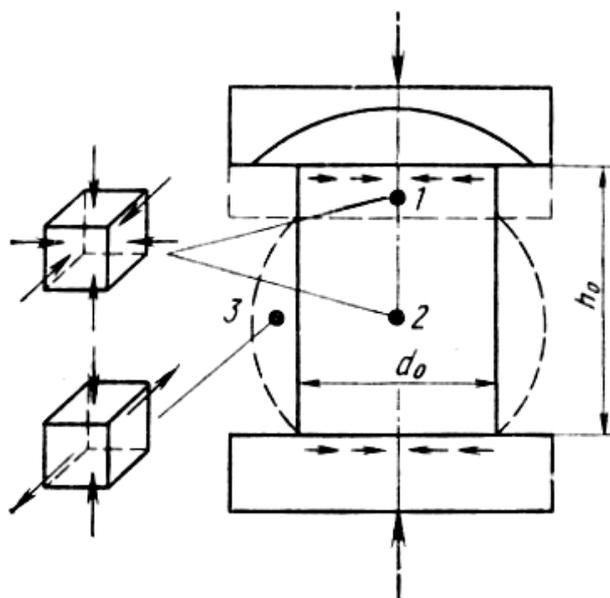


Рис. 4.9. Схема испытаний на сжатие

По мере сжатия на торцевых поверхностях образца возникают силы трения, направленные по радиусам к его центру и препятствующие деформации в горизонтальном направлении. В результате образец приобретает характерную бочкообразную форму (см. рис. 4.9), а схема напряженного состояния усложняется и становится различной в разных точках образца. В точках 1 и 2, например, возникает схема объемного сжатия, а в точке 3 — равноименное плоское напряженное состояние. Неоднородности напряженного состояния образца в практике не учитываются, а прочностные характеристики при сжатии рассчитывают по тем же формулам, что и при растяжении ($\sigma = P / F_0$). Это придает дополнительную условность определяемым параметрам. Поэтому при испытании на сжатие стараются уменьшить силы трения на опорных поверхностях образца, что достигается одним из следующих способов или их сочетанием:

1) введением различных смазок (вазелин, солидол) и прокладок (фторопласт, пропитанная парафином фильтрованная бумага) между торцевыми поверхностями образца и опорными плитами;

2) использованием подкладок и образцов с конической поверхностью на торцах (см. рис. 4.10). Углы конусности α подбирают так, чтобы $\text{tg } \alpha$ был равен коэффициенту трения;

3) помимо конусности, в образце делают центральное отверстие, устраняющее концентрацию напряжений у острия конуса (см. рис. 4.10).

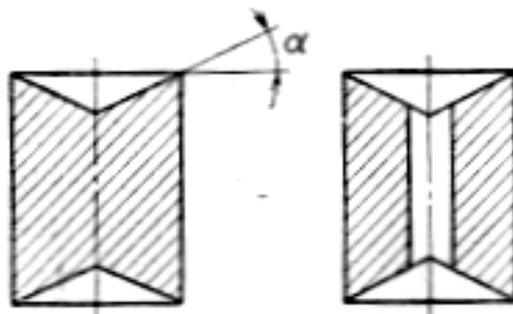


Рис. 4.10. Форма образцов при испытании на сжатие

Но полностью устранить контактные силы трения и обеспечить в течение всего испытания линейное напряженное состояние в образце не удастся. Это принципиальный недостаток испытаний на сжатие.

Чем меньше отношение высоты образца к диаметру, тем сильнее контактное трение влияет на результаты испытаний. С этих позиций следовало бы проводить испытания на возможно более длинных образцах. Но при сжатии длинных образцов трудно избежать их продольного изгиба. Как показывает опыт, оптимальной для цилиндрического образца является величина отношения h_0/d_0 в пределах 1–3.

Для определения модуля нормальной упругости при сжатии, пределов упругости и пропорциональности иногда используют плоские образцы в виде пластин толщиной 2–5 мм, длиной 100 и шириной 20 мм. Они испытываются в специальных приспособлениях, обеспечивающих их продольную устойчивость.

При испытании на сжатие машина может зафиксировать первичную диаграмму сжатия — зависимость усилия P от уменьшения высоты образца (абсолютной деформации) Δh . Вид диаграммы сжатия различен для материалов, разрушающихся (рис. 4.11 кривая 1) и не разрушающихся (см. рис. 4.11 кривая 2) в результате испытания. В отличие от испытаний на растяжение при сжатии удастся разрушить далеко не любой материал. Достаточно пластичные материалы при сжатии расплющиваются в тонкие пластины и не разрушаются при максимально возможных усилиях испытательной машины.

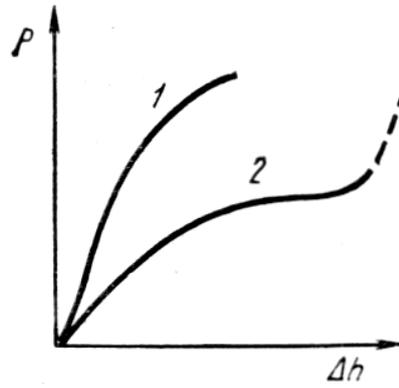


Рис 4.11. Диаграммы сжатия разрушающихся при сжатии (1) и не разрушающихся (2) в процессе испытания

Характер разрушения сжимаемых образцов зависит от величины контактных сил трения. Если они велики, то обычно наблюдается разрушение путем среза; если же они незначительны, то фиксируется разрушение отрывом.

По диаграмме сжатия определяют условные пределы пропорциональности, упругости, текучести и прочности. При этом условный предел прочности материалов, не разрушающихся при сжатии, определить нельзя. Методика определения прочностных свойств по диаграмме сжатия полностью аналогична методике для растяжения. При определении характеристик сопротивления малым деформациям для повышения точности рекомендуется использовать удлиненные образцы с $h_0 = 8d_0$.

Искажение схемы линейного сжатия контактными силами трения затрудняет определение истинной величины сопротивления металла пластической деформации. Но, учитывая правило постоянства объема образца в процессе пластической деформации, можно перестроить первичную диаграмму сжатия $P-\Delta h$, кривую истинных напряжений $S-\varepsilon$. Поскольку объем образца $V = F_0 h_0 = Fh = \text{const}$, $F = F_0 h_0 / h = F_0 / (h/h_0 + 1 - 1) = F_0 / (1 - \varepsilon)$. При этом $d^2 = d_0^2 h_0 / h$. Здесь F — площадь поперечного сечения образца, отвечающая условию постоянства объема и равномерности сжатия по высоте образца, а d — средний диаметр цилиндрического или бочкообразного образца. Отсюда $F/F_0 = 1/(1 - \varepsilon)$, $\varphi = (F - F_0)/F_0 = F/F_0 - 1 = 1/(1 - \varepsilon) - 1 = \varepsilon/(1 - \varepsilon)$, $\varepsilon = \varphi/(1 + \varphi)$. Истинное напряжение сжатия $S = P/F = P(1 - \varepsilon)/F_0 = \sigma(1 - \varepsilon) = \sigma/(1 + \varphi)$.

Отсюда видно, что при сжатии, в противоположность растяжению, $S < \sigma$, так как $F > F_0$. Диаграммы истинных напряжений при сжатии строят обычно в координатах $S-\varepsilon$, хотя в качестве меры деформации более строго было бы использовать истинное относительное сжатие. Кривая условных напряжений $\sigma-\varepsilon$, которая при сжатии всегда имеет вид, качественно аналогичный диаграмме ис-

тинных напряжений, поскольку на первичной диаграмме сжатия никогда нет максимума и участка снижения нагрузки.

Схемы сжатия используют в технологических пробах для оценки деформационной способности полуфабрикатов и изделий. Стандартизованы пробы на осадку и расплющивание. С их помощью по появлению трещин определяют годность или негодность материала после деформации сжатием на заданную величину.

4.5. Испытания на изгиб

Применение испытаний на изгиб обусловлено широкой распространенностью этой схемы нагружения в реальных условиях эксплуатации и большей ее мягкостью по сравнению с растяжением, что дает возможность оценивать свойства материалов, хрупко разрушающихся при растяжении. Испытания на изгиб удобны для оценки температур перехода из хрупкого состояния в пластичное (например, у хладноломких о.ц.к. металлов и интерметаллидов). При испытаниях на изгиб применяют две схемы нагружения образца, лежащего на неподвижных опорах: 1) нагрузка прикладывается сосредоточенной силой на середине расстояния между опорами (рис. 4.12а) и 2) нагрузка прикладывается в двух точках на одинаковом расстоянии от опор (см. рис. 4.12б). Экспериментально первую схему реализовать гораздо проще, поэтому она и нашла наибольшее распространение. Следует учитывать, что вторая схема «чистого изгиба» во многих случаях обеспечивает более надежные результаты, поскольку здесь максимальный изгибающий момент возникает на определенном участке длины образца, а не в одном сечении, как при использовании первой схемы.

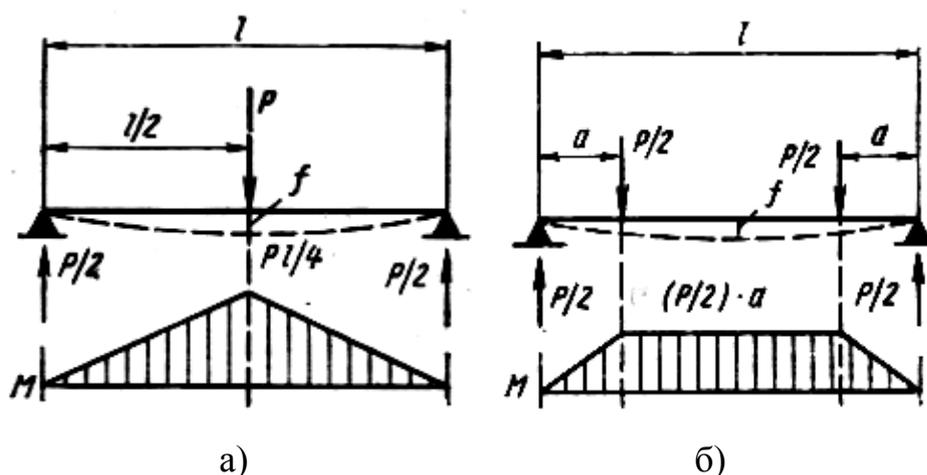


Рис. 4.12. Схемы изгиба сосредоточенной силой (а) и двумя симметричными нагрузками (б) с эпюрами изгибающего момента M

В изгибаемом образце создается неоднородное напряженное состояние, зависящее от геометрии образца и способа нагружения. При чистом изгибе уз-

ких образцов с прямоугольным сечением напряженное состояние в каждой точке можно считать линейным. В широких образцах (с отношением ширины к высоте сечения более трех) при обеих схемах изгиба (см. рис. 4.12) создается двухосное напряженное состояние вследствие трудности поперечной деформации. Нижняя часть образца оказывается растянутой, а верхняя — сжатой. К тому же напряжения, связанные с величиной изгибающего момента, различны по длине и сечению образца. Максимальные напряжения возникают вблизи поверхности. Все это затрудняет оценку средних истинных напряжений и деформаций, строго характеризующих механические свойства при изгибе.

Одним из преимуществ испытаний на изгиб по сравнению с растяжением является то, что образцы не имеют головок, поскольку изготовление образцов с головками, особенно из хрупких материалов, значительно сложнее. На изгиб испытывают прямоугольные или цилиндрические стержни. Для определения свойств отливок из чугуна используют цилиндрические образцы диаметром 30 ± 1 и длиной 340 или 650 мм (при расстоянии между опорами 300 и 600 мм соответственно). Для исследовательских целей испытания на изгиб обычно ведут на цилиндрических образцах с $d_0 = 2 - 10$ мм и расстоянием между опорами $l \geq 10d_0$ или плоских образцах с высотой $b = 1 - 3$, шириной $h = 3 - 15$ мм и $l \geq 10h$. Для оценки характеристик конструкционной прочности рекомендуется применять образцы большого сечения до 30×30 мм².

Испытания на изгиб можно проводить на любой универсальной испытательной машине, используемой для испытаний на растяжение. При этом образец устанавливают на опорную плиту в нижнем захвате и деформируют изгибающим ножом, закрепленным в верхнем захвате машины. Для уменьшения трения опоры, на которых лежит образец, часто делают из роликоподшипников. Образец изгибается при опускании верхнего или подъеме нижнего захвата. При этом на диаграммной ленте может быть записана диаграмма изгиба в координатах нагрузка P — стрела прогиба f . Для пластичного материала диаграмма изгиба выглядит так, как показано на рис. 4.13. Если материал хрупкий, то кривая обрывается в точке b . Знание величины нагрузок P_{np} , $P_{упр}$, P_m , P_B позволяет определять условные пределы пропорциональности, упругости, текучести и прочности при изгибе. Напряжения на стадии упругой деформации рассчитывают по обычным формулам сопротивления материалов.

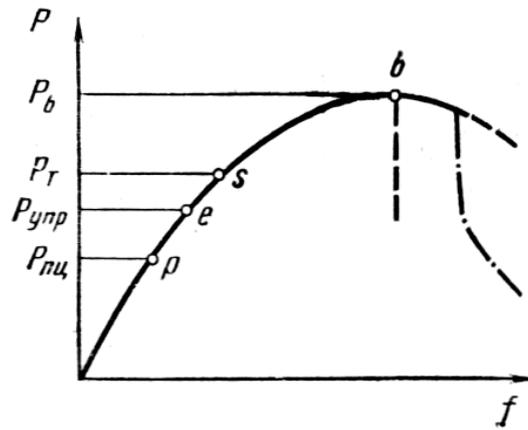


Рис. 4.13. Диаграмма изгиба

Условное нормальное напряжение в крайнем растянутом волокне $\sigma = M/W$, где M — изгибающий момент, а W — момент сопротивления сечения. В случае нагружения сосредоточенной силой (см. рис. 4.12а) $M = Pl/4$. Для прямоугольного образца $W = bh^2/6$, а для цилиндрического $W = \pi d^3/32$, а рабочей формулой для расчета упругих напряжений при изгибе образцов прямоугольного сечения является

$$\sigma = 3Pl/2bh^2, \quad (4.8)$$

и для цилиндрических образцов

$$\sigma = 8Pl/\pi d^3. \quad (4.9)$$

По этим формулам часто рассчитывают все прочностные характеристики при изгибе. Но достаточно точные результаты получаются только при определении пределов пропорциональности и упругости.

Из-за неравномерности распределения напряжений по сечению изгибаемого образца определяют два предела текучести — номинальный и реальный. Номинальный предел текучести при изгибе рассчитывают по формулам (4.8) и (4.9), предполагая, что напряжения линейно возрастают от оси образца до его поверхности, где и достигается заданный допуск на удлинение. Реальный предел текучести определяют с учетом действительного распределения напряжений по сечению как истинное напряжение, при котором в поверхностных волокнах возникает остаточная деформация заданной величины.

Графические методы определения прочностных свойств по первичной диаграмме изгиба аналогичны применяемым при растяжении. Допуски на величину деформации задаются по величине стрелы прогиба, которая связана с относительным удлинением крайнего растянутого волокна в изогнутом образце. Для прямоугольного стержня $f = l^2 \delta/bh$.

Если номинальный предел текучести рассчитывается по усилию P_m на первичной диаграмме изгиба, то для определения реального предела текучести рекомендуется проводить испытание на чистый изгиб прямоугольного образца и строить диаграмму наибольшее максимальное напряжение S_{max} — максимальный сдвиг g_{max} путем последовательного пересчета из диаграмм P - f и $M_{изг}$ - δ : $M_{изг} = Pl/2$, $\delta = bhf/l^2$. При этом $S_{max} = [2(2M_{изг} + \theta d M_{изг}/d\theta)]/bh^2$, где θ — угол наклона касательной к упругой линии изогнутого образца, $\theta = l\delta/h$; $dM/d\theta$ — касательная к кривой $M_{изг} = f(\theta)$.

Реальный предел текучести $S_{0,2}$ находят графически по диаграмме S_{max} - g_{max} при допуске, соответствующем $\delta = 0,2\%$. Величина $S_{0,2}$ при изгибе близка к $\sigma_{0,2}$ при растяжении.

При испытаниях на изгиб, как и в случае сжатия, достаточно пластичные материалы не разрушаются. Образец при этом загибается вплоть до параллельности его частей, расположенных по обе стороны от ножа (рис. 4.14в). Материалы, которые разрушаются при изгибе, могут предварительно деформироваться на разную величину. Разрушение может произойти в любой точке диаграммы изгиба (см. рис. 4.13). У пластически деформируемых образцов точка максимума b на диаграмме часто совпадает с появлением первой трещины. Иногда образование трещин сопровождается резкими спадами нагрузки на правой ветви диаграммы (штрихпунктир на рис. 4.13).

В качестве характеристики пластичности при изгибе, помимо f , часто используют угол загиба β , являющийся дополнительным до 180° к углу изгиба α (см. рис. 4.14). Угол β возрастает по мере повышения деформационной способности материала, а угол α уменьшается.

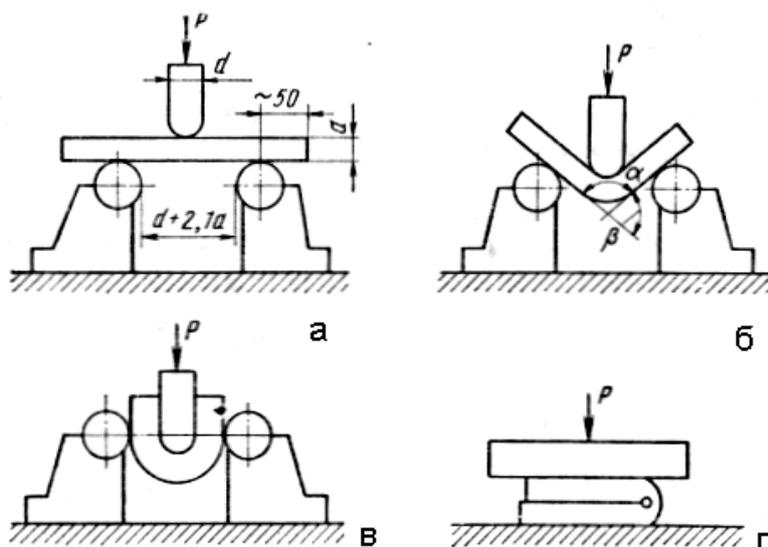


Рис. 4.14. Технологическая проба на изгиб: а – образец перед испытанием; б – загиб до определенного угла; в – загиб до параллельности сторон; г – загиб до соприкосновения сторон

Простота испытания на изгиб и наглядность получаемых при этом характеристик пластичности привели к разработке ряда технологических проб, которые применяются в заводских условиях. Задача всех этих проб — оценить пластичность деформированных полуфабрикатов, отливок и изделий (листов, труб, проволоки и др.). ГОСТ предусматривает изгиб сосредоточенной силой плоских образцов из проката, поковок и отливок, помещаемых на две опоры (см. рис. 4.14а). Критерием годности продукции может быть: а) заданный угол загиба образцов β (см. рис. 4.14б); б) появление первой трещины после загиба на угол β , равный или больший заданного; в) возможность загиба пластины до параллельности (см. рис. 4.14в) или соприкосновения сторон (см. рис. 4.14г). Существуют также пробы на перегиб листа, ленты и проволоки, в которых фиксируют заданное число перегибов либо количество перегибов, после которых появились трещины или образец разрушился.

4.6. Испытания на кручение

Кручение осуществляется двумя разными по величине и противоположно направленными крутящими моментами, которые прикладываются к концам образца в плоскостях, нормальных его продольной оси. В рабочей части образца возникает равноименное плоское напряженное состояние с коэффициентом мягкости $\alpha \approx 0,8$, т.е. большим, чем при растяжении. В то же время в отличие от сжатия и изгиба при испытании на кручение до разрушения можно довести любой материал.

Максимальные касательные напряжения при кручении действуют в плоскостях, перпендикулярных оси образца, наибольшие же нормальные напряжения — под углом 45° , причем $S_{max} = t_{max}$. В отличие от других статических испытаний геометрия излома реальных образцов при кручении строго соответствует схемам в табл. 4.1, что объясняется тождеством напряженного состояния по всей длине скручиваемого образца от начала испытания до момента разрушения (при однократном скручивании). Другим важным следствием неизменности напряженного состояния является постоянство рабочей длины и поперечного сечения образца во время испытания. Описанные особенности испытания на кручение определяют их важность и распространенность на практике. Особенно часто эти испытания используют для оценки свойств материалов для валов и проволоки. Методика испытаний образцов из любых материалов диаметром не менее 5 мм стандартизована. Образцы должны иметь цилиндрическую рабочую часть и квадратные головки. Образец с диаметром рабочей части 10 и расчетной длиной 100 или 50 мм принят за нормальный. Допускается использование образцов пропорциональных, геометрически подобных нормальному, а также трубчатых.

Испытания на кручение проводят на специальных машинах, которые должны обеспечивать надежную центровку образца, плавность нагружения и отсутствие изгибающих усилий, возможность достаточно точного задания и

измерения величины крутящего момента. Используются машины с горизонтальным и вертикальным расположением образца. Максимальный крутящий момент меняется от 60 Н·м до 2 МН·м.

В качестве меры деформации в процессе испытания фиксируется угол закручивания φ . Для точного измерения этого угла, особенно в области малых деформаций, рекомендуется использовать зеркальный прибор Маргенса или другой тензомер с большой точностью.

Зная текущие значения крутящего момента и угла закручивания, можно построить диаграмму кручения в координатах $M_{кр}-\varphi$ (рис. 4.15). Эта диаграмма состоит из участка упругой ($O\rho$) и пластической деформации ρk . Из-за отсутствия значительного местного сужения ниспадающего участка на диаграмме кручения не бывает, хотя после образования первых трещин деформация становится неравномерной, сосредоточиваясь вблизи излома.

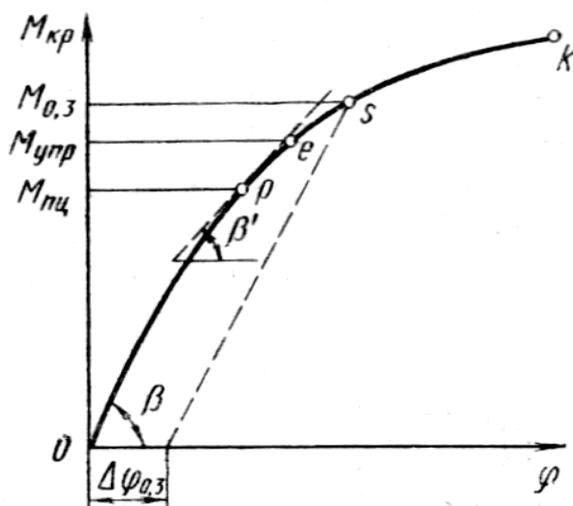


Рис. 4.15. Диаграмма кручения

По аналогии с другими статическими испытаниями при кручении определяют условные пределы пропорциональности, упругости, текучести и прочности, а также истинный предел прочности. Но все эти свойства выражают не через нормальные, а через касательные напряжения. В области упругой деформации кручением цилиндрического образца

$$\tau_{max} = M_{кр}/W = M_{кр}d/2J_p = 16M_{кр}/\pi d^3, \quad (4.10)$$

где d – диаметр рабочей части образца; W – момент сопротивления; J_p – полярный момент инерции сечения для круглого образца, $J_p = \pi d^4/32$.

Формула (4.10) дает хорошие результаты и в области малых пластических деформаций, но после значительного пластического течения она уже непригодна. По ней рассчитывают все перечисленные выше прочностные свойства при

кручении, кроме истинного предела прочности. Последний определяют по формуле, учитывающей поправку на пластическую деформацию:

$$t_k = \frac{4}{\pi d^3} \left(3M_{kp} + \frac{dM_{kp}}{d\theta} \right), \quad (4.11)$$

где M_{kp} – наибольший крутящий момент, предшествующий разрушению образца; θ – удельный угол закручивания перед разрушением (в радианах на 1 мм):

$$\theta = (\varphi_1 - \varphi_2)/l_0. \quad (4.12)$$

Предел пропорциональности при кручении τ_{nu} – это условное касательное напряжение, при котором отступление от линейной зависимости между напряжениями и деформациями достигает такой величины, когда тангенс угла, образуемого касательной к диаграмме кручения и осью деформаций, превышает первоначальное значение на 50% (рис. 4.15 β).

Предел упругости при кручении τ_{yup} — условное касательное напряжение, при котором образец подвергается остаточной сдвиговой деформации па заданную величину. Допуск на остаточную деформацию задается по величине относительного сдвига

$$g = f[(\varphi_1 - \varphi_2)d/2l_0] \cdot 100 \%, \quad (4.13)$$

который должен быть равен 0,0045; 0,0075 или 0,016%. За предел упругости τ_{yup} принимают напряжение, при котором относительный сдвиг становится равным сумме сдвига в момент достижения τ_{nu} и заданного допуска.

На стадии упругой деформации по результатам испытания на кручение может быть определен модуль сдвига:

$$G = M_{kp}l/(\varphi_1 - \varphi_2)J_p. \quad (4.14)$$

Определяемый при кручении *предел текучести* обычно условный. Это касательное напряжение, вычисляемое по формуле (4.10), которому соответствует остаточный относительный сдвиг на 0,3% ($\tau_{0,3}$), что эквивалентно удлинению $\varepsilon = 0,2\%$.

Условный предел прочности при кручении τ_{nu} соответствует моменту кручения перед разрушением, его рассчитывают без учета пластической деформации по формуле (4.10). Для определения истинного предела прочности по формуле (4.11) образец после начала пластической деформации нагружают небольшими ступенями до разрушения, измеряя M_{kp} , φ_1 и φ_2 после каждой ступени. Затем вычисляют удельный угол закручивания θ по формуле (4.12) и строят

участок диаграммы кручения перед разрушением в координатах $M_{кр}-\theta$. По полученной кривой графически определяют величину $dM_{кр}/d\theta$ как тангенс угла между касательной к точке, соответствующей наибольшему крутящему моменту, и осью абсцисс.

Условные пределы пропорциональности, упругости, текучести и прочности при кручении имеют физический и технический смысл, аналогичный соответствующим прочностным свойствам при других статических испытаниях для материалов, разрушающихся после сжатия и изгиба и дающих первичную диаграмму растяжения без максимума. Для материалов, в которых при растяжении образуется шейка, величины $\tau_{нч}$ и особенно t_k являются более строгими характеристиками предельной прочности в условиях кручения, чем σ_B , S_B и S_h при растяжении.

Основной характеристикой пластичности при кручении является относительный сдвиг g , определяемый по формуле (4.13) в момент разрушения. Величина g при этом включает как упругую, так и остаточную деформацию. Для пластичных материалов, у которых вклад упругой деформации по сравнению с пластической относительно мал, общий сдвиг можно без большой погрешности принять за остаточный. Для малопластичных металлов и сплавов при расчете остаточного относительного сдвига необходимо вычесть из общего g , определенного по формуле (4.14), упругий сдвиг $g_{упр} = (\tau_{нч}/G) \cdot 100\%$.

Разновидностью испытаний на кручение является проба на скручивание проволоки диаметром d менее 10 мм. Образец длиной $100d$ зажимается в твердых губках захватов и скручивается при вращении до разрушения.

4.7. Испытания на замедленное разрушение

Замедленным (задержанным) называют разрушение деталей при комнатной или близкой к ней температуре через некоторое время после начала действия постоянного напряжения, которое ниже предела текучести. К такому разрушению склонны закаленные и неотпущенные стали, высокопрочные алюминиевые, титановые и другие сплавы. Склонность к замедленному разрушению усиливают водород, содержащийся в сталях и титановых сплавах, а также острые надрезы и другие концентраторы напряжений. Замедленное разрушение может произойти даже при хранении изделия, если в нем имеются остаточные напряжения (литейные, закалочные и др).

Время до начала разрушения может колебаться от нескольких минут до нескольких месяцев и лет. В этот инкубационный период происходит зарождение и (или) докритический рост трещины. После достижения трещиной критического размера $l_{кр}$, зависящего от действующего растягивающего напряжения, происходит ее быстрый закритический рост, и деталь растрескивается или полностью разрушается. Излом замедленного разрушения является макрорупким.

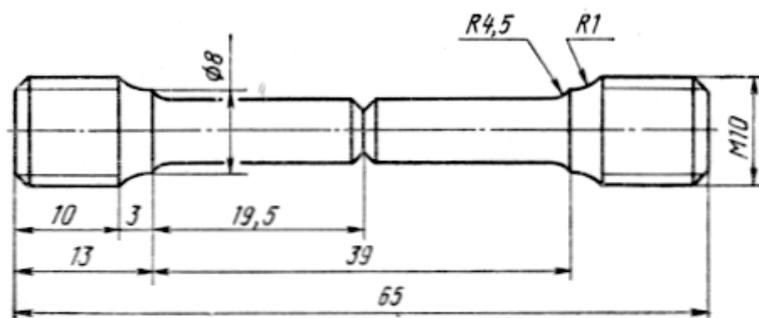


Рис. 4.16. Образец для испытания на замедленное разрушение

Испытания на замедленное разрушение проводят с использованием цилиндрических образцов, аналогичных разрывным, но имеющим посередине рабочей части острый надрез в виде кольцевой выточки (рис. 4.16). Растягивающее напряжение обычно составляет $(0,7-0,9) \sigma_{0,2}$. Нагружение образцов проводят в машинах, предназначенных для испытаний на длительную прочность, либо в специальных пружинных устройствах, схема одного из которых показана на рис. 4.17. Характеристикой замедленного разрушения является время до разрушения при заданном напряжении.

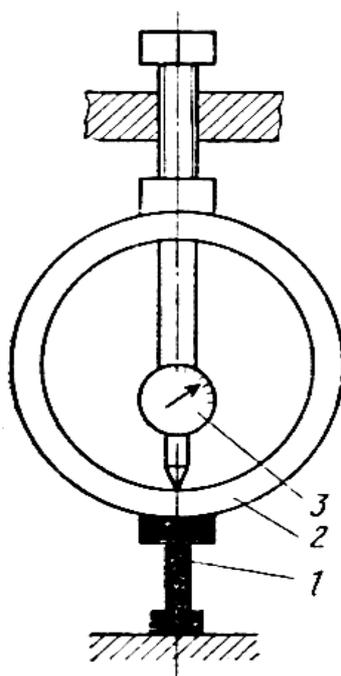


Рис. 4.17. Устройство для испытаний на замедленное разрушение:
1 – образец; 2 – динамометр; 3 – индикатор

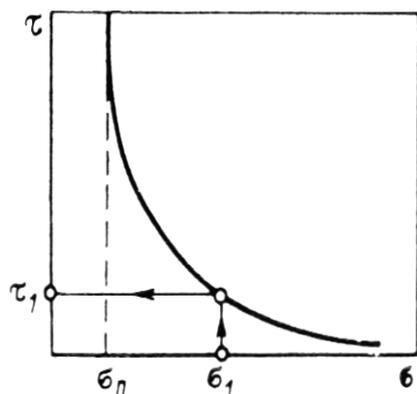


Рис. 4.18. Зависимость времени до разрушения τ от напряжения σ при испытании на замедленное разрушение

Время до разрушения возрастает с уменьшением напряжения, причем существует пороговое напряжение σ_n , ниже которого замедленное разрушение вообще не происходит (рис. 4.18).

4.8. Испытания на ударную вязкость

Громадное число машин и конструкций подвергаются ударным нагрузкам, которые часто приводят к разрушению. Для оценки способности материала выдерживать такие нагрузки проводят испытания на ударный изгиб.

Наиболее распространенные образцы для этих испытаний имеют форму стержня длиной 55 мм с квадратным сечением 10×10 мм. В соответствии с формой нанесенного посередине надреза — концентратора напряжений, образцы подразделяют на три типа: U, V и T (рис. 4.19). Концентратор типа T (трещина) получают в вершине начального надреза при циклическом изгибе образца.

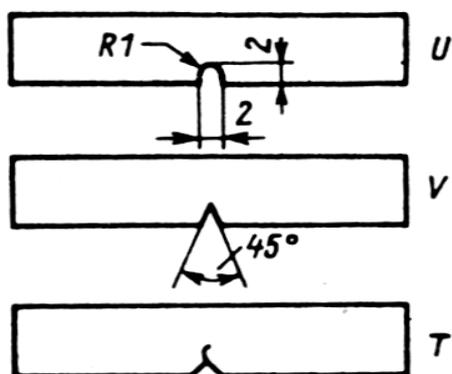


Рис. 4.19. Образцы для испытаний на ударную вязкость

Образцы с концентраторами типа V используют при испытаниях материалов для конструкций повышенной степени надежности (летательные аппараты, трубопроводы и пр.), а с концентраторами типа T — при испытании материалов особо ответственных конструкций, для которых первостепенное значение имеет сопротивление развитию трещины.

Испытания на ударную вязкость проводят на маятниковом копре при ударе маятника по образцу со стороны, противоположной концентратору напряжения (рис. 4.20). Энергию, затрачиваемую на деформацию и разрушение образца, называют *работой удара* и обозначают символом K с указанием вида концентратора (KU, KV, KT).

Ударная вязкость (обозначается символом КС) — это работа удара, отнесенная к начальной площади поперечного сечения в месте расположения концентратора:

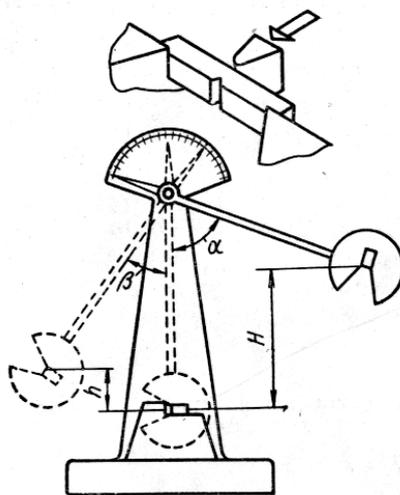


Рис. 4.20. Схема испытаний на ударную вязкость

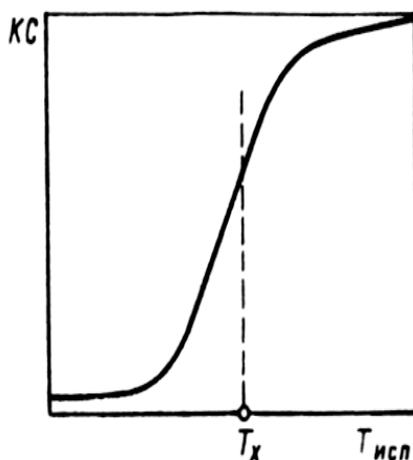


Рис. 4.21. Серийная кривая

$$KC = K/F_0. \quad (4.15)$$

Размерность ударной вязкости — Дж/см². В зависимости от типа концентратора напряжений имеем три обозначения ударной вязкости: KCU, KCV и KCT.

Ударная вязкость характеризует сочетание прочностных свойств и пластичности материала. Недостаток характеристики КС — невозможность использования ее в расчетах конструкций. Но испытания на ударную вязкость отличаются простотой оборудования и малой трудоемкостью и нашли широкое применение, особенно для сравнительной оценки склонности сплавов к хрупкому разрушению. Для этого полезно проводить испытания при разных температурах, включая отрицательные, и по их результатам строить графики зависимости ударной вязкости от температуры испытания — *серийные кривые* (названы так потому, что проводят серию испытаний при разных температурах). Для многих сплавов, особенно с о.ц.к. решеткой, характерно сильное снижение ударной вязкости при понижении температуры, происходящее в сравнительно узком интервале температур (рис. 4.21), что связано с переходом от вязкого разрушения к хрупкому.

Для оценки условной *температуры перехода* из вязкого состояния в хрупкое T_x , называемой также *порогом хладноломкости*, используют разные критерии: температуру достижения определенного уровня ударной вязкости (например, 30 Дж/см² у сталей), температуру середины переходного интервала или температуру, при которой 50% излома занято вязкой составляющей. Материалы, предназначенные для производства изделий, эксплуатируемых на севере, должны обладать возможно более низкой температурой T_x .

4.9. Испытания на усталость

Детали машин и транспортные конструкции чаще всего находятся под действием нагрузок, которые циклически изменяются либо по величине, либо и по величине, и по знаку. Типичные примеры — коленчатые валы, оси железнодорожных вагонов, лопадки турбин. В этих условиях развивается явление, называемое *усталостью металла*. Под усталостью понимают процесс постепенного накопления повреждений материала под действием циклически изменяющихся напряжений, приводящий к образованию трещин, их развитию и разрушению изделия. До 90% повреждений деталей при эксплуатации связано с усталостью. Особая опасность усталости состоит в том, что хотя она развивается во времени с увеличением числа циклов изменения напряжений, но это развитие внешне может быть незаметным, а разрушение детали происходит внезапно и при условном напряжении, значительно меньшем предела текучести.

Усталостная трещина зарождается, как правило, у поверхности изделия, где действуют максимальные растягивающие напряжения, и постепенно развивается в глубь изделия. Она развивается сравнительно долго, а затем в остав-

шемся живом сечении происходит быстрое разрушение, чаще всего хрупкое, так как усталостная трещина играет роль глубокого и острого надреза.

При испытаниях на усталость используют разные схемы нагружения образца. Простейшая из них — поперечный изгиб при вращении с консольным нагружением (рис. 4.22).

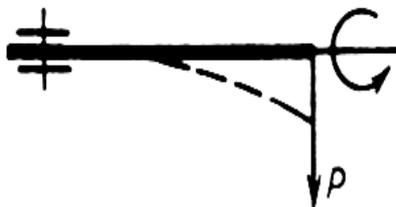


Рис. 4.22. Схема консольного нагружения при испытании на усталость

Образец одним концом жестко укреплен во вращающемся патроне, а к свободному концу образца приложена нагрузка P . В верхней половине сечения образца действуют растягивающие напряжения, а в нижней — сжимающие. При вращении образца на пол-оборота напряжения в соответствующих объемах образца меняют знак на обратный. Существуют и другие схемы нагружения, создающие разные типы циклического изменения напряжений. Циклы напряжений могут быть знакопостоянными, когда напряжения изменяются только по величине (рис. 4.23, кривая 1) и знакопеременными (рис. 4.23, кривая 2). Характеристикой цикла является коэффициент асимметрии $R = \sigma_{min}/\sigma_{max}$ (со знаком). Большинство испытаний на усталость проводят с использованием симметричных циклов напряжений, у которых максимальное и минимальное напряжения равны по величине, но противоположны по знаку (см. рис. 4.23, кривая 2, $R = -1$).

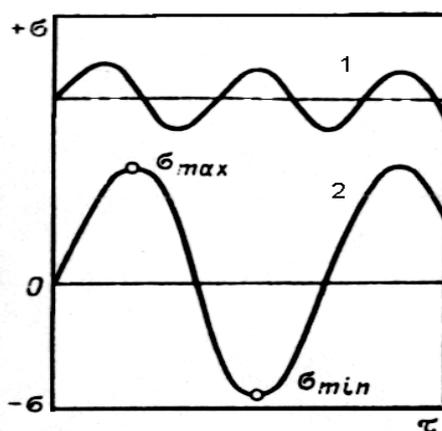


Рис. 4.23. Два типа циклов нагружения:
1 – знакопостоянный; 2 – знакопеременный

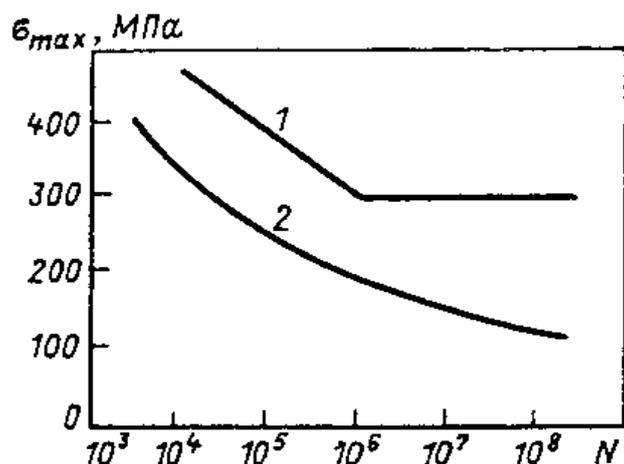


Рис. 4.24. Кривые усталости для углеродистой стали (1) и алюминиевого сплава АК8 (2)

При заданном максимальном напряжении цикла испытания проводят до разрушения образца. *Циклической долговечностью* N называют число циклов напряжений, выдержанных образцом до разрушения. С уменьшением максимального напряжения цикла долговечность возрастает. График в полулогарифмических координатах $\sigma_{max}-\lg N$ называют *кривой усталости* (рис. 4.24). У сталей и некоторых других сплавов ниже определенного значения σ_{max} разрушения не происходит при любом числе циклов (см. горизонтальный участок на кривой 1). Это напряжение называют *физическим пределом выносливости*.

Предел выносливости обозначают символом σ_{-1} , где R — коэффициент асимметрии цикла. Следовательно, предел выносливости при испытаниях с симметричным знакопеременным циклом напряжений обозначают символом σ_{-1} . Это наиболее частая характеристика сопротивления усталости в справочниках о свойствах сплавов.

У большинства цветных металлов на кривых усталости нет горизонтального участка. Для таких материалов определяют *ограниченный предел выносливости* — максимальное напряжение цикла, которое образец выдерживает без разрушения в течение заданного числа циклов нагружения. Это число циклов называют базой испытания. Для легких сплавов ГОСТ рекомендует базу испытаний в $100 \cdot 10^6$ циклов, а при определении физического предела выносливости сталей — $10 \cdot 10^6$ циклов.

Для некоторых материалов испытания проводят на малоцикловую усталость (МЦУ), база которых не превышает $5 \cdot 10^4$ циклов. Характеристикой МЦУ служит циклическая долговечность при заданном σ_{max} .

4.10. Испытания на жаропрочность

По мере развития техники все большее число деталей, машин и механизмов работает при повышенных температурах. Лопатки турбин, обшивка фюзеляжа и крыльев самолетов, нагруженные клапаны мощных двигателей, узлы атомных реакторов — это лишь отдельные примеры таких деталей. Надежность их работы определяется *жаропрочностью* металлических материалов, из которых они изготовлены. Жаропрочность — это способность металлов работать под напряжением в условиях повышенных температур без заметной остаточной деформации и разрушения.

Для количественной оценки характеристик жаропрочности металлов и сплавов используют несколько методов механических испытаний. Наиболее важные из них — испытания на ползучесть и длительную прочность, проводимые обычно по схеме одноосного растяжения.

4.10.1. Явление ползучести

При рассмотрении пластической деформации и деформационного упрочнения подразумевалось, что каждому значению напряжения соответствует определенная деформация. На самом же деле любой материал под действием постоянного напряжения может в определенных условиях деформироваться с течением времени. Явление непрерывной деформации под действием постоянного напряжения называется ползучестью.

В зависимости от температуры и уровня приложенного напряжения ползучесть протекает по разным законам. Наиболее известны четыре вида ползучести, области реализации которых в функции температуры и напряжения приведены на рис. 4.25. Чтобы сделать эту диаграмму применимой для разных металлов и сплавов, по оси абсцисс отложена гомологическая температура, а по оси ординат — отношение приложенного напряжения сдвига к модулю сдвига (t/G).

При напряжениях ниже критического напряжения сдвига $t_{кр}$ протекает неупругая обратимая ползучесть, связанная с упругим последствием. Поскольку неупругая ползучесть обратима, она обычно не опасна для конструкций, и поэтому специальных испытаний на ползучесть при напряжениях ниже $t_{кр}$ не проводят.

При напряжениях выше $t_{кр}$ в области относительно низких температур идет логарифмическая, а при высоких ($> 0,4-0,6 T_{пл}$) — так называемая высокотемпературная ползучесть. Отметим, что низко- и высокотемпературная ползучесть могут протекать при напряжениях, значительно меньших макроскопического предела текучести поликристаллического материала. Для практики наиболее важна высокотемпературная ползучесть. Стандартные испытания проводят именно в этой области. Наконец, при высоких температурах ($> 0,5-0,8 T_{пл}$) и низких напряжениях реализуется диффузионная ползучесть.



Рис. 4.25. Диаграмма основных видов ползучести

Основным первичным результатом испытания на ползучесть при заданной температуре и постоянном $t_{кр}$ является кривая ползучести в координатах: относительная деформация — время, которую строят по данным систематического измерения деформации (обычно относительного удлинения δ образца в процессе испытания). Изменение характера кривых ползучести с повышением температуры испытания при постоянном напряжении показано на рис. 4.26. Кривая типа ОАВ получается при низкотемпературной (логарифмической) ползучести, ОА'ВСD и ОА"С — при высокотемпературной.

4.10.2. Испытания на ползучесть

Для оценки поведения металлов и сплавов в условиях ползучести проводят различные испытания. Обычно в этих испытаниях реализуются условия высокотемпературной и диффузионной ползучести, так как их ведут при температурах выше $0,4-0,6 T_{пл}$, соответствующих рабочим температурам жаропрочных металлических материалов.

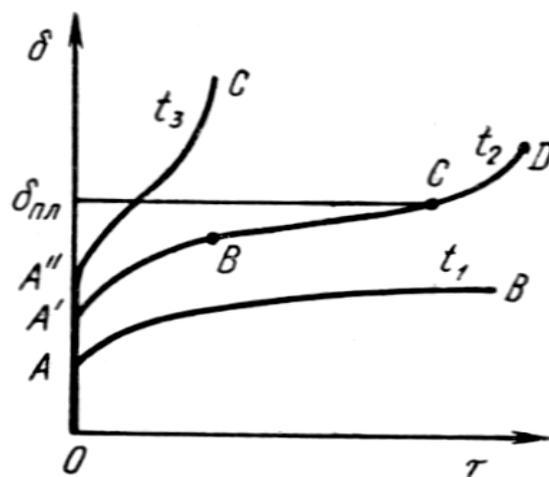


Рис. 4.26. Кривые ползучести при разных температурах

Основной целью стандартных испытаний на ползучесть при растяжении является определение *предела ползучести* материала. Предел ползучести — это наибольшее условное растягивающее напряжение, при котором скорость или деформация ползучести за определенное время достигают заданной величины. В случае высокотемпературной ползучести имеется в виду скорость на установившейся стадии.

Если допуск дается по скорости ползучести, то предел ползучести обозначается буквой σ с двумя индексами — нижний соответствует заданной скорости ползучести (%/ч), а верхний — температуре испытания ($^{\circ}\text{C}$). Например, $\sigma_{1 \cdot 10^{-4}}^{1100}$ — это предел ползучести при 1100°C и $v_n = 1 \cdot 10^{-4}\%$ /ч. Если задается относительное удлинение и время его достижения, то в обозначение предела ползучести вводят три индекса: один верхний соответствует температуре испытания, а два нижних — деформации и времени. Например, $\sigma_{1/1000}^{800}$ — предел ползучести при 800°C , когда $\delta = 1\%$ достигается за 1000 ч.

Испытания проводят на образцах с круглым или прямоугольным сечением рабочей части. Цилиндрический образец имеет диаметр 10 и расчетную длину 100 или 200 мм, плоский — ширину 15 и расчетную длину 100 мм. Допускается использование других образцов с диаметром $d_0 \geq 5$ мм и расчетной длиной $l_0 = 5d_0$ или $10d_0$. Форма и размеры головок определяются конструкцией захватов испытательной машины и необходимостью крепления тензометра. Как и при кратковременных высокотемпературных испытаниях на растяжение, головки делают резьбовыми, что обеспечивает наиболее прочное крепление образца в захватах.

Во многих машинах во время испытания постоянной поддерживается нагрузка, а не напряжение, которое со временем может несколько повышаться из-за сужения образца. Для обеспечения постоянства напряжения необходимо

использовать специальные устройства, автоматически уменьшающие нагрузку по мере удлинения образца, например фигурный рычаг, плечо которого меняется в зависимости от удлинения образца.

Испытания химически активных, в частности тугоплавких металлов и сплавов, проводят в вакуумных печах или в инертной атмосфере. При температурах выше 1500 К точность ее поддержания получается не меньше ± 10 К. Удлинение образца измеряют с точностью не менее 0,002 мм, используя специальные индикаторы с ценой деления 0,001 мм, катетометры, тензометры и другие измерители деформации.

При определении предела ползучести допуск на удлинение составляет от 0,1 до 1% за 100, 300, 500 или 1000 ч. В некоторых случаях, например для жаропрочных материалов, используемых в энергомашиностроении, это время может быть больше, вплоть до 100000 ч. Задаваемая скорость ползучести в большинстве случаев колеблется в пределах 10^{-3} – 10^{-6} %/ч, чаще всего 10^{-4} – 10^{-5} %/ч.

Кривая ползучести при высокой температуре имеет вид, подобный OA'BСD на рис. 4.26. Для расчета предела ползучести испытывают как минимум четыре образца при разных нагрузках (напряжениях). Для сокращения времени испытаний эти напряжения выбирают заведомо больше предела ползучести. Испытания прекращают на стадии установившейся ползучести, когда ее длительность будет достаточной для точного определения $v_{n.уст.}$. Это условие необходимо, поскольку допуск при определении предела высокотемпературной ползучести часто дается именно по величине $v_{n.уст.}$. По ГОСТу продолжительность испытания для определения предела ползучести с допуском по скорости установившейся ползучести должна быть не менее 2000–3000 ч, причем не менее 500 ч должно приходиться на установившуюся стадию.

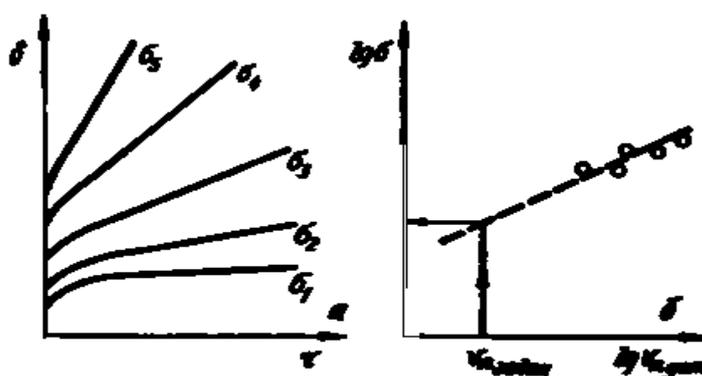


Рис. 4.27. Схема определения предела ползучести:

а – кривые ползучести, б – зависимость скорости установившейся ползучести от напряжения

Получают серию первичных кривых ползучести при разных напряжениях (рис. 4.27а) и для каждой из них подсчитывают $v_{л.уст}$. Затем в логарифмических координатах строят зависимость скорости установившейся ползучести от напряжения. Исходя из теоретического уравнения ползучести, эта зависимость должна быть линейной (рис. 4.27б). Продолжая прямую, построенную по экспериментальным точкам при относительно высоких σ (до заданного значения $v_{л.уст}$), определяют предел ползучести.

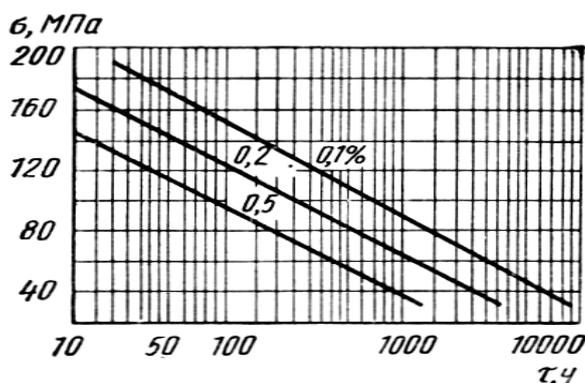


Рис. 4.28. Зависимость времени достижения заданной деформации ползучести от напряжения

Если допуск задается по величине удлинения за определенное время, то по первичным кривым ползучести строят зависимости времени достижения заданного значения δ от напряжения (рис. 4.28) и по ней определяют предел ползучести.

4.10.3. Испытания на длительную прочность

Предел ползучести характеризует напряжение, под действием которого материал может длительное время работать, не подвергаясь значительной деформации. Однако он ничего не говорит о сопротивлении материала разрушению при длительном воздействии температуры и напряжения. Для оценки этой сопротивляемости проводят специальные испытания на длительную прочность. В результате испытаний определяют *предел длительной прочности* — условное наибольшее напряжение, под действием которого материал при данной температуре разрушается.

Методика проведения испытания близка к методике испытаний на ползучесть. Используются те же схемы нагружения (обычно растяжение) и те же испытательные машины. Основные цилиндрические образцы стандартизованы. Они должны иметь рабочую часть диаметром $d_0 = 5, 7$ или 10 мм и расчетную длину $l_0 = 5d_0$ или $10d_0$. Допускаются другие пропорциональные образцы, но их диаметр должен быть не меньше 3 мм. У плоских образцов $l_0 = 5,65 \sqrt{F_0}$, где

F_0 — начальная площадь поперечного сечения. Конструкция головок и способ их крепления в захватах аналогичны применяемым при испытаниях на ползучесть.

Помимо гладких, используют образцы с надрезом, чаще всего V-образным кольцевым с углом раскрытия 60 или 45°.

Для определения предела длительной прочности необходимо провести испытание нескольких, по крайней мере пяти–шести образцов при разных напряжениях. Основным результатом испытания каждого образца является время до разрушения τ_p при заданном напряжении σ . Связь между τ_p и σ хорошо аппроксимируется уравнением

$$\tau_p = B\sigma^{-m}, \quad (4.16)$$

где B и m — коэффициенты.

В логарифмических координатах эта зависимость прямолинейна и, следовательно, дает возможность экстраполировать результаты на более длительное время. Определив время до разрушения образцов, находившихся под напряжением, заведомо большим предполагаемого предела длительной прочности (чтобы сократить время испытания), строят по экспериментальным точкам прямую $\lg\sigma - \lg\tau_p$ и после ее экстраполяции до заданного времени оценивают величину этого предела (рис. 4.29, кривая 1). По стандарту рекомендуемый допуск по времени составляет от 50 до 10000 ч и определяется, как и в случае предела ползучести, требованиями к испытываемому материалу.

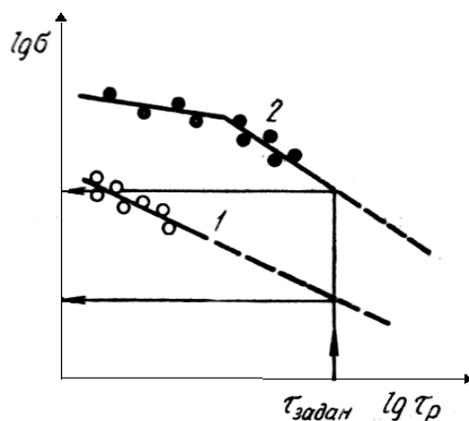


Рис. 4.29. Схема определения предела длительной прочности

Иногда зависимость $\lg\sigma - \lg\tau_p$ характеризуется точкой перелома (рис. 4.29, кривая 2). Она соответствует переходу от внутрикристаллитного или смешанного разрушения к полностью межкристаллитному разрушению при низких напряжениях. В таких случаях экстраполяцию можно проводить,

если надежно установлен наклон прямой в области межкристаллитного разрушения.

Обработку первичных результатов испытаний и определение предела длительной прочности, как и предела ползучести, следует проводить с использованием статистических методов. В частности, построение прямых в логарифмических координатах нужно выполнять методом наименьших квадратов с оценкой величины доверительного интервала.

Обозначение предела длительной прочности σ сопровождаются двумя индексами: вверху записывают температуру испытания, °С, внизу — заданную долговечность, ч. Например, σ_{1000}^{900} — предел прочности 1000 ч при 900°С.

Помимо предела длительной прочности, в этих испытаниях оценивают характеристики пластичности — относительное удлинение и сужение. Часто деформация фиксируется и в процессе испытания. В результате может быть построена полная кривая ползучести, а по ней определена величина относительного удлинения к концу стадии установившейся ползучести. Эту величину считают характеристикой запаса длительной пластичности материала, она обычно значительно меньше конечного удлинения на стадии разрушения.

При высокотемпературных испытаниях на длительную прочность, когда образцы доводят до разрушения, каждый из них последовательно проходит все три стадии ползучести и величина предела длительной прочности определяется поведением материала на всех стадиях, в том числе на стадии разрушения. Факторы, препятствующие развитию пор и трещин, способствуют повышению предела длительной прочности. Таким образом, предел длительной прочности характеризует способность материала противостоять разрушению при длительном воздействии температуры и напряжения.

4.11. Испытания на релаксацию напряжений

Релаксацией называют самопроизвольное уменьшение напряжений в материале при неизменном значении величины его общей деформации. Это вызвано переходом упругой деформации в пластическую.

При испытаниях на релаксацию оценивают уменьшение макронапряжений во всем образце. Типичным примером детали, работающей в условиях релаксации напряжений, является болт фланцевого соединения. Плотность этого соединения определяется усилием натяга болта, который создается вследствие упругой деформации болта. С течением времени натяг болта (уровень напряжений) ослабевает, так как часть упругой деформации переходит в пластическую.

Испытания на релаксацию проводят по схемам растяжения, изгиба и кручения.

Широкое распространение получил метод И.А. Одингга, где релаксация оценивается на кольцевых образцах, расчетная часть которых ВЛВ (рис. 4.30) имеет равное сопротивление изгибу. Напряжение в образце создается установ-

кой клина К в прорезь СС. Утолщенные части образца ВС и ВС в релаксации не участвуют. Они только передают усилие от клина к расчетной части кольца. Величина создаваемых там напряжений определяется толщиной клина t . Она больше ширины прорези, поэтому общая начальная деформация $e_0 = t - a$, а начальное напряжение в наружных волокнах расчетной части $\sigma_0 = Eae_0$, где E — модуль нормальной упругости; A — коэффициент, связанный с перемещением утолщенных концов кольца в процессе деформации, равный 0,000583 мм.

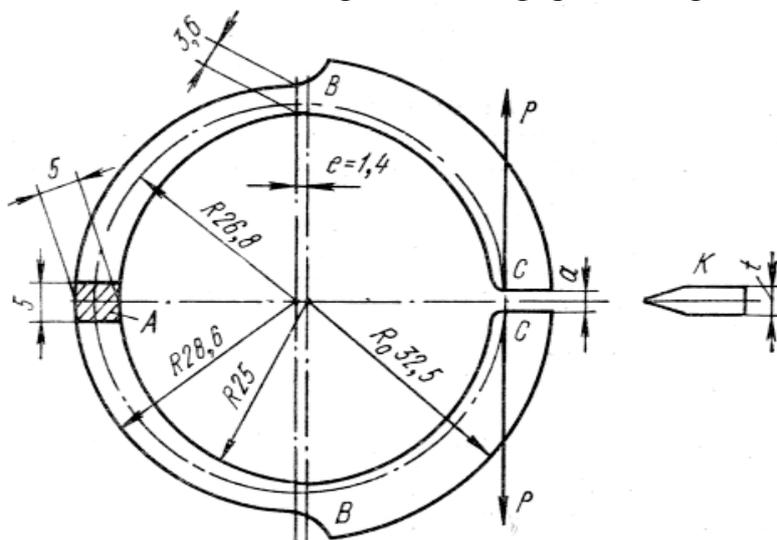


Рис. 4.30. Кольцевой образец для испытания на релаксацию напряжений

После выдержки образца в печи при заданной температуре в течение определенного времени его вынимают, охлаждают, удаляют клин из прорези и измеряют ширину СС, которая теперь меньше a . Величина остаточного напряжения $\sigma_0 \Delta a_{ост} = EA\Delta e$, где Δe — разница между получаемой после испытания деформацией и e_0 . После этого рассчитывают величину релаксации напряжений $\Delta\sigma = \sigma_0 - \sigma_{ост}$. По результатам измерений $\Delta\sigma$ в функции времени выдержки образца в печи строят кривую релаксации. В качестве характеристики релаксационной стойкости принимают величину падения напряжения $\Delta\sigma$ за заданное время (200–3000 ч).

4.12. Методы измерения твердости

Под твердостью понимается свойство поверхностного слоя материала сопротивляться упругой и пластической деформации или разрушению при местных контактных воздействиях со стороны другого, более твердого и не получающего остаточной деформации тела (индентора) определенной формы и размера. В разных методах и при различных условиях проведения испытания числа твердости могут характеризовать упругие свойства, сопротивление малым или большим пластическим деформациям, сопротивление материала разрушению.

По широте применения испытания на твердость, особенно при комнатной температуре, конкурируют с наиболее распространенными испытаниями на статическое растяжение. Это объясняется простотой, высокой производительностью, отсутствием разрушения образца, возможностью оценки свойств отдельных структурных составляющих и тонких слоев на малой площади, легко устанавливаемой связью результатов определения твердости с данными других испытаний.

Способы определения твердости делят на статические и динамические — в зависимости от скорости приложения нагрузки, а по способу ее приложения — на методы вдавливания и царапания. Наиболее распространены методы, в которых используется статическое вдавливание индентора нормально поверхности образца.

Во всех методах испытания на твердость очень важно правильно подготовить поверхностный слой образца. Он должен по возможности полно характеризовать материал, твердость которого необходимо определить. Все поверхностные дефекты (окалина, выбоины, вмятины, грубые риски и т. д.) должны быть удалены. Требования к качеству испытываемой поверхности зависят от применяемого индентора и величины прилагаемой нагрузки. Чем меньше глубина вдавливания индентора, тем выше требуется чистота поверхности и тем более строго нужно следить, чтобы свойства поверхностного слоя не изменились вследствие наклепа или разогрева при шлифовании и полировке.

Нагрузка прилагается по оси вдавливаемого индентора перпендикулярно к испытываемой поверхности. Для соблюдения этого условия плоскость испытываемой поверхности образца должна быть строго параллельна опорной поверхности. Неплоские образцы крепят на специальных опорных столиках, входящих в комплект твердомеров.

Определяя твердость всеми методами (кроме микротвердости), измеряют суммарное сопротивление металла внедрению в него индентора, усредняющее твердость всех имеющихся структурных составляющих. Поэтому получающийся после снятия нагрузки отпечаток должен быть по размеру значительно больше размеров зерен отдельных структурных составляющих (диаметр или длина диагонали отпечатков при измерении твердости меняется от 0,1–0,2 до нескольких миллиметров). Неизбежные различия в структуре разных участков образца приводят к разбросу значений твердости, который тем больше, чем меньше размер отпечатка.

4.12.1. Твердость по Бринеллю

При стандартном измерении твердости по Бринеллю стальной шарик диаметром D вдавливают в испытуемый образец под приложенной определенной нагрузкой P ; после снятия нагрузки измеряют диаметр d оставшегося на поверхности образца отпечатка.

Диаметр отпечатка получается тем меньше, чем выше сопротивление материала образца деформации, производимой индентором. Число твердости по Бринеллю (НВ) есть отношение нагрузки P , действующей на шаровой индентор диаметром D , к площади F шаровой поверхности отпечатка:

$$HB = \frac{P}{F} = \frac{P}{\frac{\pi D}{2} \left(D - \sqrt{D^2 - d^2} \right)}. \quad (4.17)$$

При определении твердости по Бринеллю шариком с $D = 10$ мм под нагрузкой $P = 30$ кН и времени выдержки $\tau = 10$ с число твердости записывают так: НВ 400, НВ 250 или НВ = 30000 МПа. При использовании других условий испытания индекс НВ дополняют цифрами, указывающими диаметр использованного шарика в мм, нагрузку в кгс и продолжительность выдержки в с. Например, НВ 5/750/30-350 — это число твердости по Бринеллю (350), полученное при вдавливании шарика с $D = 5$ мм нагрузкой $P = 750$ кгс (7500 Н) в течение $\tau = 30$ с.

Твердость по Бринеллю определяют при помощи шарового индентора диаметром 2,5, 5 или 10 мм. Инденторы изготавливают из стали с твердостью не менее 8500 МПа. Методом Бринелля можно испытывать материалы с твердостью от НВ 8 до НВ 450. При большей твердости образца шарик-индентор остаточного деформируется на величину, превышающую стандартизованный допуск.

Из формулы (4.17) следует, что для получения одинаковых значений НВ одного и того же образца при использовании шариков разного диаметра необходимо постоянство отношений P/D^2 и d/D (условие геометрического подобия отпечатков при использовании шарового индентора). Но на практике такого постоянства добиться невозможно. Отношение d/D поддерживают в пределах 0,2–0,6. Для получения отпечатка оптимальных размеров необходимо правильно подобрать соотношение между нагрузкой и диаметром шарика. Рекомендуемые нагрузки и диаметры шариков для определения НВ различных металлических материалов приведены в табл. 4.2.

Нагрузки (P) и диаметры (D) шариков, рекомендуемых для испытания твердости по Бринеллю

P , Н	D , мм			Примечание
	10	5	2,5	
$30 D^2$	30000	7500	1875	Материалы с НВ 130–450 (стали, чугуны, высокопрочные сплавы на основе титана, никеля, меди, алюминия)
$10 D^2$	10000	2500	625	Материал с НВ 35–130 (алюминиевые сплавы, латуни, бронзы)
$5 D^2$	5000	1250	312,5	Алюминий, магний, цинк, латуни
$2,5 D^2$	2500	625	156,25	Подшипниковые сплавы
$1,25 D^2$	1250	312,5	78,125	Свинец, олово, припой
$0,5 D^2$	500	125	31,25	Мягкие металлы при повышенных температурах

Рекомендуемое время выдержки образца под нагрузкой для сталей 10 с, для цветных металлов и сплавов 30 (при $P/D^2 = 10$ и 30) или 60 с (при $P/D^2 = 2,5$). Зная заданные при испытании P и D и измерив d , находят число твердости НВ по стандартным таблицам.

Для многих металлов и сплавов между НВ и σ_B существует линейная связь: $\sigma_B = x \cdot \text{НВ}$. В табл. 4.3 приведены значения коэффициента x для различных материалов. Там же приведено значение d/D и средняя степень деформации в лунке $\psi_{вд}$, соответствующая этому отношению, а также величина равномерной деформации $\psi_{равн}$, соответствующая временному сопротивлению для каждой группы сплавов.

Видно, что деформация в лунке $\psi_{вд}$ для чугунов, титановых и литейных алюминиевых сплавов значительно больше, чем $\psi_{равн}$ при растяжении. У высокопрочных сталей $\psi_{вд} \approx \psi_{равн}$, а для аустенитных сталей и латуни $\psi_{вд} < \psi_{равн}$. Таким образом, разница в значениях коэффициента пропорциональности между твердостью по Бринеллю и временным сопротивлением у разных материалов связана с тем, что они сопоставляются не при одинаковой степени деформации. Если же $\psi_{вд} \approx \psi_{равн}$, как у высокопрочных сталей, то $x = 0,33$. У материалов с $\psi_{вд} > \psi_{равн}$ $x < 0,33$, а если $\psi_{вд} < \psi_{равн}$, то $x > 0,33$. Коэффициент пропорциональности x тем больше, чем меньше степень равномерной деформации. Он зависит также от упругих констант материала. Величина x для большинства деформи-

руемых алюминиевых сплавов примерно постоянна и близка к 0,25, для сталей $x \approx 0,35$, для меди $\sim 0,48$ и т. д.

Таблица 4.3

Значения коэффициента x для различных материалов

Материал	x	d/D	$\psi_{вд}, \%$	$\psi_{равн}, \%$
Чугуны	0,15	0,4	8	1
Литейные алюминиевые сплавы	0,25	0,45	10	2
Деформируемые алюминиевые сплавы	0,38	0,4	8	15
Титановые сплавы	0,3	0,4	8	3
Стали:				
высокопрочные	0,33	0,33	5	5
малоуглеродистые	0,33	0,45	10	15
Аустенитные стали и латуни	0,45	0,4	8	30

У малопластичных металлов и сплавов корреляция $HВ$ и σ_b может отсутствовать: высокая твердость часто сочетается с низким пределом прочности. Это вполне естественно, если учесть совершенно разный физический смысл этих характеристик для хрупких материалов. Предел прочности таких материалов близок к истинному сопротивлению разрушению, а $HВ$ остается критерием сопротивляемости значительной пластической деформации в условиях более мягкой схемы напряженного состояния.

4.12.2. Твердость по Виккерсу

Этот метод второй по распространенности после метода Бринелля. При стандартном измерении твердости по Виккерсу в поверхность образца вдавливают алмазный индентор в форме четырехгранной пирамиды с углом при вершине $\alpha \approx 136^\circ$. После удаления нагрузки $P = 10\text{--}1000$ Н, действовавшей определенное время (10–15 с), измеряют диагональ отпечатка d , оставшегося на поверхности образца. Число твердости HV (записываемое по ГОСТу без единиц измерения, например 230 HV) определяют делением нагрузки в килограммах на площадь боковой поверхности полученного пирамидального отпечатка $F = (d^2/2) (1/\sin \alpha/2)$, мм²:

$$HV = (2P \sin \alpha/2)/d^2 = 1,854P/d^2. \quad (4.18)$$

Если число твердости выражают в МПа, то после него указывают единицу измерения (например, HV = 3200 МПа).

Измерив диагональ d восстановленного отпечатка и зная использованную нагрузку P , можно найти число твердости по специальным таблицам, составленным с использованием формулы (4.18).

Относительно небольшие нагрузки и малая глубина вдавливания индентора обуславливают необходимость более тщательной подготовки поверхности, чем при измерении твердости по Бринеллю. Образцы для замера твердости HV, как правило, отполированы, и их поверхность свободна от наклепа.

Обычно $d < 1$ мм, т.е. размеры отпечатка при определении твердости по Виккерсу, как правило, значительно меньше, чем в методе Бринелля. При грубой структуре образца это может вызвать больший разброс значений HV в разных точках образца по сравнению с разбросом HB. Для получения достоверных средних значений HV приходится делать на каждом образце не менее пятидесяти замеров.

Физический смысл числа твердости по Виккерсу аналогичен HB, величина HV тоже является усредненным условным напряжением в зоне контакта индентор–образец и характеризует обычно сопротивление материала значительной пластической деформации.

Числа HV и HB близки по абсолютной величине. Это обусловлено равенством угла при вершине пирамиды углу между касательными к шарикю для случая «идеального» отпечатка с $d = 0,375D$. Однако HB \approx HV только до 400–450 HV. Выше этих значений метод Бринелля дает искаженные результаты из-за остаточной деформации стального шарика. Алмазная же пирамида в методе Виккерса позволяет определять твердость практически любых металлических материалов. Еще более важное преимущество этого метода — геометрическое подобие отпечатков при любых нагрузках. Поэтому возможно строгое количественное сопоставление чисел твердости HV любых материалов, испытанных при различных нагрузках.

4.12.3. Твердость по Роквеллу

При измерении твердости по Роквеллу индентор — алмазный конус с углом при вершине 120° и радиусом закругления 0,2 мм или стальной шарик диаметром 1,5875 мм (1/18 дюйма) — вдавливаются в образец под действием двух последовательно прилагаемых нагрузок: предварительной P_0 и общей $P = P_0 + P_1$, где P_1 — основная нагрузка. Число твердости по Роквеллу измеряют в условных единицах, оно является мерой глубины вдавливания индентора под определенной нагрузкой.

Схема определения твердости по Роквеллу при вдавливании алмазного конуса приведена на рис. 4.31. Сначала индентор вдавливается в поверхность образца под предварительной нагрузкой $P_0 = 100$ Н, которая не снимается до конца испытания. Это обеспечивает повышенную точность испытания, так как

исключает влияние вибраций и тонкого поверхностного слоя. Под нагрузкой P_0 индентор погружается в образец на глубину h_0 . Затем на образец подается полная нагрузка $P = P_0 + P_1$ и увеличивается глубина вдавливания. Последняя после снятия основной нагрузки P_1 (когда на индентор вновь действует только предварительная нагрузка P_0) определяет число твердости по Роквеллу (HR). Чем больше глубина вдавливания h , тем меньше число твердости HR.

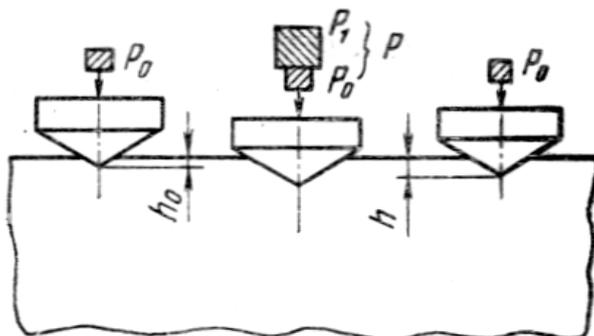


Рис. 4.31. Схема измерения твердости по Роквеллу

При использовании в качестве индентора алмазного конуса твердость по Роквеллу определяют по двум «шкалам» — А и С. При измерении по шкале А: $P_0 = 100$ Н, $P_1 = 500$ Н, $P = 600$ Н; по шкале С: $P_0 = 100$ Н, $P_1 = 1400$ Н, $P = 1500$ Н. Число твердости выражается формулой

$$\text{HRC(HRA)} = 100 - e, \quad (4.19)$$

где $e = (h - h_0)/0,002$ (0,002 мм — цена деления шкалы индикатора твердомера Роквелла).

Единица твердости по Роквеллу — безразмерная величина, соответствующая осевому перемещению индентора на 0,002 мм.

При использовании в качестве индентора стального шарика число твердости HR определяют по шкале В, т.е. при $P_0 = 100$ Н, $P_1 = 900$ Н, $P = 1000$ Н, по формуле

$$\text{HRB} = 130 - e. \quad (4.20)$$

Числа твердости по Роквеллу записываются так же, как HB и HV: HRC 65, HRA 80 и т. д.

По шкале А измеряют твердость в пределах 70–85, чему приблизительно соответствуют числа твердости HV 390–900, по шкале В — 25–100 (HV 60–240), по шкале С — 20–67 (HV 240–900).

Для определения твердости по Роквеллу тонких образцов или слоев используют специальный прибор Супер-Роквелл. Он отличается от обычных

твердомеров меньшей величиной прилагаемой нагрузки и более точным индикатором. Предварительная нагрузка у этого прибора 30 Н, а общая 150, 350 или 450 Н. По ГОСТ 2295-78 на этом приборе измеряют числа твердости HRN (индентор — алмазный конус, нагрузка 150 Н) и HRT (индентор — стальной шарик, нагрузка 450 Н). Одно деление индикатора соответствует здесь глубине вдавливания 0,001 мм. Супер-Роквелл используют для оценки твердости тонких листов, очень малых образцов, поверхностных слоев, изделий, которые могут продавливаться насквозь или разрушаться под действием большой нагрузки.

Из рассмотренной методики определения твердости по Роквеллу видно, что это еще более условная характеристика, чем НВ. Наличие различных шкал твердости, определяемой без геометрического подобия отпечатков, условный и безразмерный численный результат испытания, сравнительно низкая чувствительность делают метод Роквелла лишь средством быстрого упрощенного технического контроля. В заводских условиях его ценность велика благодаря простоте, высокой производительности, отсчету чисел твердости прямо по шкале прибора, возможности полной автоматизации испытания.

Числа твердости, полученные разными методами статического вдавливания индентора, связаны между собой. Зная, например, значение твердости по Бринеллю, можно перевести его с некоторым приближением в число твердости по Виккерсу или Роквеллу.

Числа твердости по разным методам можно определить на одном приборе. Например, универсальный твердомер УПТ-1 позволяет измерять твердость всеми тремя рассмотренными методами. Переход от одного метода к другому требует лишь смены индентора и грузов.

4.12.4. Микротвердость

Метод определения микротвердости предназначен для оценки твердости очень малых (микроскопических) объемов материалов. Его применяют для измерения твердости мелких деталей, тонкой проволоки или ленты, тонких поверхностных слоев, покрытий и т. д. Главное назначение — оценка твердости отдельных фаз или структурных составляющих сплавов, а также разницы в твердости отдельных участков этих составляющих.

Метод стандартизован. В качестве индентора при измерении микротвердости чаще всего, как и в случае определения твердости по Виккерсу, используют правильную четырехгранную алмазную пирамиду с углом при вершине 136° . Эта пирамида плавно вдавливаются в образец при нагрузках 0,05–5 Н. Число микротвердости H_{\square} МПа, определяется по формуле

$$H_{\square} = 1,854 \cdot 10^5 P/d^2, \quad (4.21)$$

где P — нагрузка, Н; d — диагональ отпечатка, обычно 7–50 мкм; $d^2/1,854$ — площадь боковой поверхности полученного пирамидального отпечатка.

По ГОСТу число микротвердости, МПа, записывают без единицы измерения, например $H_{\square} 1050$.

Микротвердость массивных образцов измеряют на металлографических шлифах, приготовленных специальным образом. Глубина вдавливания индентора при определении микротвердости составляет несколько микрометров и соизмерима с глубиной получаемого в результате механической шлифовки и полировки наклепанного поверхностного слоя. Поэтому методика удаления этого слоя имеет особенно важное значение.

Наклепанный слой удаляют обычно одним из трех методов: электрополировкой, отжигом готовых шлифов в вакууме или инертной атмосфере и глубоким химическим травлением. При использовании любого метода экспериментально устанавливают режим (время электрополировки или травления, плотность тока и концентрацию реактива, температуру и время отжига и т. д.), при котором полностью снимается наклеп в поверхностном слое образца. Для этого строят зависимость H_{\square} от параметра, изменяемого при подборе режима снятия наклепанного слоя. Момент выхода на горизонталь величины H_{\square} соответствует оптимальному режиму, который затем используется при подготовке аналогичных образцов.

При измерении микротвердости расстояние между центрами соседних отпечатков должно быть не менее двух длин диагонали большего отпечатка. Таким же должно быть расстояние от центра отпечатка до края образца, длина диагонали отпечатка — не более полуторной толщины образца.

Для определения числа микротвердости по длине диагонали при разных нагрузках P существуют специальные таблицы и номограммы.

Фактически метод микротвердости — это разновидность метода Виккерса и отличается от него только использованием меньших нагрузок и соответственно меньшим размером отпечатка. Поэтому физический смысл числа микротвердости аналогичен HV . Для гомогенных однофазных материалов с крупным зерном $H_{\square} \approx HV$. Часто наблюдаемые отклонения от этого равенства, особенно в области $P < 0,05-0,1$ Н, объясняются в основном большими погрешностями измерения микротвердости. Источники этих погрешностей — вибрации, инструментальные ошибки в измерении длины диагонали отпечатка, неидентичность условий ручного нагружения, искажения структуры поверхностного слоя и др. По мере уменьшения нагрузки все погрешности возрастают. Поэтому не рекомендуется работать с нагрузками, которые дают отпечатки с $d < 8-9$ мкм. Использование приставок для автоматического нагружения, всемерное устранение вибраций, тщательная отработка методики приготовления шлифов позволяют свести ошибки в определении числа микротвердости к минимуму.

Как уже отмечалось, главная ценность метода микротвердости — это возможность оценки твердости отдельных фаз и структурных составляющих, что очень важно при решении многих металловедческих задач и чего нельзя сделать другими методами.

4.12.5. Наноиндентирование

Впервые метод непрерывного вдавливания индентора с одновременной регистрацией глубины отпечатка и величины нагрузки был впервые реализован более полувека назад П. Гродзинским. Непрерывно продолжающаяся миниатюризация изделий электронной техники повысила интерес к изучению механических свойств материалов в нанометровом масштабе размеров. Поэтому, в настоящее время метод непрерывной регистрации сил вдавливания и глубины отпечатка в этом диапазоне все чаще стали квалифицировать как наноиндентирование. Современные наноинденторы содержат силовую ячейку, с помощью которой выполняется программируемое нагружение, прецизионный датчик перемещений, непрерывно регистрирующий глубину погружения зонда-индентора во времени, электронный контроллер, осуществляющий первичную обработку информации и управление прибором, персональный компьютер с пакетом специальных программ. В качестве индентора при наноиндентировании используют, как правило, трехгранную алмазную пирамиду Берковича с углом заточки $65,3^\circ$. Выбор такой формы индентора обусловлен тем, что ему можно придать гораздо большую остроту, чем четырехгранной пирамиде. Угол при вершине в пирамиде Берковича принят из условия равенства площадей отпечатков с идеальной четырехгранной пирамидой Виккерса при равенстве глубин их погружения в исследуемый материал. Источником информации о материале при наноиндентировании является непрерывно регистрируемая зависимость величины смещения индентора h от величины приложенной нормальной нагрузки P (рис. 4.32). Полученная в результате диаграмма (сила внедрения–глубина погружения) аналогична по смыслу традиционной диаграмме σ – ε при одноосном растяжении/сжатии. Из полученной зависимости может быть извлечено более десятка параметров, характеризующих материал на наноуровне (в том числе и времязависимые), а после специальной обработки восстановлена и кривая σ – ε . В результате развития метод наноиндентирования вышел далеко за рамки чисто метрологического определения твердости и модуля упругости.

Специфическая особенность локального нагружения индентора состоит в измерении характерных размеров отпечатка и вовлеченного в деформацию объема материала на несколько порядков величины в процессе одного цикла испытания. Вследствие этого и скорость относительной деформации ε' сильно уменьшается по мере роста глубины проникновения индентора от начала к концу испытания. При малых $h \sim 10$ нм даже весьма умеренные линейные скорости внедрения индентора ($dh/dt \sim 1$ мм/с) обеспечивают достижение значений $\varepsilon' > 10^5$ с⁻¹, которые характерны для деформации взрывом на поверхности образца.

Другая особенность испытания индентированием состоит в том, что среднее контактное давление в отпечатке p_m (твердость по Мейеру) достигает в упругой области некоторой конечной величины, которая при последующем по-

грузении практически не меняется несмотря на то, что сила вдавливания и глубина отпечатка продолжают нарастать.

Таким образом, в отличие от одноосного растяжения/сжатия, где образец испытывается под действием растущих напряжений и в условиях увеличивающейся с постоянной скоростью деформации, непрерывное наноиндентирование обеспечивает сканирование по размерам деформированной области и скорости относительной деформации на несколько порядков величины во время одного испытания.

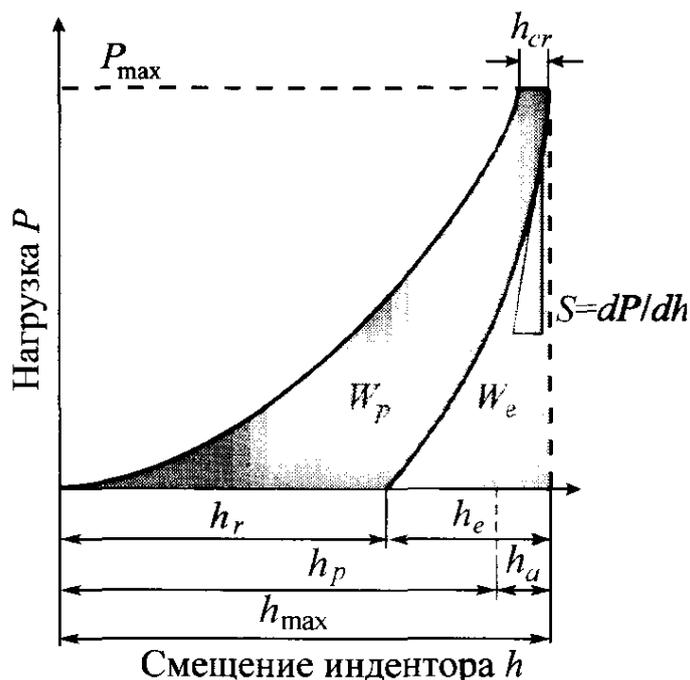


Рис. 4.32. Диаграмма нагружения P–h

Современные методы обработки результатов наноиндентирования позволяют разделить вклад масштабного и скоростного факторов и получить большой объем информации с одного образца, не разрушая его. Это дает большие преимущества при испытании наноструктурированных или наноразмерных объектов. В итоге наноиндентирование позволяет решать следующие задачи:

- измерять твердость и модуль Юнга;
- выявлять сопротивление чисто упругому локальному деформированию в наноконтакте;
- определять критическую нагрузку перехода от чисто упругой в упруго-пластическую область при локальном деформировании;
- определять упругопластические характеристики материалов, не поддающихся пластическому деформированию в макроопытах (керамики, нитриды, бориды и т. д.);
- устанавливать коэффициент вязкости разрушения и энергию разрушения по скачкам на P–h-диаграмме;
- оценивать анизотропию механических свойств;

- оценивать величину и распределение внутренних напряжений;
- выявлять причины неустойчивости пластического течения;
- решать другие задачи физического материаловедения.

4.12.6. Другие методы определения твердости

Помимо методов определения твердости при статическом вдавливании индентора ограниченно применяют также методы царапания и динамические способы оценки твердости.

Метод царапания состоит в нанесении царапины на поверхности образца алмазным или другим недеформирующимся индентором, находящимся под постоянной нагрузкой. Метод не стандартизован, и на практике используют различные критерии твердости царапанием H_c . Часто за H_c принимают одну из следующих характеристик:

- 1) величину нагрузки P , при которой получается царапина заданной ширины (обычно $b = 10$ мкм);
- 2) ширину царапины при заданной нагрузке;
- 3) величину, обратно пропорциональную ширине или квадрату ширины царапины при определенной нагрузке, например $H_c = 10000/b^2$ при $P = 0,3$ Н. Наиболее правильно, по-видимому, оценивать число твердости царапанием как отношение вертикальной нагрузки P к проекции царапины на поверхности образца: $H_c = 4P/b^2$.

В этом случае единица измерения H_c получается такой же, как и других чисел твердости, определяемых при вдавливании индентора.

В качестве индентора используют либо конус с углом при вершине 90° (реже 120°), либо трех- или четырехгранную пирамиду. Образцы перед испытанием полируют. Для измерения ширины царапины, не превышающей обычно несколько десятков микрометров, применяют измерительный микроскоп.

Твердость методом царапания определяют в условиях местного разрушения металла, а не в условиях упругого или пластического деформирования. При образовании царапины металл сначала пластически деформируется, а затем, когда напряжения достигают величины, соответствующей сопротивлению разрушению (путем среза), происходит разрыв. Так как для одного и того же металла истинное сопротивление разрыву S_k практически не зависит от степени предварительного наклепа, величина H_c не связана со способом подготовки поверхности.

Из динамических методов определения твердости наиболее известен метод упругого отскока бойка (твердость по Шору). Твердость определяется при помощи бойка с алмазным наконечником, который падает на поверхность образца с фиксированной высоты. Энергия бойка расходуется на упругую и пластическую деформацию в месте удара и на последующее поднятие бойка. Чем больше высота подъема бойка после удара, тем, следовательно, меньшая энергия израсходована на деформацию образца и тем больше должна быть его твер-

дость. Число твердости по Шору HSD измеряют в условных единицах, соответствующих высоте подъема бойка, причем $HSD = 100$ принято для закаленной на мартенсит эвтектоидной инструментальной стали.

При комнатной температуре метод Шора используют для сравнения твердых металлических сплавов с близкими упругими характеристиками. Кратковременность соприкосновения бойка с образцом и простота метода делают его перспективным для оценки твердости при высоких температурах (> 1400 К), когда существующие материалы инденторов уже не позволяют проводить статические испытания.

Контрольные вопросы

1. Назовите единицы измерения упругих модулей.
2. Назовите единицы изменения механических напряжений.
3. Назовите параметры, характеризующие пластичность материала при испытании на растяжение.
4. Как называют величину, характеризующую отношение относительных изменений поперечного и продольного размеров образца при деформации?
5. Как называют величину, характеризующую отношение приложенной силы к относительной деформации при растяжении?
6. Назовите единицы изменения микротвердости.
7. Дайте определение предела пропорциональности при сжатии.
8. Дайте определение предела упругости при растяжении.
9. Дайте определение предела прочности при изгибе.
10. Перечислите критерием годности продукции при технологических пробах на изгиб.
11. Какова цель испытаний на ползучесть?
12. Назовите единицу твердости по Роквеллу.
13. По какой формуле определяют относительное укорочение при испытании на сжатие.
14. Какой закон устанавливает пропорциональность механических напряжений и механических деформаций анизотропной среды?
15. Какие показатели механических свойств можно определить при испытании на растяжение?
16. Назовите параметры, характеризующие пластичность материала при сжатии.
17. При каких испытаниях любой образец можно довести до разрушения?
18. По какой формуле рассчитывают ударную вязкость?
19. Назовите базу испытаний для ограниченного предела выносливости при испытании на усталость.
20. С каким переходом деформации связана релаксация напряжений.

5. ИСПЫТАНИЯ ИЗДЕЛИЙ МИКРОЭЛЕКТРОНИКИ

5.1. Классификация испытаний

Изделия микроэлектроники должны выполнять запроектированные электрические функции преобразования и обработки информации [20]. Реальное применение той или иной интегральной микросхемы (ИМС) подразумевает ее работу при воздействии различных внешних факторов. Для определения качества и надежности схем проводят испытания ИМС, т.е. искусственно создают различные внешние факторы, характерные для области применения конкретных ИМС, и контролируют электрические параметры до, во время и после испытаний. ИМС считаются выдержавшими испытания, если после испытания ее внешний вид и электрические параметры соответствуют требованиям технической документации.

Виды испытаний (внешних воздействий на ИМС) классифицируют следующим образом:

1) **механические испытания:** на виброустойчивость, вибропрочность, воздействие одиночных ударов, многократных ударов, линейных нагрузок; испытание выводов ИМС на растяжение, изгиб; испытания соединений кристалл-подложка на сдвиг, внутренних проволочных соединений на прочность и др.;

2) **климатические испытания;** при повышенной температуре, на циклическое воздействие температуры, на воздействие теплового удара, пониженного и повышенного атмосферного давления, соляного тумана и др.

3) **электрические испытания:** контроль статических и динамических параметров, вольтамперных и передаточных характеристик, токов утечки и обратных токов, карты потенциалов, сопротивление изоляции;

4) **испытания на герметичность;**

5) **испытания на безотказность и долговечность** (электротермотренировка).

Большинство ИМС не подвергается такой широкой программе внешних воздействий. Выбор видов испытаний определяется областью применения ИМС.

С целью удаления из производственной партии ИМС, имеющих скрытые дефекты, которые могут привести к отказам при эксплуатации радиоэлектронной аппаратуры, проводят технологические (отбраковочные) испытания. К основным видам и режимам технологических испытаний относят следующие (в приведенной последовательности):

1) визуальный контроль до герметизации;

2) термообработка для стабилизации параметров (48 ч. при 150 °С);

3) циклическое воздействие температуры (–60 ... +125 °С);

- 4) линейные нагрузки (20 000 g);
- 5) герметичность:
 - а) большие течи;
 - б) средние течи;
 - в) малые течи;
- 6) измерение электрических параметров (25 °С);
- 7) электротермотренировка (168 ч. при 125 °С);
- 8) измерение электрических параметров (25 °С).

5.2. Роль контрольно-измерительных операций в производстве ИМС

Измерения и контроль занимают особое место в производстве ИМС. Многокомпонентность технологических процессов, *точность* дозировки используемых материалов, их чистота, точность поддержания технологических режимов оборудования, высокие требования к чистоте и постоянству параметров окружающей среды — все это требует постоянного, разветвленного и всеобъемлющего контроля, анализа его результатов и последующего управления параметрами технологических процессов.

Отметим, что большое количество дестабилизирующих факторов, влияющих на проведение технологических операций, приводит к тому, что после, каждой из них только часть продукции оказывается годной; на проведение каждой из технологических операций затрачиваются значительные средства (стоимость материалов, энергии, амортизации оборудования, инструмента).

Указанные обстоятельства делают особенно дорогостоящим брак в микроэлектронике. Эту проблему решают введением технологического операционного контроля, который осуществляется после каждой технологической операции. Целью операционного контроля является выявление брака для изъятия или исправления его: на самых ранних технологических операциях. Именно поэтому с полным основанием можно сказать, что и производство ИМС буквально «пронизано» контрольно-измерительными операциями.

Контрольно-измерительные операции, так же как и операции основных технологических процессов, могут быть простыми (визуальный контроль внешнего вида) и сложными (измерение толщины слоев методом шлифа, контроль функционирования кристаллов), причем они повторяются многократно вместе с повторением основных технологических операций.

Последовательность технологических операций изготовления транзистора ИМС (рис. 5.1) определяется последовательностью создания следующих, областей полупроводниковой структуры: изолирующих областей p^+ -типа (плюс означает более высокую степень легирования области p^+ -типа по сравнению с областью p -типа); области коллектора (К) n^+ -типа; области базы (Б) p -типа; области эмиттера (Э) n^+ -типа.

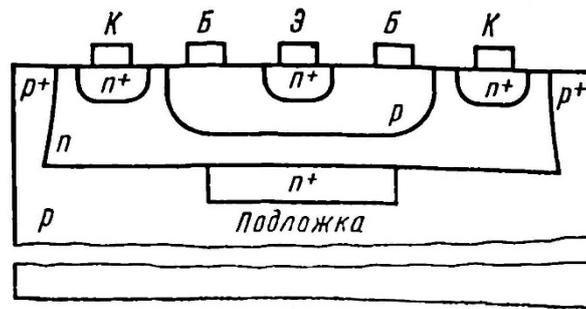


Рис. 5.1. Структура транзистора полупроводниковой ИМС, изготовляемого по планарно-эпитаксиальной технологии

Важнейшее место в производстве ИМС занимают измерение и контроль готовых ИМС. Большое значение этого вида контроля определяется тремя факторами.

Во-первых, многие электрические (в основном динамические) параметры проконтролировать на более ранних технологических операциях невозможно, следовательно, именно на этой стадии контроля впервые за технологический цикл производства ИМС получают информацию о соответствии готовых ИМС требованиям к основным электрическим параметрам, обеспечение которых является главной целью производства ИМС.

Во-вторых, операции контроля и измерения готовых ИМС являются индивидуальными (для каждой ИМС), а не групповыми (для пластин, партии пластин) в отличие от операций контроля и измерения основных технологических операций.

В-третьих, специфика производства ИМС (низкая повторяемость вследствие большого влияния различных внешних факторов, относительно малый выход годных изделий и т. д.) требует проведения сплошного контроля и измерения параметров ИМС. Принимая во внимание, что интегральные микросхемы являются массовой продукцией (тиражность некоторых серий ИМС достигает десятков и сотен миллионов), очевидно, что операции контроля и измерения должны осуществляться с высоким быстродействием.

Бурное развитие технологий ИМС в направлении повышения функциональной сложности (степени интеграции) и быстродействия усугубляет проблемы контроля. Технология контроля ИМС как правило отстает от технологии их производства. Поэтому знание современного уровня развития методов и оборудования контроля необходимо для дальнейшего их развития и совершенствования, а также для создания принципиально новых методов и оборудования, опережающих технологию ИМС.

Контрольные вопросы

1. Дайте классификацию основных методов испытаний в микроэлектронике.
2. Перечислите основные методы механических испытаний.
3. Дайте характеристику климатических испытаний изделий микроэлектроники.
4. Охарактеризуйте электрические испытания изделий микроэлектроники.
5. Дайте характеристику испытаний на герметичность.
6. Охарактеризуйте испытания изделий микроэлектроники на безотказность и долговечность.
7. Перечислите основные виды и режимы технологических испытаний.
8. Опишите роль контрольно-измерительных операций при производстве изделий микроэлектроники.
9. Опишите последовательность технологических операций изготовления транзистора интегральных микросхем.
10. Укажите факторы, которые определяют виды контроля в микроэлектронике.

6. КОНТРОЛЬНО-ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЕ ОПЕРАЦИИ ПРИ ПРОИЗВОДСТВЕ ИМС

Для того чтобы иметь достаточно полное представление об измерениях и контроле в микроэлектронике, необходимо знать [20]:

- 1) какие геометрические, электрофизические, электрические величины следует измерять и контролировать при производстве ИМС;
- 2) в какой последовательности и на каких технологических операциях эти величины измеряются;
- 3) как влияют результаты измерения и контроля на качество ИМС;
- 4) какими методами производятся измерения и контроль.

В настоящей главе рассмотрим контрольно-измерительные операции, проводимые при изготовлении ИМС по планарно-эпитаксиальной технологии.

6.1. Операции контроля и измерения в технологическом процессе разделения кремниевых слитков на пластины

Слитки монокристаллического кремния, предназначенные для изготовления пластин, должны отвечать определенным требованиям, поэтому их подвергают входному контролю с целью установления соответствия требованиям, заданным в технической документации (ТД): сопроводительном паспорте, технологической или контрольной карте, на чертеже и т. д. Для этого проводят определенные контрольно-измерительные операции. Перечень контрольно-измерительных операций, требований к контролируемым и измеряемым параметрам, а также перечень средств контроля и измерения, объем выборки и периодичность контроля приведены в табл. 6.1.

Таблица 6.1

**Контрольно-измерительные операции при входном контроле кремниевых
СЛИТКОВ**

Операция	Требования к контролируемым и измеряемым параметрам	Средства контроля и измерения	Объем выборки, периодичность контроля
1. Контроль монокристалличности и внешнего вида слитка	На торцовых и боковых поверхностях слитка должны отсутствовать границы двойникования. (линии, разделяющие монокристалл на две и более областей). Слитки не должны иметь трещин, сколов раковин	Визуально, внешний осмотр	ОТК — 100%
2. Измерение диаметра слитка	Диаметры слитков (мм): должны составлять $(100,35 \pm 0,15)$, $(150,35 \pm 0,15)$, $(200,35 \pm 0,15)$. Слитки: размером больше плюсового допуска возвращают на обработку и калибровку, а слитки размером меньше минусового допуска бракуют	Штангенциркуль, линейка. Измерение производят по двум взаимноперпендикулярным диаметрам, исключая область базового среза	То же
3. Измерение массы слитка	Масса слитка должна соответствовать указанной в ТД. Слиток массой на 2 г меньше бракуют	Весы настольные циферблатные типа ВНЦ-2	То же
4. Контроль типа электропроводности слитка	Тип электропроводности должен соответствовать указанному в ТД. При несоответствии слиток бракуют	Установка определения типа электропроводности. Измерения производят по двум торцам	То же
5. Измерение удельного сопротивления слитка	Удельное сопротивление должно соответствовать указанному в ТД	Измеритель удельного сопротивления	ОТК — выборочно (один-два раза в смену)
6. Контроль плотности дислокаций слитка	Плотность дислокаций должна соответствовать указанной в ТД, в случае превышения слиток бракуют и проводят повторный контроль всех слитков партии.	Микроскопы МИМ-7, ММР-2, другие ОМ	То же
7. Измерение длины базового среза слитка	Длина базового среза (мм) должна соответствовать указанной в ТД для диаметров слитка. Слитки с базовым срезом меньшей длины возвращают на доработку, а большей — бракуют.	Штангенциркуль, линейка. Замер производят у торцов и в середине слитка	ОТК — выборочно (5% от партии)
8. Измерение длины дополнительного среза, слитка	Длина дополнительного среза (мм) должна соответствовать указанной в ТД для контролируемого диаметров слитка (мм). Слитки с дополнительным срезом меньшей длины возвращают на доработку, а большей — бракуют.	Штангенциркуль, линейка	ОТК — выборочно (5% от партии)

Операция	Требования к контролируемым и изменяемым параметрам	Средства контроля и измерения	Объем выборки, периодичность контроля
9. Контроль ориентации базового среза слитка	Базовый срез должен быть ориентирован с заданной точностью относительно плоскостей роста Si в соответствии с ТД. Так, для слитков с ориентацией, в плоскости (111) базовый срез ориентирован в плоскостях (110), (011) или (101) с точностью $\pm 1^\circ$	Установка, включающая рентгеновский дифрактометр, поворотное устройство, П образную линейку	ОТК — выборочно (один слиток из партии)

Технологический процесс разделения слитков на пластины и обработки кремниевых пластин включает следующие технологические и контрольно-измерительные операции:

- 1) ориентированное приклеивание слитка (заготовки к подставке);
- 2) разрезание слитка на пластины;
- 3) химическую очистку пластин после резки;
- 4) контроль пластин после химической очистки;
- 5) наклеивание пластин на пластинодержатель;
- 6) шлифование нерабочей поверхности пластин;
- 7) контроль пластин нерабочей поверхности после шлифования;
- 8) полирование нерабочей поверхности пластин;
- 9) контроль пластин после полирования нерабочей поверхности;
- 10) отклеивание пластин;
- 11) отмывку пластин после полирования нерабочей поверхности;
- 12) наклеивание пластин для шлифования рабочей поверхности;
- 13) шлифование рабочей поверхности пластин;
- 14) контроль пластин после шлифования рабочей поверхности;
- 15) финишное полирование пластин;
- 16) суперфинишное полирование пластин; селективное травление;
- 17) контроль пластин после финишного и суперфинишного полирования;
- 18) отклеивание пластин;
- 19) отмывку пластин после полирования;
- 20) промывку пластин на кистевых мойках;
- 21) окончательный контроль;
- 22) нанесение полимерной пленки ПАН-лака;
- 23) контроль после покрытия пленкой ПАН-лака.

Перечень контрольно-измерительных операций согласно п.п. 4, 7, 9, 14, 18, 22 приведён в табл. 6.2.

Контрольно-измерительные операции в технологическом процессе разделения кремниевых слитков на пластины

Операция	Требования к контролируемым и измеряемым параметрам	Средства контроля и измерения	Объем выборки, периодичность контроля
1. Контроль пластин после химической очистки			
1. Измерение толщины пластины	Толщина пластины (мкм) должна составлять $(A + 125) \pm 20$, где А — номинальная толщина товарной пластины, указанная в ТД (измерение производят в центре пластины)	Индикатор МИГ-1, установка для замера геометрических размеров пластин	Цех — 100%, ОТК — 10% от слитка
2. Измерение прогиба пластины	Прогиб пластины не должен превышать допустимый прогиб для контролируемого диаметра пластины.	Индикатор МИГ-1	То же
3. Контроль поверхностных дефектов обработки пластины	Не допускается наличие макро- и микротрещин, сколов по всей поверхности (за исключением сколов размером не более $1,5 \times 1,5$ мм количестве не более трех для диаметра 100 мм)	Визуально, линейка	То же
4. Контроль чистоты поверхности пластины	Не допускается наличие загрязнений, остатков приклеивающих и абразивных материалов	Визуально при освещении от люминесцентной лампы	То же
5. Контроль ориентации поверхности пластины и базового среза пластины	Поверхность пластины и базовый срез должны быть ориентированы с заданной точностью относительно плоскостей роста Si в соответствии с ТД. Например, поверхность пластины ориентирована параллельно плоскости (111), допустимое отклонение $\pm 0,5^\circ$; базовый срез ориентирован в плоскостях (110), (011) или (101) с точностью $\pm 1^\circ$	Установка, включающая рентгеновский дифрактометр, поворотное устройство	Цех, ОТК — выборочно (одна пластина от слитка)
6. Контроль типа электропроводности пластины	Тип электропроводности должен соответствовать ТД	Установка определения типа электропроводности	Цех, ОТК — выборочно (5% от слитка)
7. Измерение диаметра пластины	Диаметр пластин должен соответствовать ТД	Штангенциркуль	То же
8. Измерение длины базового, среза пластины	Длина базового среза должна соответствовать ТД	Линейка	То же
9. Измерение длины дополнительного среза пластины	Длина дополнительного среза должна соответствовать ТД	Линейка	То же

Операция	Требования к контролируемым и измеряемым параметрам	Средства контроля и измерения	Объем выборки, периодичность контроля
II. Контроль пластин после шлифования нерабочей поверхности			
10. Измерение толщины пластины	Толщина пластины (мкм) должна соответствовать ТД	Индикатор многооборотный с ценой деления 1 мкм	Цех, ОТК — выборочно (5%, для каждого шлифовального станка)
11. Контроль качества обработки поверхности пластины	Поверхность пластины должна иметь ровный фон обработки. Не допускается наличие трещин, царапин и более четырех сколов размером не более 1×2 мм	Визуально, линейка	Цех — 100%, ОТК — выборочно (5% от партии)
III. Контроль пластин после полирования нерабочей поверхности			
12. Измерение толщины пластины	Толщина пластины (мкм) должна соответствовать ТД	Индикатор многооборотный с ценой деления 1 мкм	Цех, ОТК — выборочно (5% для каждого полировального станка)
13. Контроль качества обработки поверхности пластины	Не допускается: наличие трещин, сколов, выколов, следов от предыдущей обработки	Визуально	Цех — 100%, ОТК — выборочно (5% для каждого полировального станка)
IV. Контроль пластин после шлифования рабочей поверхности			
14. Измерение толщины пластины	Толщина пластины (мкм) должна соответствовать ТД	Индикатор многооборотный с ценой деления 1 мкм	Цех, ОТК — выборочно (5%, для каждого шлифовального станка)
15. Контроль качества обработки поверхности пластины	Поверхность пластины должна иметь ровный фон обработки. Не допускаются трещины царапины и более четырех сколов размеров не более 1×2 мм	Визуально, микроскопы МБС-1, МБС-2, линейка	Цех — 100%, ОТК — выборочно (5% для каждого шлифовального станка)

Операция	Требования к контролируемым и измеряемым параметрам	Средства контроля и измерения	Объем выборки, периодичность контроля
V. Контроль пластин после финишного и суперфинишного полирования			
16. Контроль качества обработки поверхности пластины	Не допускается наличие трещин, раковин, не исчезающих рисок допускается наличие не более двух исчезающих рисок длиной не более 0,5 радиуса)	Визуально, микроскопы МБС-1, МБС-2	Цех, ОТК — выборочно (5% от партии)
17. Контроль нарушенного слоя на рабочей, поверхности пластины	Не допускается наличие исчезающих, рисок общей длиной, превышающей диаметр пластины, а также более трех микровыколов в 30 полях зрения микроскопа	Визуально, микроскопы МИМ-7, ММУ-1, ММУ-3, МБС-1, МБС-2	Цех, ОТК — 100%
18. Контроль чистоты поверхности пластины	Не допускается наличие грязевых пятен, разводов, подтеков	Визуально	Цех, ОТК — выборочно (5% от партии)
VI. Окончательный контроль пластин, предназначенных для получения эпитаксиальных структур			
19. Измерение толщины пластины	Толщина пластины (мкм) должна соответствовать ТД	Индикатор многооборотный с ценой деления 1 мкм	Цех — 100%, ОТК — выборочно (5–10% от партии)
20. Измерение отклонения толщины по пластине	Пластины толщиной больше, верхнего предела передают на доработку, а пластины толщиной меньше нижнего предела бракуют. Отклонение толщины по пластине не должно превышать значений, указанных в ТД	Индикатор МИГ-1, стойка СИУ-8-160×100, стойка СИИ-8-50, установка для замера геометрических размеров	Цех — выборочно (5–10%), ОТК — выборочно (1–2%)
21. Измерение прогиба пластины	Прогиб пластины (мкм) не должен превышать указанных в ТД значений для контролируемого диаметра пластины	Индикатор МИГ-1, установка замера геометрических размеров пластин	Цех, ОТК — выборочно (5–10% от партии)
22. Измерение диаметра пластины	Диаметр пластины (мм) должен соответствовать номинальному размеру с допустимым отклонением	Штангенциркуль, линейка	Цех, ОТК — выборочно (5% от партии)
23. Измерение длины базового среза пластины	Длина базового среза (мм) должна соответствовать указанной в ТД для контролируемого диаметра пластины	То же	То же

Операция	Требования к контролируемым и измеряемым параметрам	Средства контроля и измерения	Объем выборки, периодичность контроля
24. Измерение длины дополнительного среза	Длина дополнительного среза (мм) должна соответствовать указанной в ТД для соответствующих диаметров пластины (мм)	То же	То же
25. Контроль качества обработки рабочей поверхности пластины	Не допускается наличие исчезающих рисок, трещин, микротрещин, исчезающих рисок длиной 0,5–1,0 диаметра, ямок более 0,3 шт/см ² , более трех–четырех краевых сколов размером от 0,5×0,5 до 1,5×1,5 мм. Пластины, имеющие исчезающие риски или большее количество сколов, ямок, передают на доработку	Микроскопы МВС-1, МВС-2, стол СМП-1	Цех, ОТК — выборочно (10% от партии)
26. Контроль качества обработки нерабочей поверхности пластины	Не допускается наличие следов резки, приклеивающего материала, матовых серых пятен	Микроскопы МВС-1, МВС-2	Цех — 100%, ОТК — выборочно (5–10% от партии)
27. Контроль, чистоты поверхности пластины	Не допускается наличие пятен, подтеков, следов абразивного и приклеивающего материалов	Микроскопы МВС-1, МВС-2, стол СМП-1	То же
28. Контроль шероховатости поверхности пластины	Шероховатость рабочей поверхности пластины $R_z = 0,050$, нерабочей поверхности — $R_z = 0,040$	Профилограф	Цех, ОТК — выборочно (одна пластина из партии)
29. Контроль нарушенного слоя на поверхности пластины	Не допускается наличие исчезающих рисок общей длиной, превышающей диаметр пластины, а также микровыколов	Визуально, микроскопы МИМ-7, ММУ-1, ММУ-3, МВС-1, МВС-2	Цех, ОТК — выборочно (5% от партии)
30. Измерение удельного сопротивления	Удельное сопротивление должно соответствовать указанному в ТД	Измеритель удельного сопротивления	Цех, ОТК — выборочно (одна пластина из партии)

Анализ технологического процесса изготовления и обработки пластин по табл. 6.1 и 6.2 показывает, что только при механической обработке кремниевых пластин в целях их подготовки к наращиванию эпитаксиальной структуры осуществляют 29 контрольно-измерительных операций, каждая из которых необходима для обеспечения требуемого качества проведения последующих технологических операций.

6.2. Операции контроля и измерения в технологическом процессе формирования кремниевых эпитаксиальных структур с островковой топологией скрытого диффузионного слоя

Технологический процесс изготовления кремниевых эпитаксиальных структур со скрытым диффузионным слоем включает следующие технологические и контрольно-измерительные операции:

- 1) формирование партии пластин после механической обработки;
- 2) освежение поверхности пластин;
- 3) химическую обработку пластин;
- 4) контроль пластин после химической обработки;
- 5) окисление пластин;
- 6) контроль пластин после окисления;
- 7) нанесение слоя фоторезиста на рабочую поверхность пластины;
- 8) сушку слоя фоторезиста;
- 9) совмещение и экспонирование слоя фоторезиста;
- 10) проявление фоторезиста;
- 11) контроль пластин после проявления фоторезиста;
- 12) задубливание фоторезиста;
- 13) нанесение фоторезиста на нерабочую поверхность пластины;
- 14) задубливание фоторезиста на нерабочей поверхности пластины;
- 15) травление окисла кремния;
- 16) снятие слоя фоторезиста;
- 17) контроль пластин после снятия слоя фоторезиста;
- 18) химическую обработку пластин;
- 19) контроль после химической обработки (перед I стадией диффузии);
- 20) сборку ампулы на загонку диффузанта;
- 21) стадию диффузии примеси (загонку);
- 22) вскрытие ампулы после загонки примеси;
- 23) I стадию диффузии примеси (разгонку);
- 24) снятие окисла кремния;
- 25) химическую обработку пластин;
- 26) контроль после химической обработки (после II стадии диффузии);
- 27) контроль после формирования локальных диффузионных n^+ -областей;
- 28) формирование партии пластин с диффузионными n^+ -областями для эпитаксии;

29) наращивание эпитаксиального слоя кремния;

30) контроль после формирования эпитаксиального слоя.

Перечень контрольно-измерительных операций согласно пп. 4, 6, 11, 17, 19, 26, 27, 30 приведен в табл. 6.3.

При 100%-ном контроле продукции кремниевые пластины, не соответствующие требованиям, перечисленным в табл. 6.3, бракуют.

При выборочном контроле продукции несоответствие кремниевых пластин требованиям, представленным в табл. 6.3, является основанием для контроля удвоенной выборки, а несоответствие качества пластин в удвоенной выборке — основанием для браковки всей предъявленной в ОТК продукции.

6.3. Операций контроля и измерения в технологическом процессе формирования полупроводниковых структур

Как отмечалось, основные технологические операции изготовления эпитаксиальных и полупроводниковых структур (окисление, фотолитография, диффузия) являются общими для этих процессов и повторяются многократно в технологическом процессе формирования полупроводниковых структур, а следовательно, повторяются и контрольно-измерительные операции, которые по существу являются типовыми для второго этапа производства ИМС.

Таблица 6.3

Контрольно-измерительные операции в технологическом процессе формирования кремниевых эпитаксиальных структур со скрытым n^+ -слоем

Операция	Требования к контролируемым и измеряемым параметрам	Средства контроля и измерения	Объем выборки, периодичность контроля
1. Контроль пластин после химической обработки			
1. Контроль чистоты поверхности пластины	Не допускается наличие подтеков, разводов, пятен	Визуально, установка визуального контроля микроскопы МБС-1, МБС-2	Цех — 100%, ОТК — выборочно (5% от партии)
2. Контроль качеству обработки поверхности пластины	Не допускается наличие более двух светящихся точек для пластин диаметром 40 мм и четырех светящихся точек для пластин диаметром 60 мм	То же	То же

Операция	Требования к контролируемым и измеряемым параметрам	Средства контроля и измерения	Объем выборки, периодичность контроля
II. Контроль пластин после окисления			
3. Контроль качества окисной пленки	Окисная пленка на рабочей поверхности пластины должна быть однородной по цвету, без дефектов, различаемых невооруженным глазом (допускается неоднородность цвета в периферийной области пластины не далее 3 мм от края)	Визуально, ЛБ-30	То же
4. Контроль толщины окисной пленки	Толщина окисной пленки должна соответствовать ТД	Визуально, цветовая таблица	То же
5. Контроль чистоты поверхности пластины	При осмотре поверхности пластины под коллимированным пучком света с изменением угла зрения допускается наличие восьми светящихся точек для пластин диаметром 40 мм и 22 светящихся точек для пластин диаметром 60 мм	Визуально, установка визуального контроля микроскопы МБС-1, МБС-2	Цех — выборочно (5% от партии)
III. Контроль пластин после проявления фоторезиста			
6. Контроль внешнего вида рисунка	Все элементы модулей должны быть полностью проявлены и иметь ровные края. Не допускается наличие грязевых подтеков, остатков фоторезиста, разводов, пятен	Визуально, микроскопы МБС-1, МБС-2, микроинтерферометр МИИ-4	Цех — 100%, ОТК — выборочно (5% от партии)
7. Контроль ухода размера элемента рисунка	Уход размеров элементов рисунка не должен превышать величины, указанной в ТД	Визуально, микроскоп	Цех, ОТК — выборочно (5% от партии)
IV. Контроль пластин после снятия слоя фоторезиста			
8. Контроль целостности пластины	На поверхности пластины не допускается наличие рисок, сколов, трещин	Визуально, микроскопы, интерферометр	Цех — 100%, ОТК — выборочно (5% от партии)
9. Контроль чистоты рабочей и нерабочей поверхностей пластины	На рабочей и нерабочей поверхностях пластины не допускается наличие подтеков, пятен, остатков фоторезиста. После обработки рабочей поверхности пластины струей очищенного азота допускается наличие не более девяти светящихся точек для пластин диаметром 40 мм и 22 светящихся точек для пластин диаметром 60 мм	Визуально, микроскоп УВК-2, микрометр	То же

Операция	Требования к контролируемым и измеряемым параметрам	Средства контроля и измерения	Объем выборки, периодичность контроля
10. Контроль качества окисной пленки на рабочей и нерабочей поверхностях пластины	На рабочей поверхности пластины должен быть сформирован фотолитографический рисунок, на нерабочей — сплошная окисная пленка. Окисная пленка на обеих сторонах должна быть однородной окраски	Визуально, ЛБ-30	Цех — 100%, ОТК — выборочно (5% от партии)
11. Контроль дефектности элементов модуля	Не допускается наличие проколов в окисной пленке, остатков окисной пленки в окнах. Выступы и впадины по контуру элемента должны соответствовать табл. 6.4	Визуально, микроскоп ММУ-3, микрометр МОВ-1×16, микроинтерферометр МИИ-4	Цех, ОТК — выборочно (5% от партии)
12. Контроль ухода размера элемента модуля	Уход размеров контрольного элемента модуля должен быть не более 1,5 мкм, если эта величина не оговорена в ТД	То же	То же
V. Контроль пластин после химической обработки перед I стадией диффузии			
13. Контроль чистоты поверхности пластины	Не допускается наличие подтеков, разводов, пятен	Визуально, микроскопы МБС-1, МБС-2	Цех — 100%, ОТК — выборочно (5% от партии)
14. Контроль качества обработки поверхности пластины	Не допускается наличие более девяти светящихся точек для пластин, диаметром 40 мм и 12 светящихся точек для пластин диаметром 60 мм	Визуально, установка визуального контроля УВК-2, микроскопы МБС-1, МБС-2	То же

Операция	Требования к контролируемым и измеряемым параметрам	Средства контроля и измерения	Объем выборки, периодичность контроля
VI. Контроль пластин после химической обработки после II стадии диффузии и снятия окисной пленки			
15. Контроль чистоты поверхности пластины	Не допускается наличие подтеков, разводов, пятен	Визуально, микроскопы МБС-1, МБС-2	Цех — 100%, ОТК — выборочно (5% от партии)
16. Контроль качества обработки поверхности пластины	Не допускается наличие более 12 светящихся точек для пластин, диаметром 40 мм и 28 светящихся точек для пластин диаметром 60 мм	Визуально, установка визуального: контроля УВК-2, микроскопы МБС-1, МБС-2	То же
VII. Контроль пластин после формирования локальных диффузионных областей			
17. Измерение поверхностного сопротивления диффузионной области	Поверхностное сопротивление не должно отличаться от указанного в ТД более чем на $\pm 20\%$	Измеритель удельного электрического сопротивления	Цех, ОТК выборочно (одна пластина-спутник из каждой партии)
18. Измерение глубины диффузионной области	Глубина: диффузионной области не должна отличаться от указанной в ТД более чем на $\pm 20\%$	Установка для получения сферических шлифов	Цех, ОТК выборочно (одна пластина-спутник из каждой партии)
19. Контроль наполнения структуры линиями скольжения	Коэффициент наполнения структуры линиями скольжения должен быть не более 0,2	Селективный травитель, линейка	Цех, ОТК — выборочно одна пластина из партии)
20. Контроль целостности пластины	На поверхности пластины не допускается наличие рисок, сколов, трещин	Визуально, микроскопы МБС-1, МБС-2	Цех — 100%, ОТК — выборочно (5% от партии)
21. Контроль чистоты рабочей поверхности пластины	На рабочей поверхности пластины не допускается наличие подтеков, разводов, пятен, остатков окисла, эрозийных дефектов в n^+ -области (темных штрихов, точек, искривлений линий) должно быть не более чем в эталонном образце	То же	Цех, ОТК — выборочно (одна пластина-спутник из каждой партии)

Операция	Требования к контролируемым и измеряемым параметрам	Средства контроля и измерения	Объем выборки, периодичность контроля
22. Измерение прогиба пластины	Прогиб пластины (мкм) должен соответствовать указанному в ТД	Индикатор МИГ-1	Цех, ОТК — выборочно (5% от партии)
VIII. Контроль эпитаксиальных структур со скрытым n^+-слоем			
23. Измерение толщины эпитаксиального слоя	Толщина эпитаксиального слоя (мкм) должна быть в пределах $(6-13) \pm 10\%$	Спектрофотометры ИКС-14, ИКС-22	Цех — 100%, ОТК — выборочно (5% от партии)
24. Измерение удельного поверхностного сопротивления эпитаксиального слоя	Удельное поверхностное сопротивление должно быть в пределах 0,1–2 Ом·см. Отклонение от номинала для $\rho = 0,1-0,8$ Ом·см — $\pm 10\%$; для $\rho = 0,81-2,0$ Ом·см — $\pm 20\%$	Измеритель удельного электрического сопротивления	Цех, ОТК — выборочно (одна пластина-спутник из каждой партии)
25. Измерение поверхностного сопротивления скрытого n^+ -слоя	Поверхностное сопротивление скрытого n^+ -слоя должно быть равно 12 Ом/□, если его значение не оговорено в ТД	То же	То же
26. Измерение глубины скрытого n^+ -слоя	Глубина скрытого n^+ -слоя должна быть равна $(7 \pm 1,5)$ мкм	Установка для получения сферических шлифов	Цех, ОТК — выборочно (одна пластина-спутник из нескольких партий)
27. Контроль плотности дислокаций в эпитаксиальном слое	Плотность дислокаций должна быть не более 10^4 см ⁻²	Визуально, микроскопы ММУ-1, ММУ-3	Цех, ОТК — выборочно (одна пластина из партии)
28. Контроль плотности дефектов упаковки в эпитаксиальном слое	Плотность дефектов упаковки должна быть не более 10^3 см ⁻²	То же	То же
29. Контроль плотности дефектов роста типа треугольных пирамид и бугорков	Плотность дефектов роста должна быть не более 2 см ⁻²	Визуально, микроскопы ММУ-1, ММУ-3	Цех — 100%, ОТК — выборочно (5% от партии)

Операция	Требования к контролируемым и измеряемым параметрам	Средства контроля и измерения	Объем выборки, периодичность контроля
30. Контроль плотности сыпи в окнах	Плотность сыпи не должна превышать значение на пластине-эталоном	Визуально: сравнение с пластиной-эталоном, микроскопы МБС-1, МБС-2	Цех — 100%, ОТК — выборочно (5% от партии)
31. Контроль четкости рельефа	Четкость рельефа должна быть не хуже имеющегося на пластине-эталоном	То же	То же
32. Контроль целостности пластины	На поверхности пластины не допускается наличие рисок, сколов, трещин	Визуально	Цех, ОТК — 100%
33. Измерение стрелы прогиба пластин	Стрела прогиба по выпуклости и по вогнутости должна быть не более 20 мкм	Индикатор МИГ-1	Цех, ОТК — выборочно (5% от партии)
34. Контроль качества обработки нерабочей поверхности	Качество нерабочей поверхности должно соответствовать пластине-эталоном	Визуально, сравнение с пластиной-эталоном	Цех — 100%, ОТК — выборочно (5% от партии)
35. Проверка соответствия рисунка эпитаксиальной структуры шаблону	Рисунок эпитаксиальной структуры должен соответствовать топологическому рисунку шаблона	Визуально, сравнение с топологическим рисунком шаблона, микроскопы МБС-1, МБС-2	То же
36. Измерение диаметра пластины	Отклонение диаметра от номинального должно быть не более 0,5 мм	Штангенциркуль	То же

Таблица 6.4

Допустимые размеры дефектов при контроле дефектности элементов модуля

Размеры элемента, мкм	Неровность края, мкм	Размеры выступов и впадин, мкм	Допустимое число выступов и впадин
0,8–2,0	0,3	—	—
2,0–5,0	0,5	0,7	1
5,0–10	0,8	1,5	1
10–30	1,0	3,0	1
30–100.	1,0	6,0	1
>100	1,2	10,0	1

Контрольно-измерительные операции качества металлических межсоединений

Операция	Требования к контролируемым и измеряемым параметрам	Средства контроля и измерения	Объем выборки, периодичность контроля
1. Контроль чистоты поверхности металлической пленки межсоединений (напыления алюминия)	Пленка алюминия не должна иметь пористости, царапин, капель алюминия. Поверхность должна быть зеркальной.	Визуально, микроскопы ММУ-1, ММУ-3	Цех — 100%, ОТК — 20%
2. Измерение толщины алюминиевой пленки	Толщина алюминиевой пленки должна быть равной $(1,2 \pm 0,15)$ мкм, в специальных случаях — значению, указанному в ТД	Микроинтерферометр МИИ-4	Цех, ОТК — 100%
3. Проверка адгезии алюминиевой пленки (проводится на рабочей пластине)	Царапина, прочерченная на алюминиевой пленке на расстоянии не далее 3 мм от края должна быть ровной	Визуально, микроскоп ММИ-4	Цех, ОТК — выборочно (одна–две пластины из партии)

В предыдущем разделе был описан перечень технологических и контрольно-измерительных операций, с тем чтобы показать большую значимость и объем операций контроля и измерения (около 40% от общей трудоёмкости). В технологическом процессе формирования полупроводниковых структур объем операций контроля и измерения увеличивается соответственно увеличению числа технологических операций и, кроме того, добавляется ряд операций, контроля, специфичных для рассматриваемого процесса, а именно контроль качества металлизации и контроль электрических параметров полупроводниковых структур на пластине. В табл. 6.5 приведен перечень контрольно-измерительных операций качества металлических межсоединений.

6.4. Операции контроля и измерения в технологических процессах скрайбирования, сборки и герметизации ИМС

Технологические, процессы скрайбирования пластин, сборки и герметизации кристаллов ИМС включают следующие технологические и контрольно-измерительные операции:

- 1) скрайбирование пластин;
- 2) отмывку пластин;
- 3) ломку пластин на кристаллы;

- 4) контроль кристаллов по внешнему виду;
- 5) позиционирование кристаллов для присоединения к основанию корпуса или к выводной рамке (укладка на стёкла);
- 6) присоединение (посадку) кристалла к основанию корпуса или к выводной рамке;
- 7) контроль оснований корпуса или выводных рамок после посадки кристалла;
- 8) соединение контактных площадок кристалла с траверсами выводов;
- 9) контроль собранного основания корпуса перед герметизацией;
- 10) контроль прочности сварных соединений;
- 11) термообработку собранного основания перед герметизацией;
- 12) герметизацию;
- 13) отмывку ИМС после герметизации;
- 14) контроль качества герметизации;
- 15) контроль внешнего вида.

Таким образом, технологические процессы скрайбирования пластин, сборки и герметизации кристаллов ИМС содержат пять контрольно-измерительных операций, соответствующих пп. 4, 7, 9, 10, 15. Контроль кристаллов по внешнему виду (п. 4) включает следующие девять операций:

- 1) контроль царапин, пустот и т. д.;
- 2) контроль коррозии или отслаивания металлизации;
- 3) контроль невытравленных участков металлизации;
- 4) контроль смещения металлизации;
- 5) контроль дефектов окисла и диффузии;
- 6) контроль поверхности перехода;
- 7) контроль дефектов скрайбирования;
- 8) контроль дефектов защитного слоя;
- 9) контроль чистоты поверхности.

Перечень контрольно-измерительных операций согласно пп. 4, 7, 9, 10, 15 приведен в табл. 6.6.

Таблица 6.6

Контрольно-измерительные операции в технологических процессах скрайбирования пластин, сборки и герметизации кристаллов ИМС

Операция	Требования к контролируемым и измеряемым параметрам	Средства контроля и измерения	Объем выборки, периодичность контроля
I. Контроль кристаллов по внешнему виду			
Операции 1–9	Требования к внешнему виду кристалла по перечисленным параметрам указаны в ТД	Визуально, микроскоп ММУ-3	Цех — 100%

Операция	Требования к контролируемым и измеряемым параметрам	Средства контроля и измерения	Объем выборки, периодичность контроля
II. Контроль оснований корпуса после посадки кристалла			
10. Контроль качества обработки поверхности кристалла и основания	Ориентация кристалла на основании должна соответствовать ТД. Следы эвтектики должны быть видны не менее чем с трех сторон кристалла (для мощных ИМС — с четырех сторон). Не допускается наличие царапин, сколов на поверхности и по краям кристалла, «закорачивающих» окисел и элементы схемы, частичек (крошек) Si на кристалле и основании	Визуально, микроскоп МБС-1	Цех — 100%, ОТК — 10%
III. Контроль собранного основания корпуса перед герметизацией			
11. Контроль дефектов металлизации	Изделие бракуют, если царапина или пустота на контактной площадке отделяет более 1/3 сварного соединения от металлизированной дорожки	Визуально, микроскоп ММУ-3	Цех, ОТК — 100%
12. Контроль дефектов скрайбирования	Изделие бракуют, если ширина бездефектного окисла между сварным соединением и краем (или сколом) кристалла составляет менее 40 мкм (для кристаллов размером меньше 1,4×1,4 мм — менее 20 мкм) и менее 20 мкм при сварке «шариком»	То же	То же
13. Контроль инородного материала	Не допускается наличие незакрепленного инородного материала на поверхности кристалла или внутри основания корпуса; инородной закрепленной частицы, соединяющей любые две металлические дорожки, любые два элемента схемы или р-п-перехода, любые два внутренних вывода или любое сочетание металлизации, элемента схемы, р-п-перехода и внутренних выводов, а также грязи на поверхности кристалла. Инородная частица считается прикрепленной, если ее нельзя удалить обдувом очищенным инертным газом	То же	То же

Продолжение табл. 6.6

Операция	Требования к контролируемым и измеряемым параметрам	Средства контроля и измерения	Объем выборки, периодичность контроля
14. Контроль дефектов сварных соединений на кристалле	Изделие бракуют, если проволочный вывод, приваренный к контактной площадке, проходит над другой контактной площадкой; расстояние между сварными соединениями и смежной металлизированной дорожкой или контактной площадкой меньше ширины металлизированной дорожки в самом узком месте по чертежу менее $3/4$ площади сварного соединения находится в пределах контактной площадки	То же	То же
15. Контроль дефектов сварного соединения «шариком»	Изделие бракуют, если: диаметр шарикового контакта к кристаллу менее двух диаметров или в четыре раза больше диаметра проволочного вывода; имеются следы повторной сварки на одной и той же контактной площадке; центр сварного контакта смещен к краю контактной площадки более чем на $1/2$ диаметра проволочного вывода	Визуально, микроскоп ММУ-3	Цех, ОТК — 100%
16. Контроль дефектов сварного соединения «клином»	Изделие бракуют, если размер сварного соединения на кристалле меньше $4/3$ диаметра или в три раза больше диаметра проволочного вывода; имеются следы повторной сварки на одной и той же контактной площадке	То же	То же
17. Контроль дефектов сварных соединений на выводах основания корпуса	Изделие бракуют, если: сварное соединение не полностью расположено на выводе основания корпуса; размер сварного соединения меньше $4/3$ диаметра или больше трех диаметров проволочного вывода	То же	То же

Продолжение табл. 6.6

Операция	Требования к контролируемым и измеряемым параметрам	Средства контроля и измерения	Объем выборки, периодичность контроля
18. Контроль дефектов сварных соединений проволочных выводов с выводами основания корпуса	Изделие бракуют, если: стрела прогиба проволоки в горизонтальной плоскости больше трех диаметров проволочного вывода; имеются неровности проволоки в виде «сгиба», бороздок, уменьшающие диаметр проволоки более чем на 1/4; имеется сужение проволоки из-за сильного растяжения проволочного вывода более чем на 1/4 диаметра; «хвосты» сварных соединений составляют более одного диаметра проволочного вывода на кристалле и более трех диаметров на выводе основания корпуса; расстояние между проволочными выводами меньше трех диаметров проволоки и (или) 1/2 расстояния между сварными соединениями на кристалле и на выводе основания корпуса; проволочный вывод оборван; разводка проволочных выводов не соответствует ТД; проволочный вывод соединения «шариком» не перпендикулярен поверхности кристалла	То же	То же
19. Контроль дефектов присоединения кристалла	Ориентация кристалла в сборке должна соответствовать ТД. Проволочные выводы не должны пересекаться. Проволочный вывод должен быть удален от контактной площадки другого сварного соединения или вывода основания корпуса на расстояние не менее 3/2 диаметра проволочного вывода. Следы эвтектики должны быть видны не менее чем с трех сторон кристалла (для мощных ИМС — с четырех сторон)	То же	То же
20. Контроль дефектов присоединения держателя (при монтаже кристалла на основание корпуса через компенсирующую прокладку)	Припой должен быть виден по всему периметру держателя, за исключением зоны вырубки перемычек. Необходимо наличие припоя на держателе на расстоянии не менее 0,5 мм от кристалла	Визуально, микроскоп МБС-1	Цех, ОТК — 100%

Операция	Требования к контролируемым и измеряемым параметрам	Средства контроля и измерения	Объем выборки, периодичность контроля
21. Контроль дефектов основания корпуса	Не допускается шелушение покрытия, различный цвет покрытия основания корпуса, наличие следов флюса	То же	То же
IV. Контроль прочности сварных соединений			
22. Контроль прочности сварного соединения	Разрушение соединения должно происходить не в месте сварки, а по проволоке. Прочность сварного соединения должна быть не меньше: для Аи-проволоки диаметром 0,050 мм — 5 г, 0,040 мм — 5 г, 0,030 мм — 4 г, а для А1-проволоки диаметром 0,040 мм — 3 г	Устройство для определения усилия отрыва (граммометр), микроскопы МБС-1, МБС-2	ОТК — выборочно (три соединения из партии)
V. Контроль внешнего вида			
23. Контроль геометрических размеров	Геометрические размеры должны соответствовать указанным в ТД	Штангенциркуль, микрометр	Цех, ОТК — выборочно (5% от партии)
24. Контроль качества сварного соединения	Сварной шов должен быть сплошным, не допускаются наплывы и неравномерное растекание припоя	Визуально	Цех, ОТК — 100%
25. Контроль покрытия корпуса и выводов	На корпусе и выводах не должно быть следов коррозии (допускаются царапины и следы инструмента, не нарушающие покрытие корпуса и выводов)	То же	То же

Из табл. 6.6 видно, что большинство контрольно-измерительных операций носит качественный характер. Так как контроль в этом случае осуществляется оператором визуально, с помощью микроскопа, то это нередко приводит к субъективности полученной оценки и большим затратам времени. В последние годы создано и продолжает разрабатываться новое автоматическое и полуавтоматическое оборудование для сборки и герметизации ИМС, что значительно снижает трудоемкость этих операций. В то же время контрольно-измерительные операции остаются на прежнем уровне, поэтому их удельный вес в трудоемкости процессов сборки и герметизации ИМС возрастает.

Значения величин, указанных в табл. 6.2, 6.3, 6.5, 6.6, иллюстрируют объем, занимаемый контрольно-измерительными операциями в технологическом процессе. Кроме того, подробное перечисление этих операций, производимых оператором по существу «вручную», позволяет сделать вывод о необходимости разработки автоматического и полуавтоматического оборудования, обеспечивающего их проведение с большей производительностью и достоверностью.

Контрольные вопросы

1. Дайте характеристику контрольно-измерительных операций при входном контроле кремниевых слитков.
2. Перечислите технологические и контрольно-измерительные операции технологического процесса разделения слитков на пластины и обработки кремниевых пластин.
3. Дайте характеристику технологических и контрольно-измерительных операций технологического процесса изготовления кремниевых эпитаксиальных структур со скрытым диффузионным слоем.
4. Дайте характеристику технологических и контрольно-измерительных операций изготовления эпитаксиальных и полупроводниковых структур.
5. Охарактеризуйте допустимые размеры дефектов при контроле дефектности элементов модуля.
6. Дайте характеристику контрольно-измерительных операций качества металлических межсоединений.
7. Перечислите и охарактеризуйте технологические и контрольно-измерительные операции процессов скрайбирования пластин, сборки и герметизации кристаллов ИМС.
8. Укажите виды отказов МДП-транзисторов ИС по характеру проявления.
9. Укажите основные причины короткого замыкания в диодах, транзисторах и ИС.

7. МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ И КОНТРОЛЯ ПАРАМЕТРОВ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ СРЕД, ПОЛУПРОВОДНИКОВЫХ ПЛАСТИН, ЭПИТАКСИАЛЬНЫХ И ПОЛУПРОВОДНИКОВЫХ СТРУКТУР

Параметры технологических сред, полупроводниковых пластин, эпитаксиальных и полупроводниковых структур являются важнейшими факторами, определяющими возможность создания ИМС [20]. Поэтому их измерение и контроль, анализ отказов и принятие решения о возможности использования полуфабрикатов и материалов в технологическом процессе приобретают первостепенное значение.

Цель настоящей главы — дать основанные на действующих ГОСТах и нормалях общие сведения о методах контроля параметров технологических сред, полупроводниковых пластин, эпитаксиальных и полупроводниковых структур.

7.1. Методы измерения и контроля параметров технологических сред

Поддержание параметров технологических сред на уровне, соответствующем действующим стандартам, обеспечивается системой сложных технических и организационных мероприятий. Важнейшими из них являются периодическое измерение текущих значений параметров технологических сред и сравнение их с установленными нормами. Ухудшение параметров технологических сред относительно норм является сигналом для принятия мер по профилактике, ремонту или замене оборудования, служащего для получения, очистки и транспортировки технологических сред. Измерение отдельных параметров технологических сред и допустимых пределов их изменения в большинстве случаев представляет значительную трудность и поэтому такие измерения носили чисто лабораторный характер. В последние годы отечественной промышленностью создан ряд приборов, значительно облегчивших задачу экспрессного анализа параметров технологических сред. Вместе с тем ввиду повышения степени интеграции ИМС, применения новых материалов требования к качеству технологических сред возрастают, поэтому совершенствование методов и разработка новых средств для измерения и контроля параметров технологических сред остаются актуальными вопросами.

В данном разделе в соответствии с ранее принятой классификацией технологических сред рассматриваются основные методы измерения и контроля параметров технологических газов, деионизованной воды и микроклимата в производственных помещениях и приводятся сведения об аппаратуре и приборах, выпускаемых промышленностью для этих целей. Постоянный контроль за состоянием технологических сред и условиями производства изделий микроэлектроники представляет собой сложный и большой по объему процесс. Для его проведения на каждом предприятии, занимающемся разработкой и изготовлением изделий микроэлектроники, созданы специальные службы, являющиеся

по существу лабораториями анализа физико-химических свойств веществ, применяемых в качестве технологических сред.

7.1.1. Методы измерения и контроля параметров технологических газов

Контроль качества привозных газов на предприятии производит ОТК проверкой сопроводительных документов — сертификатов. Газы, вырабатываемые непосредственно на предприятии, должны проходить проверку на соответствие действующим стандартам. Измерение и контроль содержания примесей в газах осуществляют в определенных местах:

1) примеси кислорода и паров воды — на выходе установок централизованной очистки и установок, производящих газы, специальными автоматизированными приборами;

2) примеси паров воды — в местах ввода газов потребителям автоматическими влагомерами;

3) примеси паров воды и запыленности — на входе технологического оборудования автоматическими влагомерами и измерителями запыленности.

Остальные примеси измеряют и контролируют в соответствии со спецификой производства на каждом предприятии. Отбор проб газов для анализа производится от вентилях, установленных в контрольных точках, с помощью газоотборной трубки из коррозионно-стойкого материала с внутренним диаметром не менее 5 мм, вводимой в трубопровод на 1/3 его диаметра. Существуют разнообразные методы и средства измерения и контроля примесей в технологических газах:

– *примеси паров воды во всех газах* — конденсационный метод (гигрометр Г-2-72), кулонометрический метод (влагомер «Байкал»), кулонометрический многоточечный метод (система «Кристалл»);

– *примеси кислорода в азоте, аргоне и водороде* — хроматографический метод с термохимическим детектором (газ-носитель водород, хроматограф «Газохром-3101»), калориметрический метод (ГОСТ 10219-77, прибор СВ7631М), гальванический метод (газоанализаторы ГЛ-5108, ГЛ-5115); *в азоте и аргоне* — электролитический метод (приборы «Флюорит», «Лазурит»);

– *примеси водорода в азоте, аргоне и кислороде* — хроматографический метод с термохимическим детектором (газ-носитель воздух, хроматограф «Газохром-3101»); *в азоте и аргоне* — электролитический метод (прибор «Лазурит»);

– *примеси суммы углеродосодержащих по CO₂* — хроматографический метод (газ-носитель гелий, хроматограф «Газохром-3101»), титрометрический метод (ГОСТ 10157-79); *в азоте и аргоне* — оптико-акустический метод (газоанализаторы ОА5501, ОА2209М);

– *примеси паров масла во всех газах* — нефелометрический метод, люминесцентный метод (люминесцентный компаратор ЛК-1, флюориметр «Флюм»);

– *примеси азота в аргоне* — хроматографический метод с термохимическим детектором (газ-носитель водород, хроматограф «Газохром-3101»);

– *механических примесей во всех газах* — визуально-микроскопический метод (аэрозольный фильтр), метод коронного разряда (прибор ИКП-4); *во всех газах, кроме водорода* — фотоэлектрический метод (анализаторы запыленности АЗ-5, АЗ-24, АЗ-4, СМФ-5).

Методика измерения изложена в инструкциях по эксплуатации соответствующих приборов.

7.1.2. Методы измерения и контроля параметров деионизованной воды

Деионизованная вода является одной из основных технологических сред в микроэлектронике. Ее используют как один из компонентов, интенсифицирующих технологический процесс (например, процесс окисления кремниевых пластин), как средство финишной отмывки кремниевых пластин и оснастки (например, кварцевых труб в диффузионном процессе) и в других целях. Естественно, что чистота деионизованной воды оказывает решающее влияние на качество готовой продукции в микроэлектронике.

Существуют следующие методы и средства измерения и контроля параметров деионизованной воды:

– *удельного сопротивления* — метод измерения электрической проводимости (прибор измерения удельного сопротивления ГТС-1, измеритель сопротивления цифровой 13МЖ-3-001, индикаторы электрической проводимости ИЗВ-1 и КВА-344,2);

– *перманганатной окисляемости* — метод титрования раствора;

– *содержания кремниевой кислоты* — калориметрический метод (приборы ФЭК-56ПМ, ФЭК-М, ФЭКМ-56, ФЭК-60), метод спектрального анализа (спектрографы ИСП-28, ИСП-30);

– *содержания микрочастиц* — метод фильтрования на мембранных фильтрах с подсчетом числа частиц под микроскопом (автоматический счетчик ПКЖ-902);

– *содержания микроорганизмов* — метод фильтрования на мембранных фильтрах с посевом на питательную среду;

– *содержания меди* — (калориметрический метод (приборы ФЭК-56ПМ, ФЭК-М, ФЭКМ-56, ФЭК-60);

– *содержания железа* — калориметрический метод (приборы ФЭК-56ПМ, ФЭК-М, ФЭКМ-56, ФЭК-60);

– *водородного показателя рН* — метод лакмусового индикатора, метод электрических потенциалов (рН-метр).

7.1.3. Методы измерения и контроля параметров микроклимата в производственных помещениях

Обеспечение в производственных помещениях соответствующего микроклимата предполагает выполнение комплекса специальных мероприятий;

- 1) герметизацию помещений;
- 2) устройство скрытых проводок;
- 3) организацию направленного потока фильтрованного воздуха;
- 4) создание избыточного давления воздуха относительно соседних помещений;
- 5) применение пылезащитного оборудования;
- 6) выполнение специальных требований, предъявляемых к персоналу, правилам эксплуатации помещений и технологической одежде.

Кроме того, для достижения особо высоких классов чистоты (классов 2, 1, 0) дополнительно организуют чистые комнаты и устанавливают пылезащитное оборудование локального типа. Обеспечение в производственных помещениях классов температуры 3 и 4 и классов влажности 1–3 достигается с помощью систем кондиционирования воздуха. Самые высокие классы температуры (классы 1, 2) обеспечиваются применением специального оборудования, термоконстантных чистых комнат и кабин. Классы чистоты, температуры и влажности в технической документации обозначают условно: 1-2-2 или 2-3-1, где первая цифра означает класс чистоты, вторая — класс температуры, третья — класс влажности.

При эксплуатации чистых производственных помещений устанавливается строгий регламент уборки и контроля атмосферы, ограничивается доступ лиц, не связанных с выполнением работ, запрещается вносить и размещать «пылящие» предметы, не прошедшие специальной обработки, используется специальная защитная тара для транспортировки и хранения изделий и материалов. К работе в чистых помещениях допускается специально проинструктированный персонал, прошедший санитарную проверку. В чистых производственных помещениях запрещается курить, принимать пищу, собираться группами, делать производственную гимнастику, применять косметические средства, находиться без технологической одежды и обуви. Техническая документация на рабочих местах должна быть в полиэтиленовых пакетах или выполняться на бумаге СБ-1. Запись в документации разрешается производить только шариковой ручкой. Транспортные магистрали, тротуары и дороги на предприятии должны иметь твердое, малоистирающееся покрытие. Незастроенные участки территории должны быть озеленены. В теплое и сухое время года всю территорию и подъездные пути следует регулярно поливать водой. Воздухозаборные устройства систем вентиляции и кондиционирования должны быть расположены не ближе 15–20 м от дорог и 150 м от выбросных шахт вытяжной вентиляции воздуха.

Параметры микроклимата в производственных помещениях измеряют следующими методами и средствами:

- *чистоту, количество пылевых частиц* в 1 л воздуха — фотоэлектрическим методом (анализатор запыленности АЗ-5);
- *температуру* — термоанемометрическим методом (ГОСТ 6551-59, термометры сопротивления ТСП, ГСМ);
- *влажность* — аспирационным психрометрическим методом (ГОСТ 6353-52, аспирационный психрометр);
- *скорость воздушного потока* — анемометрическим методом (ГОСТ 6376-74, анемометр ручной со счетным механизмом);
- *избыточное давление в помещении* относительно соседних помещений — психрометрическим методом (ГОСТ 11161-71, микроманометр жидкостный).

Контроль параметров техно логического микроклимата, в общих объемах чистых помещений и на рабочих местах осуществляется работниками службы электронной гигиены в соответствии с РМ 11 091.296-76.

7.2. Дефекты полупроводниковых пластин и эпитаксиальных структур. Методы их контроля

Степень совершенства кристаллической структуры слитка монокристаллического кремния, качество механической и химической обработок поверхности кремниевых пластин, класс чистоты поверхности а также степень совершенства кристаллической структуры эпитаксиального слоя являются важнейшими факторами, определяющими возможность создания полупроводниковых структур с заданными свойствами. В связи с этим необходимо знать как сами дефекты, так и методы их. Кратко рассмотрим дефекты на поверхности пластин кремния и в эпитаксиальных слоях.

Качество обработки поверхности полупроводниковой полированной пластины, подготовленной к выращиванию эпитаксиального слоя, определяется совокупностью механических и химической операций обработки пластин, предназначенных для снятия поврежденного (нарушенного) в результате резки слитка слоя монокристаллического кремния. Трещины, сколы, «следы реза» (уступы на поверхности пластины, ограниченные окружностями, радиус которых равен радиусу режущей кромки пилы), прогиб, разная толщина пластин — типичные дефекты после операции резки, устраняемые последующими операциями травления, шлифования и полирования. Одновременно эти операции вносят другие дефекты вследствие несоблюдения технологического режима. Например, после травления на поверхности пластины возникают ямки в результате использования плохо перемешанного травителя или травителя с повышенной концентрацией плавиковой кислоты. При шлифовании пластин могут возникнуть царапины ввиду наличия в шлифовальной суспензии крупных частиц, по-

падания па шлифовальный стол крупных частиц из окружающей среды, скалывания частиц кремния с краев пластины.

После финишного полирования пластины проводят контроль нарушенного слоя, т.е. остаточных поверхностных повреждений: исчезающих и не исчезающих рисок, «выколов», «кластеров». Исчезающая риска, которая видна только при определенных углах падения света на пластину, по существу является микроцарапиной, т.е. протяженным углублением на поверхности. Неисчезающая риска или макроцарапина, видна независимо от угла падения, света на пластину. «Выколы» или микротрещины, являются разрывами сплошности материала, начинающимися у поверхности и заканчивающимися в объеме пластины. «Кластеры» — это выделения второй фазы, образующиеся в процессе финишного полирования и наблюдаемые в виде матовости, расположенной по кольцам или равномерно по пластине.

Контроль указанных дефектов полированных пластин, осуществляемый с помощью микроскопов, сопровождается разрушением (повреждением) части пластины, так как требует кратковременного селективного травления. Выявление дефектов с помощью селективного травления основано на том, что в специальных травителях дефектную поверхность травят с большей скоростью, чем остальную (бездефектную). Вид фигур травления дефектов полированных пластин зависит от ориентации поверхности пластин и состава травителя. Выделения второй фазы после селективного травления наблюдаются в виде бугорков.

Чистота поверхности полированной пластины зависит от загрязнения ее остатками абразивных и приклеивающих материалов, минеральными жирами и органическими включениями, вносимыми оператором и оборудованием, от загрязнения отмывочных средств (кислот, деионизованной воды, кистей). Наблюдаются загрязнения в виде разводов и пятен произвольной формы, светящийся точек, отпечатков пальцев.

В эпитаксиальном слое, выращенном на полированных пластинах кремния (подложках), встречаются *дефекты упаковки, дислокации, поликристаллические включения и пирамиды роста*, выявляемые с помощью химического травления и оптической микроскопии.

Дефекты упаковки выявляются в результате травления в виде канавок пересечения плоскостей дефектов упаковки с поверхностью эпитаксиального слоя. Фигуры травления дефектов упаковки эпитаксиального слоя, выращенного на пластинах, ориентированных в плоскости (111), обычно представляют собой равносторонние треугольники с одинаковой ориентацией. Анализ уменьшения размеров этих фигур при последовательном травлении эпитаксиального слоя позволяет сделать следующие выводы: дефекты упаковки возникают на граничной поверхности пластины — эпитаксиальный слой и не связаны со структурными дефектами пластины, а определяются свойствами поверхности пластины. Наличие механически поврежденного слоя на поверхности пластины существенно увеличивает концентрацию дефектов упаковки в эпитаксиальном слое. При отсутствии нарушений обработки главной причиной образования де-

фектов упаковки являются примеси на поверхности пластины, появляющиеся вследствие плохой отмывки пластины или недостаточной очистки водорода, применяемого при проведении реакции выращивания эпитаксиального слоя.

Дислокации в выращенном эпитаксиальном слое имеют одинаковую плотность в последовательных слоях и почти все переходят из пластины. В результате плотность дислокаций в эпитаксиальном слое обычно того же порядка, что и в пластине. Плохие условия роста эпитаксиальных слоев и наличие нарушенного слоя и примесных частиц на поверхности пластины увеличивают плотность дислокаций в эпитаксиальном слое. Фигуры травления дислокаций имеют гораздо меньшие размеры, чем фигуры травления дефектов упаковки, и бывают в виде круглых и овальных ямок. Скопления дислокаций, расположенных на одной прямой с интервалом не более 40 мкм, «проявляют» так называемые линии скольжения.

Поликристаллические включения являются произвольно ориентированными включениями в эпитаксиальном слое. Включения в кремнии, ориентированном в плоскости (111), иногда ограничены треугольником. Включения всегда возникают на поверхности пластины из-за присутствия частиц примесей.

Наблюдаемые на поверхности эпитаксиального слоя треугольные пирамиды роста наиболее часто вызываются наличием примесей на поверхности пластины, условиями роста (температурой) эпитаксиального слоя и ориентацией пластины. Пирамиды роста на поверхности (111) обычно обнаруживают такие несовершенства, как дефекты упаковки, поликристаллические включения и звездообразные холмики. Прежде чем перейти к рассмотрению контроля указанных дефектов полупроводниковых пластан и эпитаксиальных слоев, остановимся на общих методах контроля микродефектов.

Известны следующие методы контроля: оптическая микроскопия, инфракрасная микроскопия, рентгеновская микроскопия и электронная микроскопия.

Как отмечалось, метод оптической микроскопии применяется в сочетании с химическим травлением. Современные оптические микроскопы имеют большой набор сменных оптических линз с разрешающей способностью около 1 мкм.

Метод инфракрасной микроскопии основан на том, что инфракрасное излучение поглощается при прохождении через контролируемый образец. При этом степень поглощения излучения областями, имеющими неоднородности и дефекты, отличается от степени поглощения бездефектными областями. Эти области воспроизводятся на специальном экране в виде светлых и темных участков.

Метод рентгеновской микроскопии также основан на неодинаковом поглощении и отражении рентгеновского излучения дефектными и бездефектными областями и позволяет обеспечить разрешающую способность 5–10 мкм. Анизотропные свойства полупроводниковых материалов позволяют применять метод рентгеновской микроскопии, для контроля ориентации слитков и пластин относительно кристаллографических плоскостей.

Метод электронной микроскопии обеспечивает разрешающую способность порядка десятитысячных долей микрометра и используется в основном при изучении свойств материалов и технологических процессов. Электронные микроскопы позволяют наблюдать дефекты кристаллической структуры, микровключения, анализируя которые, можно определить причины возникновения дефектов.

Метод оптической микроскопии нашел наиболее широкое применение в производстве ИМС. Контроль дефектов и чистоты поверхности полупроводниковых пластин после операций резки, травления, шлифования, полирования осуществляется оператором визуально при люминесцентном освещении или под сфокусированным пучком света. Оператор берет пластины из межоперационной тары пинцетом с фторопластовым наконечником и внимательно осматривает их поверхность. На поверхности пластины не должно быть (или допускается указанное в документации количество) дефектов, которые могут возникнуть после указанных операций.

Контроль рассмотренных дефектов поверхности полированных пластин кремния после финишного полирования проводят после химического травления выборочно (одной пластины из партии) с помощью оптических микроскопов МБС-1, МБС-2 для определения суммарной длины исчезающих и неисчезающих рисок и микроскопа ММУ-3 для определения числа микровыколов. Определение дефектов и подсчет их числа осуществляют по всему полю или выборочно в поле зрения микроскопа в соответствии с указаниями в технологической документации (например, по двум взаимно перпендикулярным диаметрам).

Контроль дефектов эпитаксиальных слоев проводят, как указывалось, после селективного травления с помощью оптических микроскопов.

Основными недостатками визуального контроля качества поверхности полупроводниковых пластин являются:

- 1) высокая трудоемкости, обусловленная большим объемом работ и отсутствием средств автоматизации;
- 2) отсутствие в ряде случаев определенных, формализованных критериев (например, при сравнении поверхности пластин с эталоном);
- 3) необходимость в большой численности тренированных операторов с хорошим зрением и в соответствующем количестве рабочих мест;
- 4) многократный контакт пластин с окружающей средой, приводящий к возникновению на поверхности дополнительных дефектов (механических повреждений, химических включений и т. д.);
- 5) вынужденное проведение выборочного контроля (из-за большого объема работ), нередко приводящего к субъективной оценке результатов;
- 6) существенное влияние на себестоимость ИМС.

В настоящее время известны отдельные разработки по автоматизации контроля поверхности пластин на основе различных принципов, однако широкого промышленного применения они пока не получили. Трудность создания

автоматических систем контроля дефектов поверхности пластин обусловлена необходимостью разработки для этих целей датчиков — преобразователей плоских и объемных неконтрастных объектов размером менее 1 мкм в электрический сигнал, пригодный для обработки на ЭВМ.

7.3. Методы измерения геометрических размеров полупроводниковых пластин

7.3.1. Методы измерения диаметра и толщины пластины, длины базового и дополнительного срезов

Измерение размеров пластин является наиболее простым из всех видов измерений, проводимых при изготовлении ИМС. Размеры полупроводниковых пластин задаются ТД и строго нормируются для обеспечения совместимости пластин с технологическим оборудованием, на котором проводятся операции их обработки. Для установления соответствия пластин размерам, указанным в ТД, измеряют *диаметр и толщину пластины, длину базового и дополнительного срезов*. Измерение осуществляют прямым методом, при котором измеряемая величина сравнивается с ее мерой. В качестве меры используют штангенциркуль, измерительную линейку и многооборотный индикатор (микрометр).

Диаметр полупроводниковых пластин определяется размерами слитка и может быть в пределах следующего ряда: 30, 40, 60, 76, 100, 125, 150, 200, 250, 300 мм. В настоящее время наиболее широко используют пластины диаметром 150–300 мм. Диаметр пластины измеряют в двух взаимно перпендикулярных направлениях штангенциркулем. Абсолютная погрешность измерения диаметра $\pm 0,5$ мм.

Толщина пластины определяется шагом разделения слитка, а также операциями шлифования, полирования и химического травления, применяемыми для снятия нарушенного приповерхностного слоя толщиной 80–100 мкм. Толщина пластины устанавливается ТД в зависимости от ее диаметра (чем больше диаметр, тем больше толщина) и лежит в пределах 200–900 мкм. Толщину пластины измеряют многооборотным индикатором в центре пластины методом непосредственной оценки. Абсолютная погрешность измерения толщины ± 20 мкм.

Толщину пластины можно измерять также бесконтактным емкостным методом. Пластины кремния помещают между сенсорными поверхностями двух датчиков. Любое изменение расстояния (зазора) между поверхностями датчиков и измеряемой пластины приводит к изменению емкости датчиков, что вызывает изменение тока последних. Это изменение тока преобразуется и выводится на индикатор. Диапазон измерения толщины пластины устройством, использующим такой принцип, составляет 0–999,9 мкм, точность измерения $\pm 2,5$ мкм.

Базовый срез необходим для облегчения единообразной ориентации пластины при позиционировании ее в процессе обработки и контроля. Дополнительные срезы (один или два) используют для маркировки пластин. Длина базового и дополнительного срезов устанавливается ТД в зависимости от диаметра пластины. Измерения длины базового и дополнительного срезов производят линейкой с ценой деления 1 мм методом непосредственной оценки. Абсолютная погрешность измерения длины срезов ± 1 мм.

В последнее время для уменьшения брака из-за сколов острой кромки полупроводниковых пластин в технологический процесс их изготовления введена операция снятия фаски. В связи с этим возникла необходимость измерения формы и размеров фаски. При измерении фаски измеряют ее глубину в пределах 50–200 мкм и ширину в пределах 70–2000 мкм. Абсолютная погрешность измерения размеров фаски ± 10 мкм. Эту операцию можно осуществлять, например, методом механического щупа с применением в качестве датчика механотрона.

7.3.2. Методы измерения непараллельности, прогиба, неплоскостности пластины

Повышение степени интеграции, уменьшение размеров элементов на кристалле ИМС ставят задачу уменьшения ухода размеров элемента вследствие рассовмещения пластины и фотошаблона, неравномерной толщины слоя фоторезиста и других причин. Существенное влияние на точность воспроизведения элементов оказывают такие параметры, как прогиб, непараллельность плоскостей и неплоскостность пластин. Если учесть, что для производства БИС используют пластины большого диаметра и что эти параметры ухудшаются с увеличением диаметра пластины, то станет очевидной значимость их контроля.

Прогиб полупроводниковой пластины — это мера выпуклости или вогнутости срединной части пластины относительно ее краев. В простейшем случае прогиб может быть измерен прямыми измерениями разностным методом. Вначале пластину размещают, как показано на рис. 7.1а, и измеряют размер h_i

$$h_i = h + d,$$

где h — стрела прогиба; d — толщина пластины.

Затем пластину перемещают в положение, указанное на рис. 7.1б, и измеряют ее толщину. Стрелу прогиба находят из соотношения $h = h_i - d$.

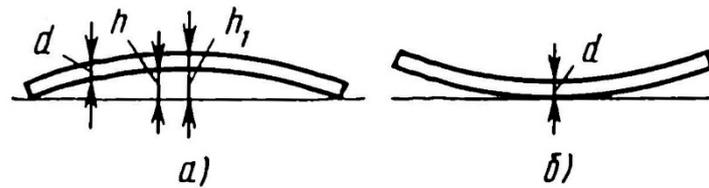


Рис. 7.1. Измерение прогиба полупроводниковой пластины разностным методом

Прогиб полупроводниковых пластин может быть измерен на специальной лазерной установке. В установке формируются два параллельных лазерных луча, которые падают на вогнутую полированную поверхность пластины в точки, равноотстоящие от центра и находящиеся на одном диаметре. Отражаясь от пластины, лучи лазера в зависимости от степени вогнутости (прогиба) фокусируются на разном расстоянии от ее центра. Это расстояние и является мерой прогиба. Прогиб не должен превышать 15 мкм.

Непараллельностью называется разность наибольшего и наименьшего расстояний между плоскостями, прилегающими к поверхностям пластины на заданной площади или длине. Для определения непараллельности (разнотолщинности) пластины измеряют толщину пластины в пяти точках, расположенных, как показано на рис. 7.2.

Точки 2–5 расположены на равном расстоянии от точки 1, находящейся в центре. Толщину пластины измеряют многооборотной индикаторной головкой, представляющей собой микрометр со стрелочным отсчетом. Результаты обрабатывают, определяя разность толщины пластины в точке 1 и соответствующих периферийных точках:

$$\delta_{i-1} = d_i - d_1,$$

где δ_{i-1} — разность между толщиной пластины в i -й точке и в точке 1; d_1, d_i — толщины пластины в i -й точке и в точке 1; i — порядковый номер точки ($i = 2, 3, 4, 5$).

Наибольшее значение одной из полученных четырех разностей и определяет непараллельность.

Неплоскостью называется наибольшее расстояние между реальной поверхностью пластины и прилегающей плоскостью. Измерение неплоскостности производят интерферометрами, позволяющими наблюдать интерференционную картину по всей плоскости пластины. Анализируя эту интерференционную картину, по максимальному числу огибающих интерференционных полос находят наиболее глубокую впадину и наиболее высокую вершину. Сумма их размеров и характеризует неплоскостность.

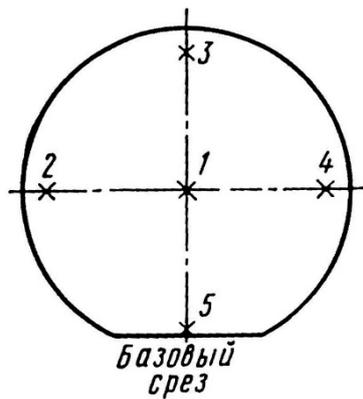


Рис. 7.2. Расположение точек, в которых измеряется толщина пластины при измерении непараллельности

В последнее время для измерения прогиба, непараллельности и неплоскостности разработаны приборы, основанные на применении бесконтактного емкостного датчика. Верхняя обкладка датчика перемещается вдоль поверхности пластины по двум взаимно перпендикулярным диаметрам и по периферийной окружности. Нижней обкладкой датчика является поверхность предметного стола, на котором закреплена пластина. Любое изменение зазора между верхней обкладкой датчика и поверхностью пластины, обусловленное изменением профиля поверхности пластины, вызывает изменение электрического сигнала датчика и после соответствующей калибровки может служить мерой расстояния. Результаты измерения профиля обрабатываются по специальному алгоритму и по соответствующей команде оператора индицируются на цифровом табло, давая непосредственно информацию о величинах прогиба, непараллельности и неплоскостности пластины.

Контрольные вопросы

1. Перечислите методы измерения и контроля параметров технологических сред.
2. Дайте характеристику методам измерения и контроля параметров деионизованной воды.
3. Перечислите комплекс специальных мероприятий обеспечения в производственных помещениях соответствующего микроклимата.
4. Дайте характеристику дефектам на поверхности пластин кремния и в эпитаксиальных слоях.
5. Укажите основные недостатки визуального контроля качества поверхности полупроводниковых пластин.
5. Дайте характеристику методам измерения диаметра и толщины пластины, длины базового и дополнительного срезов.
6. Охарактеризуйте методы измерения непараллельности, прогиба, неплоскостности пластины.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В связи с развитием микро и наноэлектроники – бурно развивающихся отраслей, возрастает роль методов контроля физических параметров материалов электронной техники и приборных структур на их основе. В настоящее время существует два пути развития наноэлектроники – переход к наноэлектронике от микроэлектроники за счет уменьшения размеров элементов интегральных схем до нанометрового масштаба – «подход сверху вниз» и за счет использования молекул и биологических объектов, которые ведут к молекулярной и биоэлектронике – «подход снизу вверх». Наиболее перспективным путем развития считается комбинация молекулярных и биологических объектов с традиционной микроэлектронной техникой. Поэтому дальнейшее развитие экспериментальных методов измерений требует как совершенствование уже существующих, так и разработку принципиально новых методик, основанных на новых физических принципах. При этом важное значение будет иметь автоматизация процесса измерения путем применения ЭВМ, сопряженных с измерительными приборами или встроенных в них.

Другим перспективным направлением экспериментальных методов исследований материалов и твердотельных структур является разработка комплексного измерительного оборудования, включающего несколько методик измерения и анализа полученных результатов. Такой подход позволит освоить массовый выпуск измерительного и аналитического оборудования, предназначенного для различных отраслей народного хозяйства.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Кунце, Х. И. Методы физических измерений [Текст] / Х. И. Кунце; перевод с нем. Б. Б. Страумала, под ред. Л. С. Швиндлермана. – М.: Мир, 1989. – 216 с.
2. Классен, К. Б. Основы измерений. Электронные методы и приборы в измерительной технике [Текст] / К. Б. Классен; пер. с англ. Е. В. Воронова и А. Л. Ларина. – М.: Постмаркет, 2002. – 352 с.
3. Методы испытания, контроля и исследования машиностроительных материалов: справочное пособие в 3 т. [Текст] / под общ. ред. А. Г. Туманова. Т. 1: Физические методы исследования металлов. – М.: Машиностроение, 1971. – 554 с.
4. Павлов, Л. И. Методы измерения параметров полупроводниковых материалов [Текст] / Л. И. Павлов. – М.: Высш. шк., 1987. – 239 с.
5. Батавин, Б. Б. Измерение параметров полупроводниковых материалов и структур [Текст] / Б. Б. Батавин, Ю. А. Концевой, Ю. В. Федорович. – М.: Радио и связь, 1985. – 264 с.
6. Рембеза, С. И. Методы измерения основных параметров полупроводников [Текст] / С. И. Рембеза. – Воронеж: ВГУ, 1989. – 224 с.
7. Физические методы исследования материалов твердотельной электроники [Текст]: учеб. пособие / С. И. Рембеза, [и др.]. – Ставрополь: СевКавГТУ, 2002. – 432 с.
8. Павлов, П. В. Физика твердого тела [Текст] / П. В. Павлов, А. Ф. Хохлов. – М.: Высш. шк., 2000. – 494 с.
9. Пасынков, В. В. Материалы электронной техники [Текст] / В. В. Пасынков, В. С. Сорокин. – СПб.: Лань, 2002. – 368 с.
10. Шалимова, К. Б. Физика полупроводников [Текст] / К. Б. Шалимова. – М.: Высш. шк., 1986. – 407 с.
11. Горелик, С. С. Материаловедение полупроводников и диэлектриков [Текст] / С. С. Горелик, М. Я. Дашевский. – М.: Металлургия, 1988. – 575 с.
12. Лифшиц, Б. Г. Физические свойства металлов и сплавов [Текст] / Б. Г. Лифшиц, Б. С. Крапошин, Я. Л. Линецкий. – М.: Металлургия, 1980. – 320 с.
13. Кучис, Е. В. Гальваномагнитные эффекты и методы их исследования [Текст] / Е. В. Кучис. – М.: Радио и связь, 1990. – 264 с.
14. Золотаревский, В. С. Механические свойства металлов [Текст] / В. С. Золотаревский. – М.: Металлургия, 1987. – 346 с.
15. Дитчберн, Р. Физическая оптика [Текст] / Р. Дитчберн; пер. с англ. Л. А. Вайнштейна и О. А. Шустина; под ред. И. А. Яковлева. – М.: Наука, 1965. – 246 с.
16. Ландсберг, Г. С. Оптика [Текст] / Г. С. Ландсберг. – М.: Наука, 1976. – 178 с.

17. Малышев, В. И. Введение в спектральную спектроскопию [Текст] / В. И. Малышев. – М.: Наука, 1979. – 478 с.
18. Головин, Ю. И. Основы нанотехнологий [Текст] / Ю. И. Головин. – М.: Машиностроение, 2012. – 656 с.
19. Головин, Ю. И. Наноиндетирование и его возможности [Текст] / Ю. И. Головин. – М.: Машиностроение, 2009. – 312 с.
20. Измерения и контроль в микроэлектронике. Учебное пособие по специальностям электронной техники / Н. Д. Дубовой, [и др.]; под ред. А. А. Сазонова. – М.: Высш. шк., 1984. – 367 с.

Учебное издание

Калинин Юрий Егорович
Макагонов Владимир Анатольевич
Ситников Александр Викторович

**ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ
ИССЛЕДОВАНИЙ И КОНТРОЛЯ В ФИЗИКЕ
КОНДЕНСИРОВАННОГО СОСТОЯНИЯ**

Учебное пособие

Компьютерная верстка М. А. Макагонова

Редактор Е. А. Четвертухина

Подписано к изданию 22.07.2021.
Объем данных 4,1 Мб.

ФГБОУ ВО «Воронежский государственный технический университет
394026 Воронеж, Московский просп., 14