

НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ  
«МИСиС»

На правах рукописи

Щемеров Иван Васильевич

Разработка и создание аппаратуры для бесконтактного измерения электрофизических  
параметров полупроводниковых материалов

Специальность 05.27.06 – Технология и оборудование для производства  
полупроводников, материалов и приборов электронной техники

Диссертация на соискание учёной степени кандидата технических наук

Научный руководитель –  
кандидат физико-математических наук  
Кобелева Светлана Петровна

Москва 2015

## Оглавление

Введение .....	4
Глава 1. Принципы измерения электрофизических параметров полупроводниковых материалов .....	8
1.1. Основные понятия .....	8
1.2. Классические методы измерения величины УЭС .....	10
1.2.1. Двухзондовый метод .....	10
1.2.2. Четырёхзондовый метод .....	13
1.2.3. Измерение сопротивления растекания .....	14
1.2.4. Метод вихревых токов .....	16
1.3. Классические методы измерения величины ВЖ .....	17
1.3.1. Измерение спада фотопроводимости контактным методом .....	18
1.3.2. Бесконтактные измерения ВЖ по спаду фотопроводимости через отражение СВЧ излучения .....	21
1.4. Новые материалы и накладываемые ограничения на способы измерения .....	25
1.5. Недостатки контактных методов измерения электрофизических параметров полупроводниковых материалов (постановка задачи диссертации) .....	29
Глава 2. Компьютерное моделирование процессов рекомбинации ННЗ .....	31
2.1. Решение уравнения непрерывности .....	31
2.2. Компьютерное моделирование процесса рекомбинации ННЗ .....	33
2.3. Анализ полученных данных .....	35
2.4. Измерение стандартных образцов .....	48
Глава 3. Разработка конструктивного исполнения измерителя жизни неравновесных носителей заряда бесконтактным СВЧ методом .....	56
3.1. Схема СВЧ детектора для измерения величины ВЖ .....	56
3.2. Измерения ВЖ кремниевых образцов по спаду фотопроводимости .....	59
3.3. Схема измерения и обработка результата .....	69
3.4. Анализ работы измерителя величины ВЖ .....	71
Глава 4. Разработка конструктивного исполнения измерителя удельного электросопротивления бесконтактным СВЧ методом .....	76
4.1. Применение СВЧ детектора для измерения величины УЭС .....	76
4.2. Схема СВЧ детектора УЭС и принцип работы устройства .....	78
4.3. Калибровочные измерения УЭС образцов монокристаллического кремния и образцов КУП НК .....	83
4.3.1. Калибровка прибора по набору кремниевых образцов с различными величинами толщин и удельных электросопротивлений .....	83
4.3.2. Калибровка прибора по набору кремний-углеродных плёнок со структурой нанокompозита .....	86
4.4. Схема измерения и обработка результата .....	92
4.4.1. Схема преобразования сигнала и его анализ при помощи микроконтроллера PIC18 .....	92
4.4.2. Управляющая программа .....	94
4.4.3. Аналитическая программа .....	96
4.5. Анализ работы измерителя УЭС .....	99
Глава 5. Работа комбинированной установки .....	109
5.1. Схема объединения детекторов УЭС и ВЖ .....	109
5.2. Управление отдельными элементами устройства .....	111
5.3. Калибровочные измерения ВЖ и УЭС .....	113
5.4. Обсуждение результатов .....	120
Заключение .....	122

Публикации по теме диссертации .....	123
Библиографический список .....	125

## Введение

Удельное электросопротивление (УЭС) и время жизни неравновесных носителей заряда (ВЖ ННЗ, ВЖ) в полупроводниковых материалах являются наиболее важными характеристиками, отражёнными в марке и влияющими на область применения, качество материала и итоговую стоимость. Измерять эти параметры необходимо на любом предприятии, занимающемся производством полупроводниковых материалов или приборов на их основе.

Наиболее распространённые методы измерения УЭС являются зондовыми. Зондовые технологии, например, четырёхзондовый метод или однозондовый метод измерения растекания, описаны в многочисленных стандартах SEMI и ГОСТ [1-7]. Благодаря стандартизации и отработке методики, точность измерения такими методами очень высока. Однако с увеличением доли микро- и наноразмерных структур в электронной промышленности возросли требования к измерительным технологиям. Из-за малых толщин измеряемых объектов и исключительной твёрдости зондов (как правило, изготавливаемых из материалов наподобие карбида вольфрама) измерения зондовыми методиками являются разрушающими: в месте контакта зонда с полупроводником создаётся локальное механическое нарушение поверхности [8]. Кроме того, высокое сопротивление, вызванное малой толщиной поверхности, накладывает существенные ограничения на пределы измерения зондовыми методами. Так, кремний-углеродные плёнки со структурой нанокompозита (КУП НК) с поверхностным электросопротивлением (ПЭ) выше 100 кОм на квадрат практически невозможно измерить при помощи зондовых технологий. А для широкозонных полупроводников типа  $A^{III}B^V$  и  $A^{IV}B^{VI}$  прижимной контакт металлического зонда с поверхностью полупроводника имеет такое большое значение контактного сопротивления, что зондовые методы измерения УЭС таких материалов практически нереализуемы [9]. Это приводит к необходимости применения бесконтактных методов для измерения УЭС и ПЭ. Описанный в стандартах SEMI высокочастотный метод отвечает требованиям бесконтактности, однако имеет существенные ограничения по толщине измеряемых образцов (не менее 0,1 мм и не более 1 мм) и не позволяет измерять сопротивления выше 200 Ом·см [10]. Таким образом, СВЧ метод, который заключается в поглощении СВЧ сигнала свободными носителями заряда и позволяет определять количество носителей как в тонких плёнках, так и в массивных образцах, является практически единственным неразрушающим методом, который применим для контроля параметров микронных и субмикронных структур.

Измерения величины ВЖ, как правило, производятся путём измерения параметров спада фотопроводимости [10-15]. Для регистрации спада можно использовать как зондовые, так и бесконтактные методы. Однако зондовые методы измерения являются разрушающими, и измерения с их помощью довольно продолжительны. Также они имеют достаточно высокие требования к параметрам измеряемых образцов [8] и не могут применяться для образцов произвольной формы. Бесконтактный СВЧ метод, описанный в стандарте SEMI, имеет довольно сложную и чувствительную к помехам конструкцию, кроме того стандарт предполагает использование этого метода исключительно для измерения параметров пластин [16], что существенно снижает область его применения.

Таким образом, можно заключить, что бесконтактный СВЧ метод применим для измерения величины УЭС и ВЖ различных полупроводниковых материалов. Вместе с тем известные на данный момент методы измерения имеют существенные недостатки.

Разрабатываемая в ходе данной работы аппаратура призвана устранить эти недостатки за счёт использования детектора СВЧ сигнала новой конструкции, который позволяет проводить бесконтактные неразрушающие измерения электрофизических параметров любого образца, независимо от его размеров и формы, но за счёт более простого исполнения будет лишён недостатков, связанных со сложностью и неустойчивостью.

Использование одного детектора для измерения обоих параметров позволяет объединить оба измерительных прибора и проводить одновременные измерения УЭС и ВЖ, что даёт

возможность за одно измерение узнать все основные электрофизические параметры исследуемого материала.

Актуальность темы. Развитие современной элементной базы микроэлектроники предполагает совершенствование методов контроля и диагностики качества полупроводниковых материалов. Среди исследуемых параметров наиболее информативными являются удельное электросопротивление (УЭС) и время жизни неравновесных носителей заряда (ВЖ ННЗ, ВЖ), которые определяются степенью совершенства кристаллов, наличием остаточных примесей и условиями термообработки.

Многие измерительные системы не способны работать с микро- и наноразмерными материалами. Зондовые технологии принципиально не могут быть применимы для измерения материалов и структур микронных и субмикронных размеров, так как острые и твердые зонды создают в них необратимые нарушения. Существующие бесконтактные методы лишены этого недостатка, однако они требуют особой обработки поверхности или серьезно ограничены в размерах измеряемых образцов. Скорость измерения бесконтактными методами существенно превышает скорость измерения при помощи зондовых технологий. При этом только СВЧ метод позволяет производить одновременные измерения величин УЭС и ВЖ, что значительно ускоряет процесс исследования свойств материалов, увеличивает точность позиционирования, дает возможность унифицировать процессы создания измерительной аппаратуры. К тому же, по соотношению между ВЖ и УЭС в одной и той же области возможно оценить параметры рекомбинационных центров.

Таким образом, разработка аппаратуры, реализующей одновременные измерения УЭС и ВЖ бесконтактным СВЧ методом, является актуальной и практически значимой задачей.

Связь работы с научными программами, планами, темами. Отдельные части работы входили в план НИР (Тема «Разработка установки для бесконтактного измерения удельного электросопротивления полупроводниковых и нанокompозитных материалов СВЧ методом», № 13138/22-10), проводимой при финансировании системы фондов Бортника. Автор являлся руководителем НИР, и данная работа — основной из её составляющих.

Цели и задачи исследования. Целью данной диссертационной работы является создание аппаратуры для одновременного измерения времени жизни и удельного электросопротивления полупроводниковых материалов, а также определение условий измерения этих параметров на непассивированных поверхностях монокристаллического кремния и проводящих пленках.

Для достижения поставленной цели в работе были решены следующие задачи:

- анализ литературных данных и стандартов, посвященных измерениям электрофизических параметров полупроводниковых материалов;
- проведение компьютерного моделирования распределения и скорости изменения концентрации свободных носителей заряда в объеме полупроводника;
- конструирование СВЧ детектора и анализ особенностей его работы;
- разработка схемы преобразования выходного сигнала, создание управляющих и аналитических программ для работы с аппаратурой;
- получение калибровочных и поправочных кривых по результатам измерений стандартных образцов.

Методы, применяемые в исследовании, подробно описаны в соответствующих стандартах [1-6]. Результаты наблюдений анализировались в том числе компьютерными методами, для чего использовались программные продукты KiCad, Mathcad, FreeFem, а также собственное ПО. Был проведён теоретический анализ и моделирование происходящих в ходе работы прибора процессов.

Научная новизна результатов.

1. Создан новый СВЧ детектор резонаторного типа, который позволяет разделить падающее и отраженное излучение без использования циркулятора. За счет этого повышается чувствительность и уменьшается сложность конструкции.

2. Установлено, что расчет ВЖ в объеме образца с непассивированной поверхностью без определения скорости поверхностной рекомбинации возможен только для образцов с толщиной, превышающей диффузионную длину носителей заряда.

3. Обнаружено, что при определении времени жизни в объеме по измеренному эффективному на образцах с толщиной свыше пяти диффузионных длин необходимо введение дополнительных поправок. Рассчитаны поправочные функции для учета размерных эффектов на различных толщинах срезов.

4. Показано, что при измерении больших времен жизни на установках с кольцевым зазором необходимо учитывать ограничение области измерения. Рассчитаны поправочные коэффициенты для определения ВЖ в объеме на установке с кольцевым зазором диаметром 3 мм.

#### Практическое применение полученных результатов.

1. Создан рабочий макет аппаратуры для измерения удельного электросопротивления и времени жизни неравновесных носителей заряда бесконтактным СВЧ методом на основе детектора резонаторного типа с кольцевым зазором. Аппаратура позволяет измерять УЭС монокристаллического кремния в пределах от 5 до 5000 Ом·см (для сравнения, верхний предел бесконтактного метода вихревых токов — 100 Ом·см); существенно расширяет диапазон толщин измеряемых слоёв (от 1 мкм) и интервал измеряемого при этом поверхностного электросопротивления слоистых структур и наноконструктивных плёнок (от 100 Ом/□ до сотен кОм/□); имеет беспрецедентно широкий интервал чувствительности по ВЖ от сотен наносекунд до миллисекунд. Статистическая погрешность измерений УЭС и ВЖ не превышает 30%.

2. Разработан алгоритм пересчёта выходного сигнала детектора в единицы удельного или поверхностного электросопротивления. Расчёт может производиться двумя способами: по заранее внесённому в память прибора набору калибровочных кривых и по сравнению выходного сигнала измеряемого образца с величинами выходного сигнала как минимум двух образцов с заранее известными параметрами.

3. Разработанная аппаратура является единственной, позволяющей измерять электросопротивление проводящих тонкопленочных материалов в микронном и субмикронном диапазоне толщин при сопротивлении выше 20 кОм/□.

#### Положения, выносимые на защиту:

1. Конструктивная схема аппаратуры, реализующей бесконтактный СВЧ метод измерения удельного электросопротивления и времени жизни неравновесных носителей заряда. Новизна схемы заключается в использовании детектора резонаторного типа, что увеличивает чувствительность измерителя.

2. Рассчитанные методами численного моделирования номограммы для определения времени жизни неравновесных носителей заряда в объёме полупроводника по измеренному эффективному с учётом поправок, связанных с толщиной образца, скоростью поверхностной рекомбинации и ограничением области анализа.

Достоверность полученных результатов обеспечивается использованием современного научного оборудования, значительной статистикой данных, полученной при анализе наборов стандартных образцов, внесенных в международные стандарты методов исследования, при анализе и интерпретации экспериментальных результатов, сравнением с известными литературными данными, обсуждением результатов работы на 15 научных конференциях.

#### Апробация результатов работы

Результаты разработки неоднократно представлялись на российских и международных конференциях, в том числе: 2 международная конференция/молодёжная школа-семинар «Современные нанотехнологии и нанофотоника для науки и производства» (Владимир, 16-19 ноября 2009), 7 международная конференция по актуальным проблемам физики, материаловедения, технологии и диагностики кремния, наноразмерных структур и приборов на его основе «Кремний-2010» (Нижний новгород, 6-9 июля 2010), 4 международная научно-

техническая конференция «Микро- и нанотехнологии в электронике» (Нальчик, 22-26 сентября 2011), 8 международная конференция «Перспективные технологии, оборудование и аналитические системы для материаловедения и наноматериалов» (Алма-Аты, 9-10 июня 2011), 8 международная конференция по актуальным проблемам физики, материаловедения, технологии и диагностики кремния, наноразмерных структур и приборов на его основе «Кремний-2011» (Москва, 5-8 июля 2011), 1 международная конференция «Актуальные проблемы прикладной физики 2012» (Севастополь, 24-28 сентября 2012), 1 международная научная конференция «Стандартные образцы в измерениях и технологиях» (Екатеринбург, 10 - 14 сентября 2013).

Публикации: по результатам исследований, изложенных в диссертации, имеется 22 публикация, в том числе 5 - в журналах ВАК [8, 17-19, 77]. Оформлено 1 ноу-хау [20]. Список публикаций приведен в конце диссертации.

## Глава 1. Принципы измерения электрофизических параметров полупроводниковых материалов

### 1.1. Основные понятия

Основными параметрами полупроводникового материала, определяющими его качество, область применения и стоимость, являются его электросопротивление — удельное (УЭС) и поверхностное (ПЭ), время жизни неравновесных носителей заряда (ВЖ ННЗ, ВЖ), тип проводимости (электронный n или дырочный p), диффузионная длина носителей заряда ( $L_n, L_p$ ) и их подвижность ( $\mu$ ) [11]. Тип проводимости задаётся в процессе создания полупроводникового материала заданием типа легирующей примеси (донорной или акцепторной). Величина  $\mu$  определяется материалом и типом проводимости (как правило, подвижность электронов больше подвижности дырок), и зависит от температуры [12]. Диффузионная длина определяется коэффициентом диффузии и величиной ВЖ [13]. Таким образом, определение ВЖ и УЭС является основной задачей исследования электрофизических параметров полупроводниковых материалов и приборов на их основе.

ВЖ носителя является величиной, обратно пропорциональной вероятности рекомбинации частицы. То есть, принимается, что существует некоторая постоянная величина  $1/\tau_f$ , равная вероятности рекомбинации одного свободного носителя заряда за единицу времени в единице объёма. В таком случае за единицу времени прорекомбинируют  $\frac{n-n_0}{\tau_f} = R$  частиц:

$$\frac{\partial n}{\partial t} = -R = \frac{-n-n_0}{\tau_f} = \frac{-\delta n}{\tau_f} \quad (1.1)$$

После интегрирования это уравнение принимает вид:

$$\delta n(t) = n(t) - n_0 = [n(0) - n_0] e^{-\frac{t}{\tau_f}} = \delta n(0) e^{-\frac{t}{\tau_f}} \quad (1.2)$$

Таким образом, неравновесное состояние после прекращения воздействия релаксирует с характерной величиной  $\tau_f$ , которая называется релаксационным временем жизни неравновесных носителей заряда (или просто временем жизни) [21, 22]. Можно говорить, что время жизни неравновесных носителей заряда численно равно времени, за которое концентрация неравновесных носителей заряда уменьшается в  $e$  раз ( $e = 2,7182...$ ) [11]. Легко видеть, что  $\tau_f$  представляет собой среднее время существования избыточной концентрации. В самом деле, в интервале времени  $[t, t+dt]$  прорекомбинирует  $-dn = \delta n(t) \frac{dt}{\tau_f}$  частиц, не рекомбинировавших в течение времени  $t$ . Если сложить все времена  $(-dn)t$  прорекомбинировавших частиц и разделить на начальное число избыточных носителей заряда, получится среднее время  $\langle t \rangle$  их жизни:

$$\langle t \rangle = \frac{1}{\delta n(0)} \int_0^{\infty} t(-dn) = - \int_0^{\infty} t e^{-\frac{t}{\tau_f}} \frac{dt}{\tau_f} = \tau_f \quad (1.3)$$

Уравнения (1.2) и (1.3) имеют место как для электронов, так и для дырок. При этом времена жизни  $\tau_f^n, \tau_f^p$  могут не совпадать.

Различают ВЖ в объёме ( $\tau_v$ ), которое является характеристикой материала полупроводника и определяется его чистотой, поверхностное ВЖ ( $\tau_s$ ), определяемое толщиной образца и состоянием поверхности, и измеряемое эффективное ВЖ ( $\tau_{eff}$ ) [23]. Между собой эти времена связаны уравнением:

$$\frac{1}{\tau_{eff}} = \frac{1}{\tau_v} + \frac{1}{\tau_s} \quad (1.4)$$

УЭС материала определяется количеством свободных носителей заряда, а также



параметрами самого материала. Удельная проводимость — обратная к УЭС величина, определяет зависимость между электрическим полем в полупроводнике  $E$ , и плотностью тока  $j$ , вызываемого этим полем:

$$\sigma = \frac{\vec{E}}{\vec{j}} \quad (1.5)$$

В состоянии термодинамического равновесия [14] и условиях когда  $B=0$ , и  $\nabla F = \nabla T = 0$ , плотность электрического тока определяется концентрацией носителей заряда в единичном объёме  $n$ , их зарядом  $e$ , а также их дрейфовой скоростью  $V_{др}$ :

$$\vec{j} = en \vec{V}_{др} \quad (1.6)$$

В свою очередь, дрейфовая скорость определяется характеристическим параметром материала — дрейфовой подвижностью  $\mu$ , которая численно выражает дрейфовую скорость заряженной частицы в электрическом поле единичной напряжённости:

$$\mu = \frac{\vec{V}_{др}}{\vec{E}}; \vec{V}_{др} = \mu \vec{E} \quad (1.7)$$

таким образом, можно получить [11]:

$$\sigma = \frac{\vec{j}}{\vec{E}} = \frac{en \vec{V}_{др}}{\vec{E}} = \frac{en \mu \vec{E}}{\vec{E}} = en \mu \quad (1.8)$$

Дрейфовая подвижность носителей заряда, определяется усреднённым по энергии временем релаксации:

$$\mu = \frac{e \langle \tau \rangle}{m^*} \quad (1.9)$$

Так как в полупроводнике имеются носители обоих типов в соотношении  $n \cdot p = n_i^2$ , то суммарная проводимость рассчитывается как сумма электронной и дырочной проводимостей:  $\sigma = \sigma_n + \sigma_p = en\mu_n + ep\mu_p$ , где  $\mu_n$  — электронная подвижность,  $\mu_p$  — дырочная подвижность. Удельное электросопротивление рассчитывается как величина обратная удельной электропроводности:

$$\rho = \frac{1}{\sigma} = \frac{1}{\sigma_n + \sigma_p} = \frac{1}{en\mu_n + ep\mu_p} = \frac{1}{e \left( n\mu_n + \frac{n_i^2}{n} \mu_p \right)} = \frac{1}{e \left( p\mu_p + \frac{n_i^2}{p} \mu_n \right)} \quad (1.10)$$

Для собственного полупроводника, в случае когда  $n = p = n_i$ , эта формула примет вид:

$$\begin{aligned} \frac{1}{\rho} = \sigma = \sigma_n + \sigma_p &= en_i\mu_n + en_i\mu_p = en_i \cdot (\mu_n + \mu_p) = en_i\mu_p \cdot \left( 1 + \frac{\mu_n}{\mu_p} \right) = en_i\mu_p \cdot (1+b) \Rightarrow \\ \Rightarrow \rho &= \frac{1}{en_i\mu_p(1+b)} \end{aligned} \quad (1.11)$$

где

$$b = \frac{\mu_p}{\mu_n}$$

С увеличением разницы между концентрациями  $n$  и  $p$ , например, при легировании полупроводника, величина УЭС меняется. При легировании донорной примесью, величина УЭС падает. При легировании акцепторами, сначала немного растёт (так как подвижность дырок, как правило, меньше подвижности электронов), а затем также начинает падать. Для невырожденного полупроводника в случае примесной проводимости, когда концентрация одной из примесей много больше концентрации другой, можно считать  $\rho = \frac{1}{\sigma} = \frac{1}{en\mu_n}$  для донорной

примеси, и  $\rho = \frac{1}{ep\mu_p}$  для акцепторной. В общем случае можно считать, что подвижность носителей определяется только параметрами исходного материала и температурой, то есть величина УЭС зависит исключительно от типа и концентрации свободных носителей заряда.

Очевидно, что величины ВЖ и УЭС в первую очередь определяются через количество свободных носителей заряда в полупроводнике, и потому измеряя это количество в определённых условиях можно делать вывод о значении этих величин. Информация о величинах ВЖ и УЭС важна для определения качества, области применения, а значит и стоимости готового продукта. Процесс измерения этих величин представляется весьма важным элементом производственного процесса.

## 1.2. Классические методы измерения величины УЭС

Измерение величины УЭС является важной проблемой с того момента, как производителями были разработаны способы получать чистый кремний. Важность этого параметра такова, что в стандартах имеются многочисленные способы измерения этой величины, начиная с простейших зондовых и заканчивая бесконтактными. Методы измерения УЭС полупроводниковых материалов можно разделить как это показано в табл. 1.1.

Таблица 1.1. Некоторые методы измерения УЭС полупроводниковых материалов

Контактные		Бесконтактные	
Двухзондовый метод		СВЧ метод	
Трёхзондовый метод		Резонаторный	Нерезонаторный
Четырёхзондовый метод		ВЧ метод	
С линейным расположением зондов	С зондами, расположенными по углам квадрата	На основе индуктивной связи образца с измерителем	На основе емкостной связи образца с измерителем
Однозондовый метод измерения сопротивления растекания			
Метод ртутного зонда			
Метод Ван дер Пау			

Существует довольно много вариантов измерения УЭС в полупроводниках [1, 6, 24-35]. Их можно разделить на контактные и бесконтактные. К середине 90-х годов прошлого столетия выделились 4 метода, в основном используемые в коммерческих целях. Именно они включены в систему международных стандартов методов измерений. Это контактные методы - двухзондовый метод измерения для контроля УЭС объемных материалов (используется на этапе контроля качества поликристаллического кремния), четырехзондовый метод (контроль качества объемных материалов, пластин и эпитаксиальных слоев), по сопротивлению растекания (контроль распределения примеси в диффузионных и эпитаксиальных слоях), и бесконтактный метод вихревых токов (сортеры пластин и скраба).

### 1.2.1. Двухзондовый метод

Двухзондовый метод подробно описан в стандарте SEMI MF-397 [36] и его эквиваленте — DIN 50430 [37]. Данный метод рекомендуется для приёмки материала и управления производством слитков монокристаллического кремния. Он также применим к другим полупроводниковым материалам, но ожидаемые точность и условия измерения определяются экспериментально.

Данный метод применяется для измерения сопротивления монокристаллических стержней, имеющих квадратные, прямоугольные или круглые сечения, и являющихся однородными по площади. Измеряемое сопротивление лежит в пределах между 0,0009 и 3000 Ом·см. Двухзондовый метод предназначен для исследования монокристаллического кремния n- или p-типа, имеющего такое сечение кристалла, которое может быть точно рассчитано.

Площадь поперечного сечения образца по длине должна быть постоянной (максимальное отклонение не должно превышать  $\pm 1\%$  от среднего значения [15]). Отношение длины к максимальному размеру поперечного сечения образца не должно быть менее чем 3:1 [38]. Если образец имеет форму цилиндра, то диаметр образца не должен превышать 37,5 мм, так как это — максимальный диаметр, измеряемый при помощи этого метода. Образцы должны иметь шероховатость в районе 0,4 мкм или менее. Другие поверхности тоже могут быть измерены, однако межлабораторные сличения могут показать значительное расхождение, и измерение может посчитаться недействительным.

Сущность метода следующая. Прямой ток проходит через омические контакты на торцах образца, и между двумя зондами, размещенными вдоль направления тока, определяется разность потенциалов (рис. 1.1). УЭС вычисляется из значений тока и напряжения, с учётом факторов соответствующей геометрии. Также двухзондовый метод включает в себя процедуры проверки и сборки зондов и электрических приборов измерения. Во-первых, расстояние между двумя наконечниками зонда определяется из измерений отпечатков, выполненных на полированной поверхности монокристалла. Во-вторых, точность электрических измерительных приборов проверяют с помощью аналоговой схемы, содержащей известное сопротивление вместе с резисторами, имитирующими контактное сопротивление между остриями зондов и поверхностью полупроводника. Расчёты предполагают также учёт температурного коэффициенты удельного сопротивления и нахождение его по соответствующим таблицам [8].

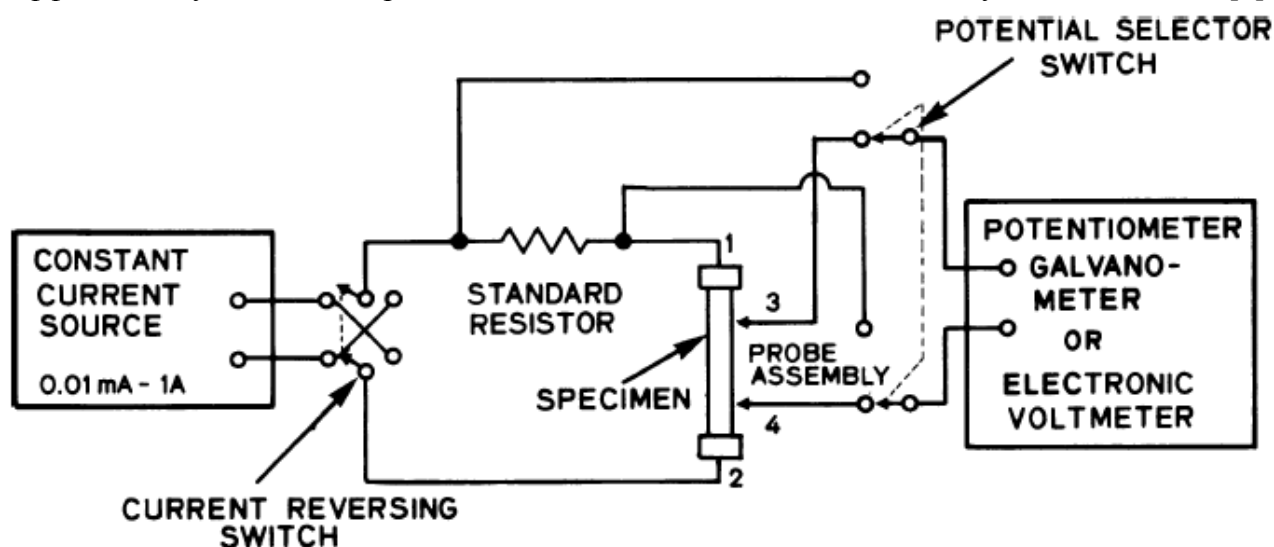


Рисунок 1.1. Рекомендованная схема измерения УЭС двухзондовым методом.

Для изготовления образцов необходимы шлифовальные машины, позволяющие достигнуть шероховатости в районе 0,4 мкм или меньше. Зонды могут быть двух форм: либо долотообразный из карбида вольфрама с размерами 3,18 на 6,35 мм, находящийся к поверхности под углом  $45^\circ$  и с радиусом кривизны наконечника приблизительно 40 мкм, либо конический заострённый из карбида вольфрама или осмия, с углом заострения от  $45^\circ$  до  $135^\circ$  и радиусом кривизны приблизительно 25-50 мкм. Зонды в прижатом состоянии должны давить на полупроводник с силой  $8 \pm 1$  Н для долотообразных зондов и  $1,75 \pm 0,25$  Н для конусообразных. Изоляция между зондами и изолированными устройства должна быть не менее  $10^8$  Ом. Расстояние между зондами должно составлять не более 10 мм для долотообразных зондов и не более 4,76 мм для конических зондов. Зонды должны быть устойчивы, так что при поднятии и повторном их опускании изменение положения зондов не должны превышать 0,5% от среднего значения межзондового расстояния. Торцы образца, через которые пропускается ток, должны быть покрыты металлическими волокнами в виде сетки или контактировать с мягкой пластиной, достаточно большой, чтобы покрывать концы образца и изготовленной из меди или

металла с эквивалентной проводимостью. Перед измерением на торцы образца должен быть нанесён омический контакт, гальваническим или любым другим методом, в том числе и с использованием серебряной краски. ASTM предполагает, что измерения могут проводиться только в диапазоне температур от  $-8^{\circ}\text{C}$  до  $32^{\circ}\text{C}$ . Сила тока в зависимости от сопротивления должна [9] составлять различные значения (табл. 1.2). Для кристаллов с диаметром больше, чем 37,5 мм, может быть необходим дополнительный расчет силы тока [39].

Таблица 1.2. Диапазон рекомендуемых токов для измерения сопротивления для стандартных значения сопротивления

УЭС, Ом·см	Плотность тока, мА/см <sup>2</sup>	
	Межзондовое расстояние 10 мм	Межзондовое расстояние 4,6 мм
0,001	100	200
0,01	20	40
0,1	10	20
1	2	4
10	1	2
100	0,2	0,4
1000	0,02	0,04

Для измерений также важна возможность поменять направление тока через образец на противоположное. Измерения предваряются определением типа проводимости методом термозонда [3], а также проверкой эквивалентной схемы, как это указано на рис. 1.2.

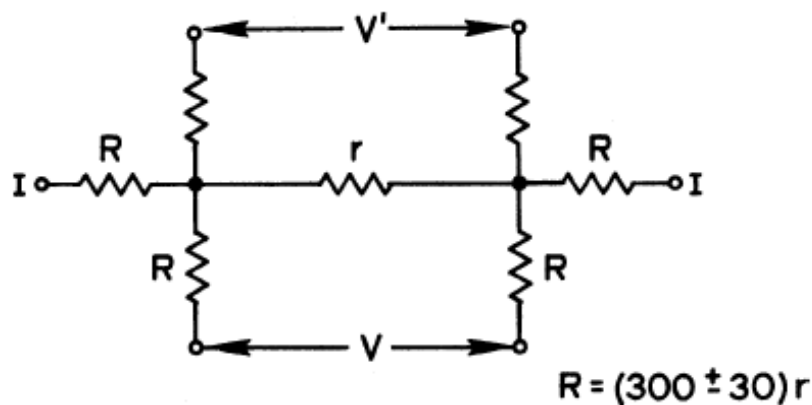


Рисунок 1.2. Измерения на эквивалентной схеме

Точность метода ограничена следующими факторами. Для измерений с межзондовым расстоянием 4,76 мм на однородных монокристаллических кремниевых слитках, межлабораторные сличения при комнатной температуре дают точность  $\pm 12\%$  для кремниевых слитков с УЭС от 0,0009 до 1500 Ом·см, и  $\pm 30\%$  (3S %) для кремния с УЭС более 3500 Ом·см. Эта точность основана на данных из трех лабораторий, которые измеряли круговые слитки.

Двухзондовый метод не предполагает, что радиальное сопротивление в кристалле может быть неоднородным. Если подобная неоднородность присутствует в кристалле, этот метод дает среднее удельное сопротивление некоторого неизвестного сечения кристалла. В таких случаях, удельное сопротивление стоит измерять на пластине, вырезанной из кристалла. При этом результат измерения на пластине не будет коррелировать с результатами измерения слитка.

### 1.2.2. Четырёхзондовый метод

Четырёхзондовый метод используется наиболее часто, описан в большом количестве отечественных [7, 40, 41] и зарубежных [24-27, 42] стандартов и считается наиболее удобным для измерения слитков и пластин, так как является практически неразрушающим и не требует нанесения металлизации, которая может испортить образец. Стандартный четырёхзондовый метод технически подтверждён всемирной организацией «Silicon Wafer Committee». Стандарт ASTM A84 [27] описывает схему измерения удельного сопротивления кремниевых пластин при помощи четырёх зондов, расположенных по одной линии. Ожидаемая точность зависит от сопротивления образца и однородности пластины. Круговые тесты подтверждают ожидаемую точность для пластин р-типа сопротивлением от 0,0008 до 2000 Ом·см и для пластин n-типа сопротивлением от 0,0008 до 6000 Ом·см. Метод предназначен для использования на монокристаллах кремния в виде круговых пластин с диаметром более 16 мм и толщиной менее 1,6 мм. Имеются геометрические поправочные коэффициенты, необходимые для таких измерений [25]. Данный метод испытаний, может быть использован в дополнение к способу определения удельного сопротивления кремниевых монокристаллов двузондовым методам и к смежному стандарту MF43 [42]. Данный метод также применим не только к монокристаллическому кремнию, однако для других материалов необходимо экспериментальное определение соответствующих условий измерения и ожидаемой точности. Также для измерения может быть использована другая геометрия образца, для которой поправочных коэффициентов не предусмотрено, но в таких случаях необходимо будет проведение дополнительных сравнительных измерений.

Из-за высокого уровня электрического поля между токозадающими зондами может произойти инжекция неосновных носителей. Если измеряемый материал обладает высоким временем жизни неосновных носителей и высоким удельным сопротивлением, такая инжекция может привести к снижению сопротивления на расстоянии нескольких сантиметров. Основная часть инжекции может быть обнаружена и минимизирована путем повторения измерений при более низком токе. Для образцов толщиной более 0,75 мм рекомендованные токи приведены в [27]. В сомнительных случаях и для более тонких образцов измерения следует проводить также на более низких токах. Если используется соответствующий ток, удвоение или уменьшение наполовину его величины не должно приводить к изменению наблюдаемого сопротивления более чем на 0,5%.

Рекомендуемая аналоговая схема измерителя (рис. 1.3) не является совершенной моделью полупроводниковой пластины с контактами на четыре металлических зонда в отношении возможности исправления возникающих эффектов. Наиболее эффективно аналоговая схема может быть использована для проверки электрических приборов на возможную ошибку во время измерения напряжения, чтобы показания с противоположных полярностей рассматривались отдельно, а не усреднялись. Таким образом, расчетное стандартное отклонение в измерении аналога повышает чувствительность к возможным ошибкам в определении напряжения.

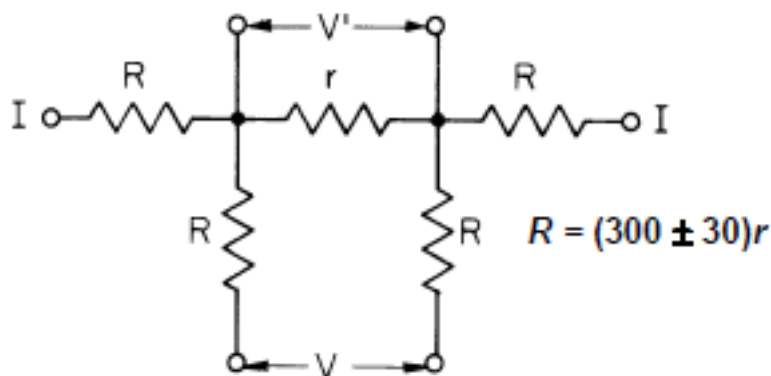


Рисунок 1.3. Эквивалентная схема для симуляции измерений четырёхзондовым методом

Сущность метода следующая. Для определения УЭС используются четыре зонда, расположенные вдоль одной линии. Постоянный ток пропускается через образец двумя внешними зондами, а с двух внутренних контактов снимается разность потенциалов. Удельное сопротивление рассчитывается из измеренного тока и разности потенциалов с использованием поправочных коэффициентов для соответствующей геометрии [27].

Образец для измерения должен быть круглым, его диаметр должен быть как минимум в десять раз больше, чем среднее межзондовое расстояние  $\bar{S}$  и колебания диаметра не должны превышать  $(D/5\bar{S})\%$  от среднего диаметра  $\bar{D}$ .

Точность метода обусловлена наличием большого количества поправочных коэффициентов, которые устраняют погрешности измерения, связанные с температурными колебаниями и изменением толщины образцов.

### 1.2.3. Измерение сопротивления растекания

Метод сопротивления растекания, иначе называемый однозондовым методом, позволяет измерять как УЭС на поверхности полупроводниковых пластин, так и профиль распределения величины УЭС (и концентрации легирующей примеси) по глубине образца. Метод обеспечивает прямое определение УЭС подложки или эпитаксиального слоя с толщиной более чем в 20 раз превышающей эффективный радиус контакта. В отличие от остальных зондовых методов [27, 30, 43], он может обеспечить боковое пространственное разрешение по УЭС порядка нескольких микрометров.

Данный метод используется для измерения УЭС кремниевых подложек известной ориентации и типа или эпитаксиальных слоёв монокристаллического кремния известной ориентации и типа, которые были осаждены на подложку того же или противоположного типа проводимости. УЭС эпитаксиальных плёнок может быть оценено без необходимых для подобных толщин поправочных коэффициентов при условии, что отношение толщины слоя к эффективному радиусу острия зонда с материалом больше 20. Данный метод считается калибровочным: УЭС данного образца определяется путём сравнения сопротивления растекания с неким калибровочным образцом. Такие калибровочные образцы должны иметь одинаковый с измеряемым образцом тип обработки поверхности, тип проводимости и ориентацию. Межлабораторные сличения показали применимость метода для измерения подложек с сопротивлениями от 0,01 до 200 Ом·см. Вне этих пределов метод также может быть использован, однако точность может быть недостаточной. Метод измерения сопротивления растекания является неразрушающими в том смысле, что образец не уничтожается при проведении оценки, не подвергается разрезанию или другой разрушительной обработке. Тем не менее, зонд может производить механические повреждения, которые могут быть вредными для прибора, изготовленного в исследованной области. Локальность измерения пропорциональна третьей степени эффективного радиуса острия зонда. Для эффективного радиуса контакта в районе 2 мкм, объем измеряемого пространства составляет около  $10^{-11}$  см<sup>3</sup>.

При измерении следует опасаться инжекции неосновных носителей во время измерения. Эксперименты показывают, что инжекция не происходит при напряжении на зонде 20 мВ или менее. Было обнаружено, что сопротивление растекания, измеренное на поверхности, подвергшейся воздействию водных растворов может быть нестабильным. Поверхности, подвергшиеся воздействию фторсодержащих растворов также могут проявлять нестабильность. Для уменьшения данных эффектов рекомендуется применять термообработку. Сопротивления растекания, измеренное в областях с механическими повреждениями может дать ошибочные результаты. При измерении эпитаксиальных слоёв с толщиной, которая менее чем в 20 раз превышает радиус острия зонда, необходимо применять поправочные коэффициенты [31].

Сущность метода состоит в следующем. Сопротивление растекания измеряется в точке

контакта зонда с поверхностью образца. УЭС материала вблизи зонда определяют по калибровочной кривой, полученной при измерении, стандартных образцов известного УЭС при тех же условиях. Сопротивление растекания может быть измерено также с использованием двух или трех зондов при использовании известных соотношений между током и напряжением. Схемы измерения сопротивления растекания при постоянном напряжении и при постоянном токе представлены на рис. 1.4 и 1.5 соответственно. В зависимости от нужд потребителя и количества зондов выбирается та или иная схема измерения.

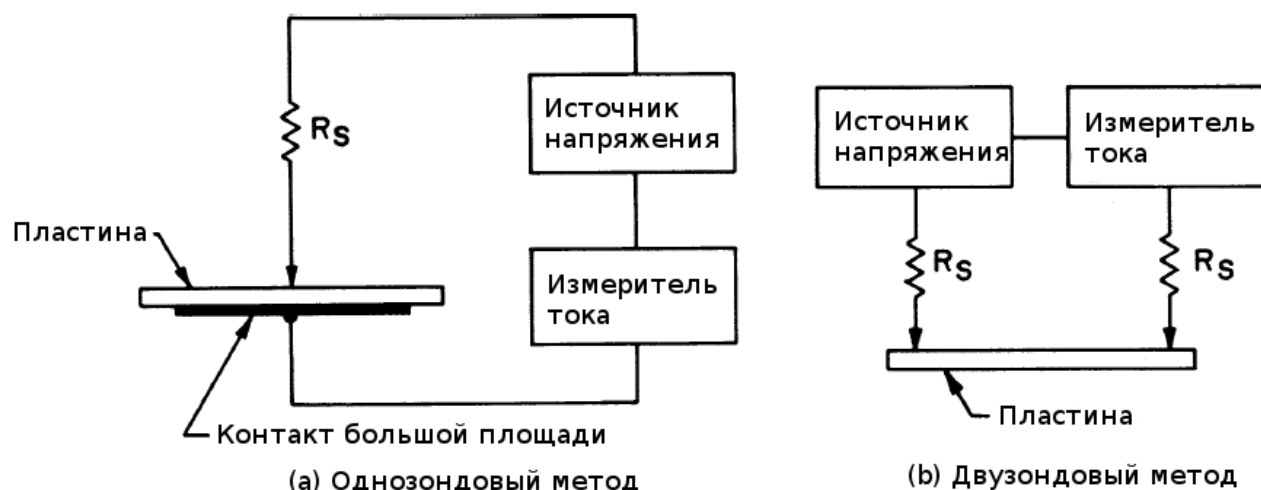


Рисунок 1.4. Схемы измерения при постоянном напряжении

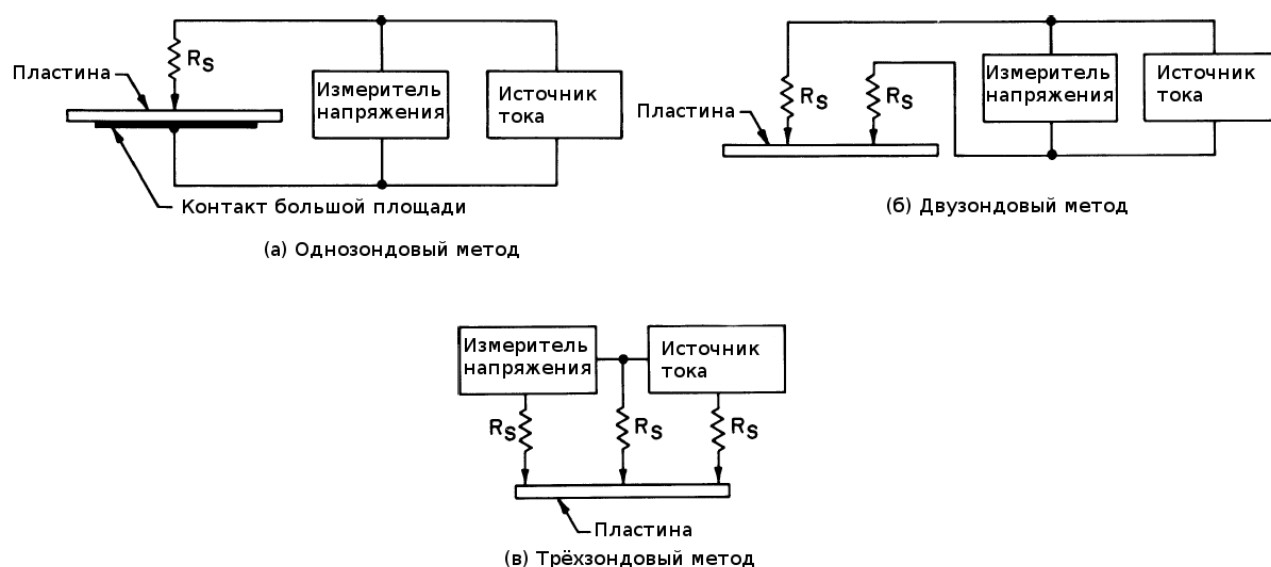


Рисунок 1.5. Схемы измерения при постоянном токе

Калибровка проводится следующим образом. Если УЭС калибровочного образца неизвестен, он измеряется при помощи четырёхзондового метода [27] при температуре  $23 \pm 3^\circ\text{C}$ . Поверхность калибровочного образца обрабатывается и очищается так же, как обработан изменяемый. Делается как минимум 20 измерений сопротивления растекания на каждом из предлагаемых образцов. Также проводятся измерения в точках, которые находятся максимально близко к центру линии из четырёх зондов, которые измеряли УЭС образца. Вычисляется среднее значение измерений, сделанных на каждом из предлагаемых образцов и вычисляют стандартное отклонение для каждого набора измерений. Если СКО составляет более 10 % от среднего, образец не стоит использовать в качестве калибровочного стандарта. Используя

значение УЭС и соответствующего сопротивления растекания для каждого образца, можно составить калибровочную кривую при помощи многочленов, сплайнов или кусочно-линейной функции. Затем при измерении по калибровочной кривой находится соответствие между величиной сопротивления растекания и величиной УЭС.

Данный метод применим также для измерения распределения профиля УЭС по толщине пластины. Такие измерения часто оказываются необходимы для изучения свойств пластин, в том числе эпитаксиальных структур и р-п-переходов. Измеряется профиль УЭС на идеально скошенных образцах. Определение угла скоса является довольно трудным процессом, потому реальная геометрия может отличаться от идеала, что усложняет измерения.

Измерения могут проводиться на образцах любой ориентации, любого типа проводимости и любого УЭС, входящего в диапазон подходящего стандарта [6]. Процедура измерения могут быть применима к широкому спектру полупроводниковых материалов, но целесообразность и точность были оценены только для кремния и германия. В отличие от других зондовых методов [27, 30, 43] однозондовый метод позволяет достичь разрешения по поверхности до нескольких микрон и по глубине — до 10 нм. Измерению поддаются р-п-переходы, эпитаксиальные плёнки, диффузные слои, ионно-имплантированные слои и всяческие их комбинации. При этом, процедура измерения является сравнительной, то есть, профиль сопротивления неизвестного образца определяется путем сравнения его сопротивления растекания с известным калибровочным стандартом, обладающим известным УЭС. Такие калибровочные стандарты должны иметь одинаковый тип подготовки поверхности, тип проводимости и ту же кристаллографическую ориентацию что и неизвестный образец. Процедура измерения является разрушающей, так как с образца необходимо снимать фаску. Перед измерением также стоит рассчитать поправочные коэффициенты на граничные эффекты. На результат также влияют межзондовый интервал (в случае если зондов больше одного), поверхность образца, минимальная длина конуса (если требуется), угол фаски, техника скашивания, способ получения калибровочной кривой, метод измерения угла конуса и шаг зонда. Известно, что для наиболее устойчивых измерений шаг зонда должен быть составлять не менее 5-10 мкм, при этом не превышая диаметр области повреждения поверхности образца из-за контакта с образцом. Если потенциал зонда превышает 20 мВ, возникает опасность инжекции неосновных носителей заряда.

Суть метода измерения заключается в следующем. Часть пластины срезается под углом. Формируется точка контакта, в которой измеряется сопротивление растекания. С некоторым шагом сопротивление растекания измеряется по всей длине скошенной поверхности. Для устранения локальных градиентов вблизи границ применяются корректирующие коэффициенты [32-34]. УЭС определяется по сравнению непосредственно измеренного сопротивления растекания с калибровочной кривой, полученной при измерении образца с известными параметрами. Из величины УЭС в каждой точке можно также определить концентрацию свободных носителей.

#### 1.2.4. Метод вихревых токов

Описанные выше методы обладают большим недостатком. Даже если они не требуют полного разрушения образца, они тем не менее являются разрушающими в том смысле, что поверхность материала нарушается, и в местах контакта с зондами образуются массивы дефектов. Измерительные зонды имеют недолгий срок службы. Сами измерительные методы обладают высокой чувствительностью к предизмерительной обработке поверхности, к материалу и геометрии образца. Этих недостатков лишены высокочастотные бесконтактные методы измерения УЭС. Стандартом ASTM [16] рекомендован бесконтактный индукционный метод, называемый также методом вихревых токов.

Метод вихревых токов применим для измерения УЭС пластин, а также поверхностного электросопротивления (ПЭ) плёнок, нанесённых на некоторые типы подложек, прошедших



калибровку. Стандарт ограничивает использование метода вихревых токов измерением кремния и арсенида галлия (GaAs), однако допускает возможность использования метода для определения параметров других материалов. Метод не чувствителен к типу проводимости (р или n), структуре (поли- или монокристалл), форме пластин (круглые или нет), однако не позволяет измерять структуры с несколькими различными проводящими слоями, а также со структурными разрывами, проходящими через точку измерения. Тонкие плёнки могут быть измерены независимо от способа получения (диффузия, эпитаксиальное осаждение или ионная имплантация), однако поверхностное сопротивление слоя должно находиться в диапазоне от 2 до 3000 Ом на квадрат. Измеряемые объёмные образцы должны иметь величину УЭС от 0,001 до 200 Ом·см и толщину от 0,1 до 1 мм. При этом не все комбинации сопротивления и толщины возможно измерить. Метод является калибровочным, то есть требует использования стандартных образцов с заранее известными параметрами, при измерении выходной сигнал сравнивается с известным и на основании сравнения делается вывод о величине УЭС материала.

Метод вихревых токов подразумевает возможность измерения двумя способами. Первый требует высокой линейности и параллельности установки образцов ( $\pm 1^\circ$ ) при широких пределах (два порядка) параметров калибровочных образцов. Второй метод предполагает близкие значения стандартных и измеряемых образцов ( $\pm 25\%$ ). Второй метод лучше подходит для автоматических систем, где все данные могут быстро корректироваться в зависимости от величины получаемых данных и температурного коэффициента.

Ход измерения первым способом следующий. Сначала требуется провести калибровку. Для этого измеряется температура окружающей среды и определяются параметры стандартного образца. Измеряемые единицы (сопротивление, УЭС, ПС или проводимость) стандартного образца переводятся в необходимые, в зависимости от параметров измеряющего устройства и потребностей. Проверяется линейность аппарата, для этого образец устанавливается между генераторами так, чтобы ось узла датчика проходила не менее чем в 1 мм от центра образца, после чего измеряются параметры каждого из пяти стандартных образцов. Если для всех образцов отклонение измеренного значения от стандартного не превышает 5% с учётом погрешности шкалы, линейность достаточна. Затем можно проводить измерения. Для этого измеряется толщина образца (и отклонения от средней толщины, если образец объёмный и легко поддаётся таким измерениям). С помощью устройства определяется сопротивление (или ПЭ) образца и пересчитывается в величину УЭС при данной температуре.

Ход измерения вторым способом следующий. После измерения температуры окружающей среды выбираются два стандартных образца с параметрами вблизи оценочной величины УЭС измеряемого образца. Расположив образцы так, чтобы ось узла датчика проходила через центр пластины, определяется значение сопротивления данных образцов и строится график зависимости измеренного значения от значения эталонного УЭС при стандартной температуре. Если образцов больше одного и они находятся в разных интервалах, может потребоваться несколько подобных графиков, которые образуют кусочно-линейную функцию. Затем измеряется искомый образец и по графику зависимости определяется величина УЭС, соответствующая данному измеренному значению.

### 1.3. Классические методы измерения величины ВЖ

Время жизни ННЗ ( $\tau$ ) — величина, обратная вероятности рекомбинации неравновесного свободного электрона (дырки) в единицу времени. В непрямозонных полупроводниках, таких как кремний и германий, основным механизмом рекомбинации является рекомбинация через глубокие центры, которые в элементарных полупроводниках чаще всего представляют из себя остаточные примеси металлов, таких как железо или медь [39, 44]. В кремнии с УЭС в пределах от 1 до 1000 Ом·см ВЖ обратно пропорционально концентрации остаточной примеси [45] и потому может считаться важнейшим параметром качества полупроводникового материала.

Изменение концентрации рекомбинационных центров может заметно повлиять на характеристики создаваемых приборов, особенно в структурах субмикронных и нанометровых размеров. Так, при изменении концентрации железа от  $10^{12} \text{ см}^{-3}$  до  $10^9 \text{ см}^{-3}$  в наиболее чистом монокристаллическом кремнии  $\tau$  изменяется от единиц до тысяч микросекунд, и это значение легко детектируется, в то время как других доступных для производства методов определения концентраций такого уровня не существует. Методы измерения времени жизни неравновесных носителей заряда в полупроводниках можно разделить как это показано в табл. 1.3.

Таблица 1.3. Некоторые методы измерения ВЖ ННЗ в полупроводниковых материалах

Модуляция проводимости за счёт подсветки (фотопроводимость, ФП) или инъекции носителей через контакт		Измерение параметров приборных структур	Измерение других физических эффектов, связанных со временем жизни
Стационарные методы	Нестационарные методы	Измерение параметров МОП структур	Измерение времени спада электро- и фотолюминисценции
Измерение диффузионной длины	Измерение спада ФП контактными и бесконтактными методами		Измерение фотоэлектромагнитного эффекта
Измерение стационарной ФП	Фазовый и частотный методы	Измерение частотных характеристик транзисторов	Измерение Рамановского рассеяния
	Измерение спада сигнала ИК поглощения		
	Модуляция проводимости в точечной контакте		

Методов измерения ВЖ в полупроводниках к настоящему времени разработано значительное количество. Обилие методов объясняется несколькими причинами. Влияние времени жизни на формирование параметров приборов весьма разнообразно. Снижение ВЖ повышает быстродействие диодов, а для улучшения эффективности работы фотоприемников (в частности, солнечных батарей) требуются иногда предельно высокие его значения. По этой причине освоение технологии какой-либо разновидности полупроводниковой структуры часто приводило к разработке специфического для данной структуры метода оценки ВЖ в исходном материале. Однако по мере углубления понимания сущности понятия времени жизни и его роли в физике и технике полупроводниковых приборов, совершенствования технологии производства приборного кремния, а также сравнительного замедления темпов роста количества новых типов структур, резко сократилась разработка новых методов измерения ВЖ. К настоящему времени промышленно изготавливается оборудование и используются в производственных целях 4 основные методики измерения ВЖ. Два метода позволяют измерять диффузионную длину – это измерение поверхностной фотоЭДС и обратного фототока (ОФТ). Два метода основаны на измерении спада фотопроводимости – контактный и бесконтактный (СВЧ). Эти методы, исключая ОФТ, включены в систему стандартов ASTM (SEMI).

#### 1.3.1. Измерение спада фотопроводимости контактным методом

Наиболее точным методом измерения ВЖ считается контактный метод измерения затухания фотопроводимости [46].

Метод предназначен для измерения массивных образцов кремния или германия. Он основан на снятии кривой спада фотопроводимости после генерации носителей световым импульсом. Если спад является экспоненциальным, время спада фотопроводимости

определяется как время (в мкс) между пиком или насыщением напряжения фотопроводимости  $\Delta V_0$  и моментом, когда напряжение фотопроводимости спадает в  $e$  раз ( $e \approx 2.71828$ ). Однако так как начальная часть кривой спада фотопроводимости часто носит не экспоненциальный характер, то она не используется при расчётах. Измерения можно проводить двумя способами. Первый заключается в импульсном освещении образца, он подходит как для монокристаллического, так и для мульткристаллического кремния. Второй заключается в однократной подсветке образца и применим исключительно для кремниевых образцов с сопротивлением более 1 Ом·см. Оба способа реализуют неразрушающий метод контроля в том смысле, что образцы после измерения не разрушаются и могут быть повторно использованы в измерении. Однако так как измерения требуют специальной формы (брусек с определёнными размерами, указанными в [46]) и обработки поверхности (шероховатая), то образцы становятся непригодными для какого бы то ни было другого использования. Пределы измерения данным методом зависят (снизу) от регистрации времени выключения освещения и (сверху) от геометрических размеров образца (см. табл. 1.4)

Таблица 1.4. Максимальное измеряемое объёмное время жизни  $\tau_b$ , мкс

Материал	15,0×2,5×2,5 мм	25,0×5,0×5,0 мм	25,0×10,0×10,0 мм
Германий р-типа	32	125	460
Германий n-типа	64	250	950
Кремний р-типа	90	350	1300
Кремний n-типа	240	1000	3800

Так как для измерения используются только образцы с заранее определённой геометрией, практически невозможно измерять время жизни на материалах, непосредственно используемых для производства. Кроме того, плотность рекомбинационных центров в кристалле может быть неравномерной. Пробы для измерения необходимо брать таким образом, чтобы гарантировать максимальную репрезентативность свойств материала.

Показано [47], что в отсутствии захвата носителей результаты измерения методом спада фотопроводимости должны давать те же результаты, что получаются при пересчёте диффузионной длины, полученном при помощи измерения распределения поверхностной фотопроводимости, также описанной в стандартах [48].

Ограничения метода следующие. При низких температурах для германия и при комнатных для кремния захват носителей может быть довольно существенным, что приводит к избытку концентрации другого типа носителей, который остаётся высоким в течение длительного времени после прекращения засветки, способствуя образованию длинного «хвоста» на кривой спада. Измерения, проведённые на данном участке кривой могут приводить к ошибочным результатам; захват носителей можно выявить увеличивая время измерения и производя измерения всё дальше и дальше по кривой спада; захват носителей в кремнии можно ограничить, нагрев образец до температуры 50° — 70°С или перенасытив образец при помощи постоянного фонового освещения; время жизни не может быть определено в том случае, если захват носителей влияет более чем на 5% от высоты кривой спада фотопроводимости (при импульсном освещении) или если кривая спада неэкспоненциальна (при однократной засветке). Результаты измерения также зависят от уровня поверхностной рекомбинации, особенно если для измерения используются небольшие образцы. При использовании рекомендуемой обработки образцов скорость поверхностной рекомбинации стремится к бесконечности. Поправки на поверхностную рекомбинацию для таких образцов приведены в стандарте [46].

Неоднородности в образце могут привести к появлению фототоков, которые искажают сигнал спада фотопроводимости, что является препятствием к использованию данного образца

в измерениях данным методом, потому определение фототоков является одним из важных этапов измерения. Помимо этого на форму кривой спада фотопроводимости могут влиять высокие режимы фотоинжекции, особенно это заметно в самом начале [49]. Это явление усиливается при использовании импульсного источника света, потому что начальная плотность инжектированных носителей менее однородна, чем после однократной засветки. Это приводит к необходимости использования дополнительных фильтров (для увеличения равномерности распределения носителей) и измерения времени жизни по тому участку кривой, который образован когда более высокие моды уже угасли. Также метод не чувствителен к носителям, появившимся вблизи концов образца, где наблюдается искривление линий тока. Рекомбинационные свойства материала сильно зависят от температуры, а различные рекомбинационные центры имеют различные характеристики, то есть, если рекомбинация происходит через несколько типов рекомбинационных центров, то спад будет состоять из двух и более экспонент с разными характерными временами. В результате общая кривая спада будет иметь не экспоненциальный вид и из измерений будет невозможно определить время жизни носителей в данном образце.

Первый способ измерения заключается в следующем. При помощи омических контактов через прямоугольный однородный монокристаллический образец со шлифованной поверхностью пропускается постоянный ток. При помощи осциллографа определяется падение напряжения на образце. В течение очень короткого времени при помощи короткого импульса света с энергией вблизи ширины запрещённой зоны в образце создаются избыточные носители. Осциллограф настраивается на ту скорость, с которой происходят пульсации света и измеряется постоянная времени спада напряжения. Если модуляция проводимости достаточно мала, наблюдаемое время спада эквивалентно времени спада фотоинжектированных носителей. Таким образом, постоянная спада напряжения равна постоянной спада концентрации избыточных носителей. Время жизни носителей определяется из этих данных с учётом поверхностных эффектов и избыточной модуляции проводимости.

Второй способ [50] заключается в следующем. Генерация носителей производится одиночным импульсом света. Для кремния длина волны светового излучения выбирается в интервале от 1,0 до 1,1 мкм. Используется низкий уровень инжекции. Испытательные образцы, которые дают результаты, имеющие неэкспоненциальный характер, считаются неподходящими для измерения. В остальном измерения проводятся аналогично первому способу.

Схема измерения представлена на рис. 1.6.

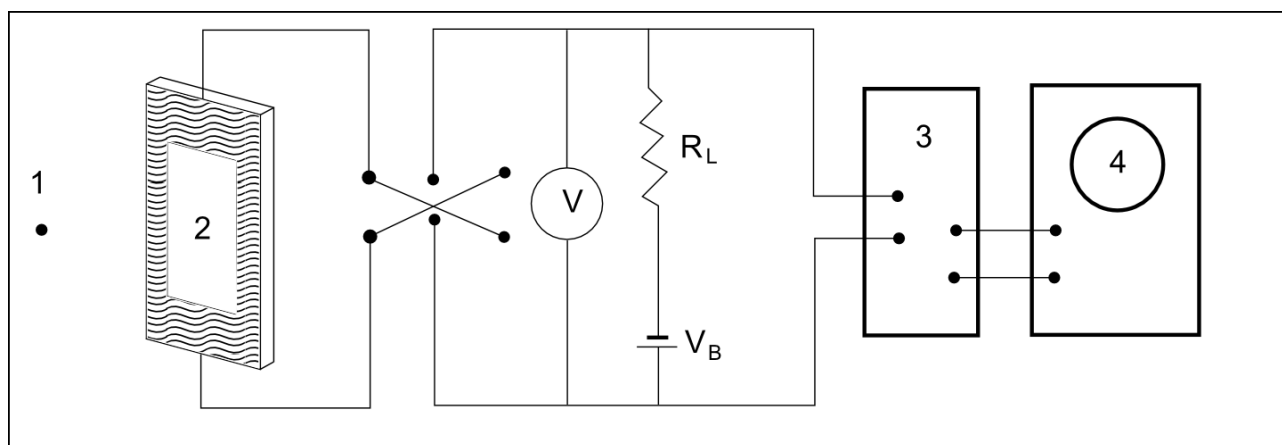


Рисунок 1.6. Схема установки для измерения времени жизни контактным методом по спаду фотопроводимости. Здесь 1 — импульсный источник света; 2 — образец под маской; 3 — усилитель, 4 — осциллограф для регистрации сигнала спада ФП.

Образец зажимается в держателе и диафрагма настраивается так, чтобы пучок света

попадал на центральную часть, как можно дальше от концов образца. Включается источник света, измеряется температура, подключается осциллограф. Желательно иметь на экране осциллографа заранее полученную экспоненциальную кривую, чтобы потом получаемую кривую спада можно было совмещать с данной и по результатам совмещения делать выводы о времени жизни. Совмещение производится как по вертикали (начальная точка спада совпадает с верхней точкой кривой), так и по горизонтали (чтобы линии находились друг к другу как можно ближе).

Если наблюдаемая кривая не является экспоненциальной, то время жизни определяется из нескольких точек в нижней части кривой: если освещена половина образца или меньшая его часть, то время жизни определяется из той части кривой, где уровень сигнала спадает более чем на 60% от максимального значения; если освещена большая часть образца, то используется часть кривой после 25% от максимального значения. В любом случае вертикальное усиление настраивается так, чтобы нужный участок совпадал с теоретической кривой, а измерения стоит провести как минимум три раза с последующим усреднением.

Ход измерения вторым способом следующий. Образец зажимается и диаграмма с маской настраиваются так, чтобы была освещена по возможности только средняя часть. На образце устанавливается напряжение 2-5 В, осциллограф настраивается так, чтобы сигнал с нескольких периодов был виден на экране. Длительность импульса настраивается таким образом, чтобы кривая достигала максимума перед самым выключением, и время между импульсами настраивается так, чтобы кривая достигала базовой линии тока до включения следующего импульса. В результате должна получиться кривая, сходная с изображённой на рис. 1.7.

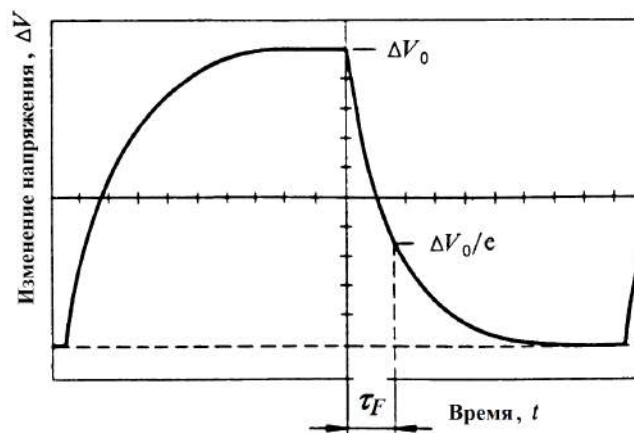


Рисунок 1.7. Осциллограмма одного периода цикла изменения напряжения в ходе измерений вторым способом.

Ожидаемая точность при измерениях первым способом составляет  $\pm 50\%$  для измерений на германии и  $\pm 135\%$  на кремнии. При измерениях вторым способом относительная неопределённость при условии низкого уровня инжекции объявлена не выше  $\pm 10\%$  [46], однако нет данных, подтверждающих это утверждение.

### 1.3.2. Бесконтактное измерение ВЖ по спаду фотопроводимости через отражение СВЧ излучения нерезонаторным методом

Данный метод основан на явлении поглощения СВЧ излучения свободными носителями заряда в полупроводнике. При увеличении концентрации носителей заряда (например, при освещении полупроводника светом с длиной волны вблизи ширины запрещённой зоны), увеличивается уровень поглощения СВЧ излучения, что приводит к уменьшению доли отражённого излучения, что можно зарегистрировать.

Бесконтактный метод измерения позволяет измерять параметры полупроводниковых пластин различных типов, при этом так как для измерения не требуется нанесения

металлического контакта, то сам метод может считаться неразрушающим и после измерения параметров образец может быть отправлен для дальнейшей обработки. Данные методы пригодны для использования в научных исследованиях и разработке, управлении технологическими процессами, а также при приёме материалов. Вместе с тем результаты, полученные этим методом испытаний, зависят от степени пассивации поверхности, поэтому при использовании этого метода необходимо также договориться о параметрах обработки поверхности.

Данный метод позволяет проводить измерения ВЖ в однородно легированных полированных пластинах кремния n- и p-типа. Предел чувствительности системы обнаружения, определяемый конструкцией, обычно находится в диапазоне 0.05-1 Ом·см. Этот метод также может быть применен к измерению ВЖ в шлифованных, сколотых или протравленных пластинах, при условии что чувствительность системы достаточна для таких сопротивлений. В данном методе спад фотопроводимости избыточных носителей, появившихся после освещения, определяется путем мониторинга микроволновой отражательной способности пластины. В условиях отсутствия поверхностных эффектов, данный метод позволяет измерять непосредственно объёмное время жизни ( $\tau_b$ ), однако так как поверхностную рекомбинацию подавить очень сложно, измерение ВЖ в большинстве случаев происходит без пассивации поверхности, кроме того на измеренное ВЖ влияет инжекция: при низких уровнях инжекции ВЖ зависит только от скорости рекомбинации неравновесных носителей заряда, но при высоких уровнях увеличивается соотношение сигнал/шум. Это значит, что данный метод позволяет измерять время жизни в «неидеальных условиях», когда работают также поверхностная рекомбинация и высокий уровень инжекции. При этом необходимо помнить о двух условиях. Первое — это то, что мода, отвечающая за первое время жизни  $\tau_1$  зависит как от поверхностных, так и от объёмных свойств материала. Второе — то, что эффективное время жизни  $\tau_e$ , определяемое как время спада в  $e$  раз, зависит от уровня инжекции и глубины проникновения излучения, а также сильно зависит от состояния поверхности, потому что сразу после инжекции неосновные носители оказываются распределены недалеко от поверхности образца. С другой стороны,  $\tau_e$  измеряется достаточно быстро, легко и имеет хорошее соотношение сигнал/шум в начальной части кривой спада. Помимо этого при высоких уровнях инжекции время жизни может определяться не только временем жизни неосновных носителей заряда, но и суммой времён жизни основных и неосновных носителей. В условиях когда влияние поверхностной рекомбинации и уровень инжекции малы,  $\tau_b = \tau_1 = \tau_e$ . Если поверхностной рекомбинацией можно пренебречь,  $\tau_b = \tau_1$ , даже если инжекция достаточно высока.

Данный метод позволяет измерять параметры образцов с ВЖ в пределах от 0,25 с до 1 мкс, при этом минимально определяемое ВЖ зависит от скорости выключения света и частоты дискретизации анализатора, а максимальное определяется геометрией образца и степенью пассивации пластины. Если ВЖ носителей таково, что диффузионная длина превышает 10% от толщины пластины, то можно гарантировать значительное влияние поверхностной рекомбинации, её можно подавить при помощи термического окисления или травления. Также метод не позволяет измерять время жизни тонких плёнок кремния: если толщина образца сравнима или меньше величины, обратной коэффициенту поглощения падающего излучения, кривая спада может быть искажена из-за пространственной зависимости генерации избыточных носителей. Помимо этого неравномерность рекомбинации на разных глубинах пластины может привести к неточному определению времени жизни, такой эффект может возникнуть из-за p-n-перехода, проходящего параллельно поверхности, или регионов с различными характеристиками рекомбинации, вроде слоёв окисла или областей с повышенной концентрацией металлических включений. Рекомбинационные характеристики материала сильно зависят от температуры, типа примесных центров, их концентрации и положения энергетического уровня такого центра в запрещённой зоне. Помимо этого высокие моды,

влияющие на спад фотопроводимости, влияют на форму кривой спада, особенно на ранних стадиях [49], чтобы устранить этот эффект, измерение скорости спада фотопроводимости проводится в нижней половине, когда высшие моды уже угасли.

Суть метода состоит в следующем. Избыточные электрон-дырочные пары локально создаются в пластине в течение очень короткого времени с помощью короткого импульса (менее 200 нс, время нарастания и спада не более 25 нс) света с энергией фотонов несколько большей, чем ширина запрещенной зоны образца со специально подобранной мощностью (влияет на уровень инжекции). После прекращения светового импульса спад фотопроводимости регистрируется посредством микроволнового отражения, а рекомбинационное ВЖ носителей определяется следующим образом: в том случае, когда желательно получить объемное ВЖ, поверхность образца обрабатывается таким образом, чтобы поверхностная рекомбинация оказывала незначительное влияние на спад проводимости; ВЖ носителей определяется из соответствующей части экспоненциальной кривой спада проводимости как время, за которое избыточная концентрация носителей спадает в  $e$  раз. При использовании узкого пучка света можно провести измерения в нескольких точках так, чтобы можно было построить карту распределения ВЖ носителей, это также может быть необходимо, если нет уверенности в том, что измеряемый образец достаточно однороден. Также можно провести измерения при различных значениях температуры и уровня инжекции, чтобы получить более подробную информацию о природе рекомбинационных центров. Возможная схема прибора для измерения времени жизни этим методом представлена на рис. 1.8.

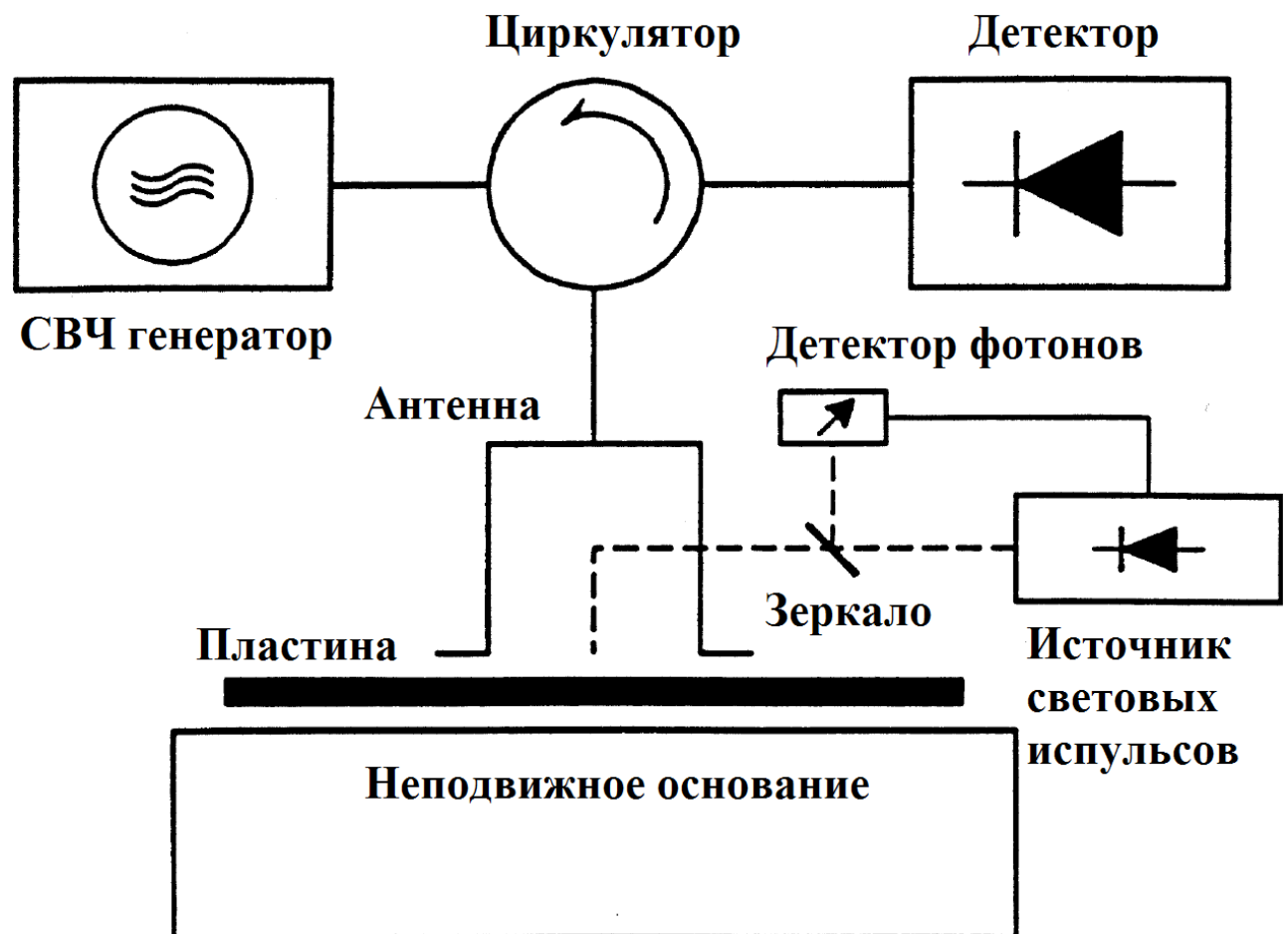


Рисунок 1.8. Схема устройства для измерения ВЖ ННЗ бесконтактным СВЧ методом по отражению СВЧ излучения

Измерение ВЖ бесконтактным методом по отражению СВЧ излучения достаточно

чувствительно к обработке образцов перед измерениями. Технология обработки поверхности описана в стандарте [10]. Так как поверхностная рекомбинация вносит свой вклад во время жизни, её необходимо рассчитать. Поверхностное ВЖ состоит из двух слагаемых: ВЖ диффузии  $\tau_{diff}$ , которое описывает диффузию носителей к поверхности, и рекомбинационное ВЖ  $\tau_{sr}$ , которое описывает рекомбинацию на поверхности. Поверхностное ВЖ может быть приблизительно вычислено [51] из следующего соотношения:

$$\tau_s = \tau_{diff} + \tau_{sr} = \frac{d^2}{\pi^2 D} + \frac{d}{2S} \quad (1.12)$$

где:  $d$  – толщина пластины, см,  
 $D$  – коэффициент диффузии,  $\text{см}^2/\text{с}$ ,  
 $S$  – скорость поверхностной рекомбинации,  $\text{см}/\text{с}$ .

Для пластин с различной толщиной расчётная зависимость времени рекомбинации электронов и дырок в зависимости от скорости поверхностной рекомбинации при различных толщинах показана на рис. 1.9.

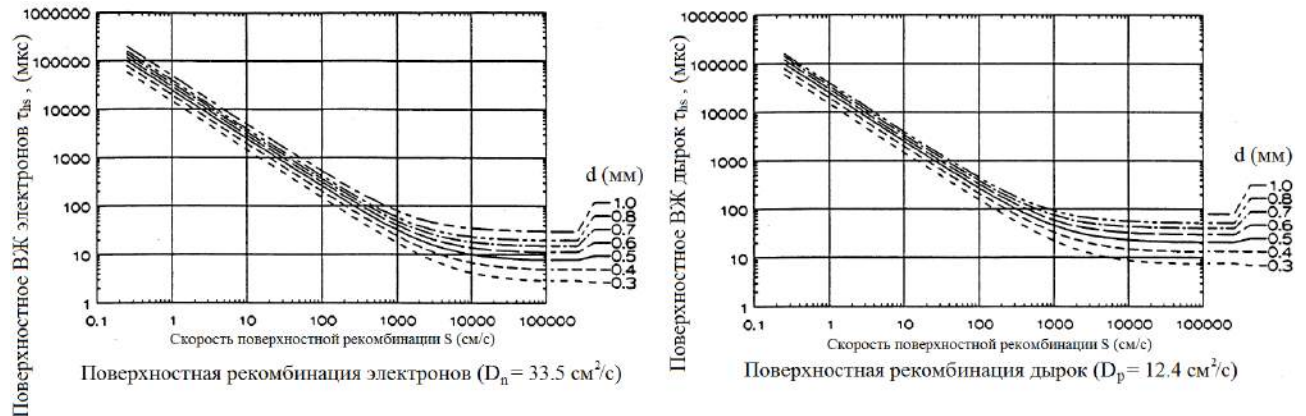


Рисунок 1.9. Поверхностное ВЖ как функция от поверхностной рекомбинации при постоянном коэффициенте диффузии при разных толщинах образца

Если поверхностное ВЖ более чем в десять раз превышает  $\tau_b$ , никакой дополнительной обработки не требуется. Если  $S$  является очень большой ( $> 10^4 \text{ см}/\text{с}$ ), избыточные носители рекомбинируют сразу при соприкосновении с поверхностью, поэтому рекомбинационное ВЖ преобладает над  $\tau_{diff}$ . Хорошо отполированная поверхность имеет скорость поверхностной рекомбинации  $\sim 10^4 \text{ см}/\text{с}$  [51], в то время как для матовой (шлифованной) поверхности скорость поверхностной рекомбинации еще больше ( $\sim 10^7 \text{ см}/\text{с}$ , то есть скорость насыщения). В таких случаях, максимальное объёмное ВЖ, которое может быть измерено с точностью до 10% в пластинах стандартной толщины составляет около 1 мкс для образцов р-типа и около 2 мкс для образцов n-типа. Несмотря на это, точное определение объёмного ВЖ на непассивированных пластинах всё-таки возможно при соблюдении двух условий: коэффициент диффузии и скорость поверхностной рекомбинации одинаковы по всей поверхности пластины, а СВЧ детектор достаточно чувствителен, чтобы чувствовать различие между ВЖ в 1%. В тех же условиях можно измерять протравленные пластины с объёмным ВЖ до 100 мкс. В любом случае, максимальное объёмное ВЖ, которое может быть точно измерено составляет около 1/10 от поверхностного ВЖ. Если объёмное ВЖ больше, чем примерно 0,1  $\tau_s$ , поверхность пластины должна быть пассивирована так, чтобы выполнялось условие  $0,1 \tau_s > \tau_b$ .

Пассивация пластин проводится с целью снизить скорость поверхностной рекомбинации до величины, при которой объёмное ВЖ уже может быть измерено, а также создать устойчивую поверхность. Для этого применяется окисление и химическая обработка. Пассивация полированных поверхностей значительно снижает скорость поверхностной рекомбинации. Так, качественный термоокисленный кремний может иметь скорость поверхностной рекомбинации



от 1,5-2,5 см/с, а обработка плавиковой кислотой может уменьшить её до 0,25 см/с [52].

Ход измерения времени жизни следующий. Определяется тип, проводимость и концентрация основных и неосновных носителей заряда, температура образца. Пластина устанавливается так, чтобы световой импульс освещал измеряемую область, включается импульсный источник света и регулируется его интенсивность таким образом, чтобы уровень инжекции находился в оптимальных пределах. Включается СВЧ генератор и регистрируется спад фотопроводимости. В том случае если кривая имеет неэкспоненциальный вид, образец считается неподходящим для измерения. ВЖ рассчитывается по кривой спада в соответствии с рекомендациями, приведёнными в [10] и на рис. 1.10. ВЖ можно определить при первом же измерении, но если соотношение сигнал/шум недостаточно высокое, рекомендуется несколько раз повторить измерение с последующим усреднением.

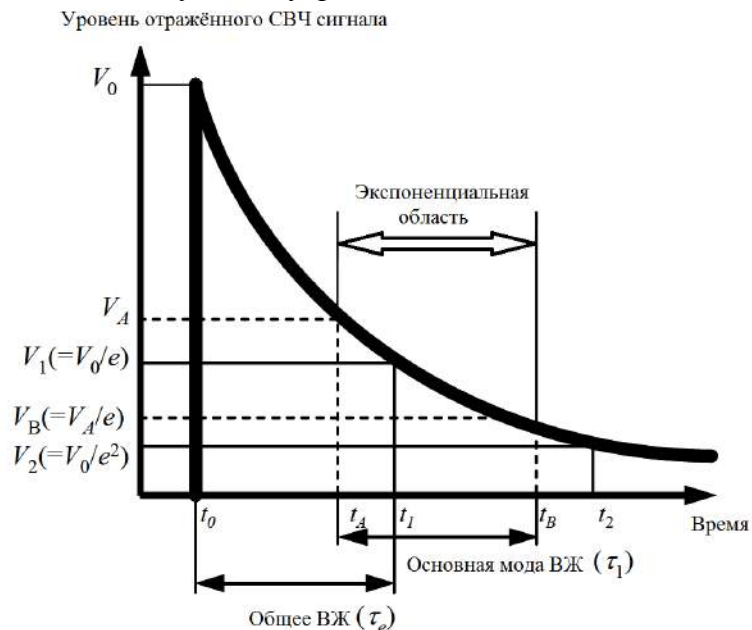


Рисунок 1.10. Типичный вид кривой спада уровня отражённого СВЧ сигнала

Если поверхность была обработана для снижения скорости поверхностной рекомбинации, ВЖ вычисляется по экспоненциальной области спада. Для этого используется та часть сигнала спада, которая находится в диапазоне от 45% до 5 % от пикового напряжения. При этом время жизни рассчитывается как время, за которое сигнал спадает в  $e$  раз относительно максимального на данном участке. Общее время жизни рассчитывается по всей кривой. Время спада для основной моды ВЖ рассчитывается как расстояние по времени между произвольными уровнями  $V_A$  и  $V_B = V_A/e$ . В частности в качестве уровня  $V_A$  может выступать уровень  $V_0/e$ , где  $V_0$  — пик.

#### 1.4. Новые материалы и накладываемые ограничения на способы измерения

В связи с развитием микроэлектроники и наноэлектроники появляются новые материалы, проявляющие полупроводниковые свойства, однако обладающие новыми качествами, позволяющими использовать их в таких условиях, в которых использование классических полупроводников было бы невозможным. Так, некоторые материалы позволяют создавать приборные структуры с микронными и субмикронными толщинами, что значительно уменьшает размер готовых приборов. При этом возникают значительные сложности, связанные с измерением параметров готовых структур. Классические зондовые технологии не позволяют проводить измерения тонких образцов, так как из-за малой толщины и, как следствие, высоких сопротивлений измеряемые токи становятся настолько малы, что их практически невозможно детектировать. Вместе с тем тонкие структуры обладают высокой чувствительностью к

состоянию поверхности, а значит соприкосновение с измеряющим зондом, нарушающее поверхность и создающее значительные массивы дефектов, способно разрушить структуру или весь прибор. В свою очередь, бесконтактный метод вихревых токов обладает весьма ограниченным диапазоном измеряемых толщин: от 0,1 до 1 мм, и не способен измерять тонкие плёнки [16]. В случае измерения параметров готовых приборных структур задача усложняется, так как границы между различными областями могут оказаться легкоразрушимы. Таким образом, для измерения параметров новых материалов, обладающих всеми качествами полупроводников, но отличающихся малой толщиной, требует использования новых бесконтактных методов измерения.

Одними из таких новых материалов являются тонкие углеродные и кремний-углеродные плёнки (КУП). КУП с химической формулой  $(\text{CH}_3)_3\text{SiO}(\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{SiO})_3\text{Si}(\text{CH}_3)_3$ , к которым часто применяется термин «алмазоподобные пленки», по своей структуре являются аморфным веществом [53]. КУП обладают рядом полезных, а во многих случаях и уникальных физических свойств. В них хорошо внедряются большие концентрации атомов металлов, образующих кластеры, при этом сохраняется аморфная структура пленки. В качестве легирующего металла (Me) выбирают один из ряда: Ti, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Zr, Nb, V, Hf, Ta, W, Re, Mo. Для многих элементов показано, что их концентрация в алмазоподобной (H:C-O-Si:H) матрице может быть доведена до десятков атомных процентов, при этом сохраняется аморфная структура пленки и ее однофазность. Как показано в [54], атомы металла, внедренные в пленку, образуют хаотически распределенные кластеры (гранулы) размером от 1 до 10 нм. В случае небольших концентраций кластеров на основе металла могут быть реализованы процессы прыжковой проводимости. Вследствие малых размеров эти частицы обладают большой зарядовой энергией, поэтому данные материалы могут представлять интерес как основа для создания новых приборов нанoeлектроники, способных работать при комнатных температурах. Однако, несмотря на большой интерес к таким структурам, до сих пор не существует общепринятого объяснения экспериментальных температурных зависимостей проводимости, в частности, о влиянии размеров включений металла и среднего расстояния между ними на электропроводность.

Как алмазоподобные материалы, КУП имеют характерные для этого класса качества. КУП обладают широким набором физико-механических свойств, благодаря которым они имеют хорошую перспективу применения в разных областях науки и техники [55]. Для них характерен широкий диапазон удельного сопротивления от  $10^{-4}$  до  $10^{14}$  Ом·см в зависимости от типа примеси и уровня легирования, высокая радиационная стойкость, высокая однородность, термостойкость в вакууме. Механические свойства кремний-углеродных пленок близки к свойствам алмазных пленок, это и высокая микротвердость, высокая температура плавления, большая износостойкость. Эти пленки имеют микротвердость порядка  $10^3$  —  $10^4$  Н/мм<sup>2</sup>. Собственный коэффициент трения пленок, нанесенных на подложки, обработанные по 14 классу, в зависимости от нагрузки и материала подложки составляет 0,003 — 0,1. Пленки имеют высокую адгезию (до 120 кг/см<sup>2</sup>) к металлам, керамикам, стеклам и термостойким пластмассам. Наличие углеводородных связей придает эластичность покрытию. Механические свойства пленок сильно зависят от содержания водорода и обычно уменьшаются при его повышении [56]. Твердость находится в диапазоне 10 — 30 ГПа. Коэффициент трения металл-пленка находится в диапазоне 0,05 — 0,15. У КУП довольно высокая химическая стойкость. Эти пленки не растворяются почти во всех органических растворителях и неорганических кислотах (травится только в плавиковой кислоте, хромпике и расплавах щелочей). Высокая химическая стойкость КУП является ограничивающим фактором, если пленку необходимо травить, создавая на ней заданный рельеф. Для этого применяют ионное травление различными газами. Термостабильность КУП гораздо ниже, чем термостабильность алмазов и алмазных пленок. Это свойство пленок является ограничивающим фактором для ряда применений, например, при механической обработке, если инструмент, покрытый пленкой, нагревается до температуры 300

— 400 °С.

Различают термостабильность алмазоподобных пленок в вакууме или нейтральной атмосфере и термостабильность на воздухе, связанную с окислением углерода. Исследования термостабильности алмазоподобных плёнок [57], содержащих 30 % дейтерия и 70 % углерода показали, что при отжиге в вакууме потеря дейтерия начиналась при 400 °С и заканчивалась полностью при 800 °С, а при отжиге на воздухе потеря дейтерия начиналась при 100 °С и полностью завершалась при 400 °С. При отжиге в вакууме в диапазоне температур 500 — 700 °С была зафиксирована [57] потеря водорода. При этом время термообработки играет существенную роль. Так в пленках, которые быстро нагревались до 500 °С, не наблюдалось потерь водорода. Структурные изменения в пленках начинаются при 350 °С, а при 450 °С структура соответствует нанокристаллическому графиту. При отжиге пленок в диапазоне 530 — 580 °С происходит переход  $sp^3 \rightarrow sp^2$ , что связано с потерей водорода при отжиге [18, 58].

Электрические свойства алмазоподобных материалов зависят от ширины запрещенной зоны  $E_g$ , которая меняется от 0,5 до 2,5 эВ. Ширина запрещенной зоны, как правило, растет при увеличении содержания водорода в пленках. Ширину запрещенной зоны можно регулировать, меняя давление газа при магнетронном распылении [56]. Так при давлении  $P = 2,5$  Па  $E_g = 0,9$  эВ; при  $P = 5$  Па  $E_g = 1,8$  эВ; при  $P = 12,5$  Па  $E_g = 2,2$  эВ. В зависимости от содержания металла, КУП могут находиться в диэлектрической ( $0 < [Me] < 0,1 \cdot [C]$ ), металлической ( $Me > 0,1 \cdot [C]$ ) формах, и в переходной фазе. Основная матрица АПП является диэлектриком, удельное сопротивление которого составляет  $10^{12} — 10^{16}$  Ом·см. Максимальная электропроводность легированных АПП лимитируется рассеянием электронов на дефектах и составляет  $(2 — 4) \cdot 10^3$  Ом<sup>-1</sup>·см<sup>-1</sup> независимо от типа легирующего металла; максимальная проводимость АПП соответствует минимальной электропроводности металлических материалов. Температурный коэффициент сопротивления составляет  $10^{-5} — 10^{-6}$  К<sup>-1</sup>. Нелегированные диэлектрические пленки выдерживают напряженность поля до  $3,0 \cdot 10^6$  В/см. Диэлектрическая проницаемость КУП меняется в пределах от 2,4 до 7,5.

КУП широко используются в качестве просветляющих защитных покрытий элементов оптических устройств. При нанесении КУП снижается износ разнообразных инструментов, так как у пленок сверхнизкий коэффициент трения. Используют пленки в качестве износостойких покрытий на сверла для стали, цветных металлов, а также в переменных резисторах, в датчиках угловых перемещений. Немаловажно применение алмазоподобных углеродных покрытий в качестве рабочего слоя дисков для магнитной записи. КУП с антистатическими свойствами могут использоваться для нанесения на магнитные головки аудио- и видеоаппаратуры. Также КУП применяются в медицине. Они используются, во-первых, в качестве покрытий для различных медицинских инструментов и вживляемых имплантантов, во-вторых, в качестве защитных покрытий твердотельных приборов. Пленки могут использоваться в системах слежения и наведения, радарх, спутниковых антеннах. Также эффективны малогабаритные керамические нагревательные элементы на основе КУП с плотностью рассеиваемой мощности до 130 Вт/см<sup>2</sup> для систем автономного отопления и устройств нагрева проточной воды. Сфера использования КУП постоянно расширяется. Серьезным ограничением при их использовании является их недостаточная термостабильность, которая затрудняет возможность использования кремний-углеродных пленок при температурах выше 200 — 400 °С. Помимо этого серьезной проблемой является сложность измерения параметром КУП, так как из-за их малой толщины зондовые измерения являются сильно разрушающими, и сопротивления, которые возможно измерить такими методами, сильно ограничены сверху из-за чрезмерно высоких токов. Однако, несмотря на указанное ограничение, эти пленки можно рассматривать как перспективный материал современной науки и техники.

КУП со структурой нанокompозита изготавливаются методом магнетронного напыления, в процессе которого на подложку состоящую из необходимого материала (в данном случае — ситалла) осаждаются атомы кремния и углерода, при этом объединяясь в алмазоподобную

структуру. Одновременно с осаждением кремний-углеродной газовой фазы происходит распыление атомов металла при помощи магнетрона. Осаждаясь на подложку, атомы металла группируются в кластеры. В [59] показано, как при помощи калибровки можно изучить влияние основных параметров напыления нанокompозитных структур на равномерность распределения их электрофизических свойств по поверхности пластины. Как было показано в [56], КУП со структурой нанокompозита носят характер гранулированного сплава металл-диэлектрик, то есть гранулированная дисперсия металла в диэлектрической среде. Внутри металлических включений имеет место металлическая проводимость, в пространстве же заполненном диэлектриком имеет место прыжковая проводимость, которую осуществляют свободные носители заряда, число которых зависит от размера и концентрации гранул металла. Одновременно с тем количество металлических наноструктурных компонент смеси сказывается на величине поверхностного электросопротивления нанокompозитных плёнок. Таким образом, измеряя количество свободных носителей заряда при помощи СВЧ метода можно вычислить значение поверхностного электросопротивления тонких кремний-углеродных плёнок со структурой нанокompозита.

Другим классом новых материалов, которые могут использоваться в микро- и нанoeлектронике, являются гетероструктуры AlGaIn/GaN. Как показано в ряде работ [60-63], в структуре AlGaIn/GaN на границе перехода образуется двумерный электронный газ (ДЭГ). Его источником являются, помимо разрыва зон, постоянно действующее электрическое поле, возникающее из-за неэкранированного поляризационного диполя. Источником электронов в двумерном газе являются поверхностные доноро-подобные состояния барьерного слоя, которые нейтральны, когда они заняты электронами, и положительны, когда пусты из-за перехода электронов в GaN. Спонтанная и пьезоэлектрическая поляризация может уменьшать среднюю работу выхода электронов из барьерного слоя, что приводит к значительному изгибу зон и переходу части инжектированных электронов выше уровня Ферми в зону проводимости GaN с образованием эффективной квантовой ямы. В AlGaIn формируется положительно заряженный слой, а в GaN вблизи границы раздела - электронный газ.

Схема гетероструктуры AlGaIn/GaN показана на рис. 1.11.

$\text{Al}_{0,27}\text{Ga}_{0,73}\text{N}$ 25 нм
AlN 1 нм
$\text{Al}_{0,1}\text{Ga}_{0,9}\text{N}$ 10 нм
AlN 1 нм
GaN 500 нм
$\text{Al}_{0,3}\text{Ga}_{0,7}\text{N} \rightarrow \text{Al}_{0,1}\text{Ga}_{0,9}\text{N}$ 70 нм
$\text{Al}_{0,3}\text{Ga}_{0,7}\text{N}$ 280 нм
$\text{AlN} \rightarrow \text{Al}_{0,3}\text{Ga}_{0,7}\text{N}(\text{grad})$ 150 нм
AlN 43 нм
подложка

Рисунок 1.11. Схема гетероструктуры AlGaIn/GaN

Подобные гетероструктуры могут быть использованы при создании MOSFET. Однако подвижность ДЭГ зависит прежде всего от толщины слоя над ДЭГ. Чем меньше толщина слоя, отделяющего ДЭГ от поверхности, тем сильнее рассеяние на заряженных центрах. Таким образом, для получения необходимых параметров необходимо иметь возможность измерения свойств таких структур. Измерение зондовыми методами связано со значительными

трудностями, как из-за малой толщины и чувствительности поверхности к возникающим в месте контакта с зондом дефектам, так и из-за искривления зон, что значительно повышает переходные сопротивления.

1.5. Недостатки контактных методов измерения электрофизических параметров полупроводниковых материалов (постановка задачи диссертации).

УЭС и ВЖ ННЗ в полупроводниковых материалах являются наиболее важными характеристиками, отражёнными в марке и влияющими на область применения, качество материала и итоговую стоимость. Измерять эти параметры необходимо на любом предприятии, занимающемся производством полупроводниковых материалов или приборов на их основе. Методы измерения электрофизических параметров полупроводниковых материалов можно разделить как это показано в табл. 1.1 и 1.3 для измерителей УЭС и ВЖ соответственно.

При уменьшении размеров измеряемых образцов возникает необходимость в аппаратуре, которая при измерении вносит в образец минимальное количество дефектов и загрязнений. Контактные методы по определению не удовлетворяют этим условиям: при нанесении контактных площадок измеряемые образцы, как правило, становятся непригодными для дальнейшего использования в производственном цикле, а в местах контакта зондов с поверхностью полупроводника образуются значительные массивы дефектов, особенно влияющих на параметры тонких плёнок. Кроме того, при уменьшении толщины измеряемых образцов увеличивается влияние переходных явлений в точке контакта зондов с полупроводником, а сопротивление образца при том же удельном значении значительно вырастает. Так, поверхностное электросопротивление плёнки толщиной 1 мкм при УЭС равном 1 Ом·см составит уже  $10^4$  Ом на квадрат. Таким образом, уменьшение толщин измеряемых структур приводит к необходимости использования бесконтактных методов, таких как ВЧ и СВЧ. При этом так как ВЧ метод, основанный на генерации вихревых токов, не позволяет измерять параметры образцов с толщиной менее 0,1 мм, одним из основных методов измерения УЭС образцов с микронными толщинами остаётся бесконтактный СВЧ метод.

Помимо этого, постоянно появляются новые классы структур, которые проявляют полупроводниковые свойства, но обладают рядом характеристик, превосходящих классические полупроводниковые структуры. Такими структурами являются, например, кремний-углеродные нанокompозитные плёнки и гетероструктуры AlGaIn/GaN. Так как толщины подобных структур достаточно малы (в пределах микрон), то измерение их контактными методиками серьёзно затруднено. При этом единственный описанный в стандартах ASTM бесконтактный ВЧ метод измерения УЭС, основанный на измерении вихревых токов, не чувствителен к образцам подобных толщин. Таким образом, бесконтактный СВЧ метод становится единственным возможным методом для измерения характеристик подобных структур.

Скорость измерения бесконтактными методами существенно превышает скорость измерения при помощи зондовых технологий. При этом благодаря тому, что СВЧ метод позволяет производить одновременные измерения величин УЭС и ВЖ, процесс исследования свойств материалов может быть значительно ускорен. Есть возможность увеличить точность позиционирования, унифицировать процессы создания измерительной аппаратуры. Вместе с тем, по соотношению УЭС и ВЖ в различных точках образца можно говорить о равномерности распределения электрофизических свойств по поверхности и о возможных типах глубоких примесей, являющихся рекомбинационными центрами. Однако при измерении УЭС и ВЖ в одной и той же точке на разных установках неизбежно возникают проблемы с точностью позиционирования, а также с нарушением поверхности при измерении контактными методами. Увеличивается время измерения и падает точность. Аппаратура, реализующая бесконтактный метод измерения, позволила бы решить указанные выше проблемы за счет того, что измерения проводятся одновременно в одной и той же области, ограниченной размерами чувствительной

области детектора.

Таким образом, разработка аппаратуры, реализующей измерения УЭС и ВЖ бесконтактным СВЧ методом, является актуальной и практически значимой задачей.

## Глава 2. Компьютерное моделирование процессов рекомбинации ННЗ

### 2.1. Решение уравнения непрерывности

Известно, что наиболее важным вопросом для всех методов измерения ВЖ является оценка степени влияния поверхностной рекомбинации на результат измерений. Поверхностная рекомбинация ( $S$ ) главным образом зависит от состояния поверхности [51, 64]. В общем случае решение уравнения непрерывности, описывающее спад избыточной концентрации после выключения освещения образца, представляет собой набор гармоник [13, 38]:

$$\Delta n(x, y, z, t) = \sum_{ijk} \Delta n_{ijk} = \sum_{ijk} G_{ijk} \cos\left(\frac{\xi_i x}{a}\right) \cos\left(\frac{\eta_j y}{b}\right) \cos\left(\frac{\zeta_k z}{w}\right) \exp\left\{-t\left[\frac{1}{\tau_v} + v_{ijk}\right]\right\} \quad (2.1)$$

где:  $a, b, w$  – половина толщины, ширины и высоты измеряемого образца соответственно,

$G_{ijk}$  – амплитуда гармоники  $ijk$ , спадающей экспоненциально с характерным временем  $\tau_{ijk}$ .

$$\frac{1}{\tau_{ijk}} = \frac{1}{\tau_v} + v_{ijk} \quad (2.2)$$

где:  $\tau_v$  – объёмное время жизни,

$v_{ijk}$  – параметр, описывающий характерные времена спада, связанные с поверхностной рекомбинацией:

$$v_{ijk} = D_n \left( \frac{\xi_i^2}{a^2} + \frac{\eta_j^2}{b^2} + \frac{\zeta_k^2}{w^2} \right) \quad (2.3)$$

Найти коэффициенты  $\xi, \eta$  и  $\zeta$  можно задав поверхность образца в качестве граничных условий. Тогда

$$\begin{aligned} D_n \frac{d \Delta n}{dx} &= \pm S \Delta n(x), \text{ при } x = \pm a \\ D_n \frac{d \Delta n}{dy} &= \pm S \Delta n(y), \text{ при } y = \pm b \\ D_n \frac{d \Delta n}{dz} &= \pm S \Delta n(z), \text{ при } z = \pm w \end{aligned} \quad (2.4)$$

С учётом (2.4) получаются следующие трансцендентные уравнения:

$$\begin{aligned} \frac{D_n}{aS} \xi_i &= \operatorname{ctg} \xi_i \\ \frac{D_n}{bS} \eta_j &= \operatorname{ctg} \eta_j \\ \frac{D_n}{wS} \zeta_k &= \operatorname{ctg} \zeta_k \end{aligned} \quad (2.5)$$

Эти уравнения (см. рис. 2.1) имеют первое решение  $\xi_i, \eta_j$  и  $\zeta_k$  в интервале  $(0, \pi/2)$ , второе — в интервале  $(\pi, 3\pi/2)$  и так далее. При этом  $\xi_1 = \eta_1 = \zeta_1 = 0$  при  $S \rightarrow 0$  и  $\xi_1 = \eta_1 = \zeta_1 = \pi/2$  при  $S \rightarrow \infty$ . Это значит, что основная гармоника  $\Delta n^{(1)}$  соответствует наименьшим значениям  $\xi_1, \eta_1, \zeta_1$  и характеризуется максимальным временем спада избыточной концентрации, а значит является наиболее «медленной» из всего ряда экспонент.

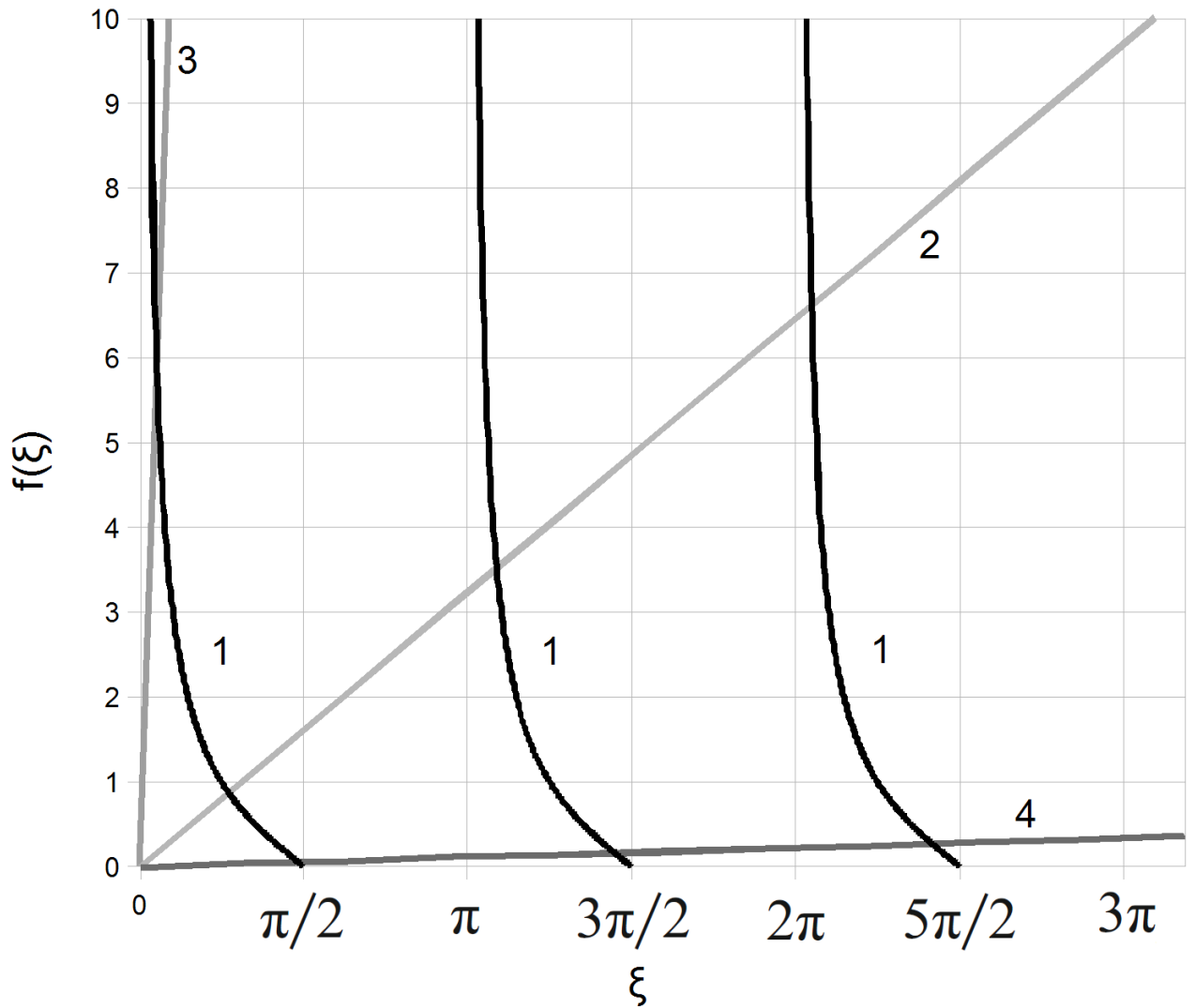


Рисунок 2.1. Графическое решение трансцендентных уравнений (2.5) как нахождения точки пересечения кривой  $f=\text{ctg}(\xi)$  и прямых  $f=D_n\xi/aS$  при разных  $aS$ . Здесь 1 –  $f(\xi) = \text{ctg}(\xi)$ ; 2 –  $f(\xi) = D\xi/aS$ ; 3 –  $f(\xi) = D\xi/aS$ , при  $aS \rightarrow 0$ ; 4 –  $f(\xi) = D\xi/aS$ , при  $aS \rightarrow \infty$ .

По мере восстановления термодинамического равновесия основная гармоника спада  $v_{111}$  начинает преобладать над остальными, более «быстрыми» гармониками, так как она характеризуется наибольшей постоянной времени. Интервал времени, по истечении которого величина  $(1/\tau_n + v_{ijk})$  становится достаточно близкой к  $(1/\tau_n + v_{111})$ , зависит от соотношения амплитуд гармоник  $G_{ijk}$ . На практике используют два точных решения уравнений (2.5) в первом квадранте:

- случай «бесконечной скорости рекомбинации» [22, 65], когда  $S \rightarrow \infty$ , для пластин у которых  $a = b \gg w$  и  $d = 2w$  (прямая 4 на рис. 2.1.)

$$\frac{1}{\tau_{eff}} = \frac{1}{\tau_v} + \frac{\pi^2 D}{d^2} \quad (2.6)$$

- тонкие пластины [15], у которых  $w \rightarrow 0$ , а значит  $\text{tg} \zeta = \zeta$  (прямая 3 на рис. 2.1.)

$$\frac{1}{\tau_{eff}} = \frac{1}{\tau_v} + \frac{2S}{d} \quad (2.7)$$

При этом численные расчёты [66-68] показывают, что при увеличении толщины образца растёт амплитуда короткоживущих гармоник и максимальное время жизни (2.6) достигается на участке релаксационной кривой, недоступном для экспериментальных оценок (менее 1%



остаточной интенсивности). С другой стороны, на относительно тонких образцах решение (2.5) даст значения  $\zeta$  несколько меньше чем  $\pi/2$ , что приводит к большим значениям эффективного времени  $\tau$ , как следствие, определяемого объёмного времени.

Из рис. 2.1 хорошо видно, что эти два случая принципиально различаются по составу «быстрых» экспонент. В случае тонких пластин второе решение (2.5) практически недостижимо и релаксационная кривая моноэкспоненциальна. В том случае если произведение  $(aS)$  достаточно велико, можно ожидать большего вклада «быстрых» экспонент в релаксационную кривую.

## 2.2. Компьютерное моделирование процесса рекомбинации НЗ

Для наиболее важной для практики конфигурации — пластины МК (толщина пластины  $d = 2a$  много меньше диаметра) можно ограничиться одномерным представлением распределения концентрации. Такая модель применима при однородной засветке всей поверхности пластины или по крайней мере области, многократно превышающей диффузионную длину неосновных носителей заряда в материале. Вид релаксационной кривой будет определяться соотношением толщины образца, обратного коэффициента поглощения света, создающего избыточную концентрацию НЗ, и диффузионной длины неосновных носителей заряда в материале.

В полупроводнике происходят два взаимобратных процесса: генерация и рекомбинация свободных носителей заряда (НЗ). Этот процесс описывается уравнением непрерывности:

$$\begin{aligned}\frac{\partial p_n}{\partial t} &= G_p - R_p - \frac{1}{q} \operatorname{div}(J_p) \quad \text{для полупроводника n-типа,} \\ \frac{\partial n_p}{\partial t} &= G_n - R_n - \frac{1}{q} \operatorname{div}(J_n) \quad \text{для полупроводника p-типа,}\end{aligned}\quad (2.8)$$

где:  $G$  – генерационная составляющая,  
 $R$  – рекомбинационная составляющая,  
 $J$  – ток, включающий диффузионную и дрейфовую составляющую;  
 $q$  – заряд электрона.

Ток неосновных НЗ  $J$  можно разложить на дрейфовую и диффузионную составляющие:

$$J_p = -q D_p \Delta p + q \mu_p p E \quad \text{для полупроводника n-типа,} \quad (2.9)$$

где:  $D_p$  – коэффициент диффузии дырок,  
 $\mu_p$  – дрейфовая подвижность дырок,  
 $E$  – напряжённость электрического поля.

Если влиянием поля можно пренебречь (в отсутствии внешних источников), то уравнение непрерывности принимает вид:

$$\frac{\partial p_n}{\partial t} = G_p - R_p + D_p \nabla^2 p \quad (2.10)$$

Если концентрация неосновных НЗ остаётся неизменной, то левая часть превращается в ноль. Такое состояние называется стационарным. В таком случае уравнение (2.10) принимает вид:

$$G_p - R_p + D_p \nabla^2 p = 0 \quad (2.11)$$

Генерация определяется внешними факторами, а скорость рекомбинации и диффузионная составляющая тока определяются параметрами материала и концентрации НЗ [69]. Если при отсутствии тока изменяется скорость генерации (например, при освещении поверхности полупроводника излучением с длиной волны вблизи уровня запрещённой зоны), то равновесие

нарушается и левая часть уравнения (2.10) становится больше нуля, тем самым увеличивается концентрация неосновных НЗ. Вместе с этим растёт скорость рекомбинации, в то время как скорость генерации при неизменном уровне освещённости остаётся постоянным. В тот момент когда скорость рекомбинации сравняется со скоростью генерации, рост концентрации свободных НЗ прекратится, и система придёт в стационарное состояние. Если процесс генерации замедлить, убрав внешнее освещение, рекомбинация превысит генерацию, из-за чего концентрация неосновных НЗ начнёт снижаться, соответственно левая часть уравнения (2.10) станет меньше нуля. С падением концентрации замедляется темп рекомбинация и в тот момент когда скорости генерации и рекомбинации сравняются, снова наступит стационарное состояние. Изменение скорости рекомбинации определяется избыточной концентрацией неосновных НЗ, возникших вследствие генерации. Их количество определяется как:

$$\Delta p = p_n - p_{n0} \quad (2.12)$$

где:  $p_n$  – неравновесная концентрация неосновных НЗ,  
 $p_{n0}$  – равновесная концентрация неосновных НЗ.

При оптической генерации для одномерного случая с использованием статистики Шокли-Рида-Холла [70] уравнение непрерывности принимает вид:

$$\frac{\partial \Delta p}{\partial t} = G_p - \frac{\Delta p}{\tau_p} + D_p \frac{\partial^2 \Delta p}{\partial x^2} \quad (2.13)$$

В качестве граничных условий выбираются условия вблизи поверхности, обоснованные скоростью поверхностной рекомбинации  $S$ :

$$D_p \frac{d \Delta p}{d x} = \pm S \cdot \Delta p \quad (2.14)$$

В стационарных условиях (при постоянном уровне освещённости) уравнение (2.13) принимает следующий вид:

$$G_p - \frac{\Delta p}{\tau_p} + D_p \frac{\partial^2 \Delta p}{\partial x^2} = 0 \quad (2.15)$$

Дифференциальное уравнение (2.15) можно решать численным методом, который основан на аппроксимации бесконечно малых дифференциалов конечными разностями в определённой точке пространства. Для этого вся область моделирования разбивается на  $n$  участков, в каждом  $i$  из которых уравнение (2.15) можно представить в виде:

$$G_p - \frac{\Delta p_i}{\tau_p} + D_p \frac{\Delta p_{i+1} - 2 \Delta p_i + \Delta p_{i-1}}{\Delta x^2} = 0 \quad (2.16)$$

Это уравнение можно преобразовать как:

$$\Delta p_{i+1} - \left( 2 + \frac{D_p \cdot \Delta x^2}{\tau_p} \right) \Delta p_i + \Delta p_{i-1} = - \frac{G_p \cdot \Delta x^2}{D_p} \quad (2.17)$$

В разностной форме уравнение непрерывности представляет собой систему уравнений с трёхдиагональными матрицами коэффициентов. Решение уравнения (2.17) можно представить как решение системы уравнений

$$b_i x_{i-1} + c_i x_i + d_i x_{i+1} = r_i \quad (2.18)$$

где:  $i = 1, 2, 3 \dots$

$$b_1 = 0$$

$$d_n = 0.$$

Эту систему можно представить в следующем матричном виде:

$$\begin{bmatrix} c_1 & d_1 & 0 & 0 & \dots & 0 & 0 & 0 \\ b_2 & c_2 & d_2 & 0 & \dots & 0 & 0 & 0 \\ 0 & b_3 & c_3 & d_3 & \dots & 0 & 0 & 0 \\ \vdots & \vdots & \vdots & \vdots & \ddots & \vdots & \vdots & \vdots \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \dots & c_{n-2} & d_{n-2} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \dots & b_{n-1} & c_{n-1} & d_{n-1} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \dots & 0 & b_n & c_n \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \\ \dots \\ x_{n-2} \\ x_{n-1} \\ x_n \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} r_1 \\ r_2 \\ r_3 \\ \dots \\ r_{n-2} \\ r_{n-1} \\ r_n \end{bmatrix} \quad (2.19)$$

Решение системы ищется в виде рекуррентной формулы:

$$x_i = \delta_i x_{i+1} + \lambda_i \quad (2.20)$$

С учётом этого уравнение второго порядка (2.18) сводится к уравнениям первого порядка:

$$\delta_i = \frac{-d_i}{c_i + b_i \delta_{i-1}}, \quad \lambda_i = \frac{r_i - b_i \lambda_{i-1}}{c_i + b_i \delta_{i-1}} \quad (2.21)$$

С граничными условиями:

$$\delta_1 = \frac{-d_1}{c_1}, \quad \lambda_1 = \frac{r_1}{c_1}, \quad x_n = \lambda_n = \frac{r_n - b_n \lambda_{n-1}}{c_n + b_n \delta_{n-1}} \quad (2.22)$$

Решаются уравнения такого типа при помощи метода прогонки. Сначала определяются прогоночные коэффициенты  $\delta_i$  и  $\lambda_i$  в соответствии с уравнениями (2.21), затем с их помощью определяются коэффициенты  $x_i$ . Прогонка считается корректной и устойчивой при условии  $|c_i| > |b_i| + |d_i|$ . Кроме того, при работе с прогонкой следует следить за тем, чтобы не возникало случаев деления на ноль или погрешность не росла слишком быстро.

Сравнивая (2.21) и (2.18), можно определить коэффициенты:

$$b_i = 1, \quad d_i = 1, \quad c_i = -\left(2 + \frac{D_p \cdot \Delta x^2}{\tau_p}\right), \quad r_i = -\frac{G_p \cdot \Delta x^2}{D_p} \quad (2.23)$$

С учётом граничных условий можно определить крайние коэффициенты:

$$\begin{aligned} b_1 = 0, \quad c_1 = 1, \quad d_1 = -\frac{1}{S \cdot \frac{\Delta x}{D_p} + 1}, \quad r_1 = -G_p \cdot \frac{\Delta x^2}{D_p} + \Delta p_1 \cdot \frac{\Delta x^2}{D_p \tau_p}, \\ b_n = \frac{1}{S \cdot \frac{\Delta x}{D_p} + 1}, \quad c_n = 1, \quad d_n = 0, \quad r_n = -G_p \cdot \frac{\Delta x^2}{D_p \tau_p} + \Delta p_n \cdot \frac{\Delta x^2}{D_p \tau_p} \end{aligned} \quad (2.24)$$

Программа, реализующая решение уравнения непрерывности методом прогонки описана в [71].

### 2.3. Анализ полученных данных

Для подтверждения работоспособности программы моделирования необходимо провести следующие исследования:

- определить, согласуются ли результаты моделирования с результатами теоретических исследований, проведённых ранее;
- определить границы применимости методов моделирования;
- определить, согласуются ли результаты моделирования с результатами измерений реальных материалов.

Для решения первой проблемы была проведена серия моделирований при различных начальных условиях. В частности, менялась толщина  $d$  образца, внутри которого моделировался спад фотопроводимости, менялась величина объёмного времени жизни  $\tau_v$ , которое является характеристикой материала и не зависит от обработки, и менялась величина скорости поверхностной рекомбинации  $S$ , определяемая способом обработки поверхности и во многом

определяющая поверхностное время жизни.  $S$  менялась в пределах от 1 см/с (минимальные значения на пассивированной поверхности) до 50 000 см/с (шлифованная поверхность).  $\tau_v$  менялась от 1 мкс до 1000 мкс. Диффузионная длина, соответствующая таким временам жизни в образце n-типа рассчитывалась по формуле:

$$l_n = \sqrt{D_p \tau_v} \quad (2.25)$$

где:  $D_p$  – коэффициент диффузии дырок, в кремнии равный 12 см<sup>2</sup>/с.

При изменении  $\tau_v$  от 1 до 1000 мкс,  $l_n$  меняется в пределах от 60 до 1100 мкм. В ходе моделирования изучались образцы с толщинами от  $0,1 \cdot l_n$  до  $30 \cdot l_n$ .

В работе [51] на основе анализа точных решений уравнений (2.5) был сделан вывод, что максимальное поверхностное время жизни  $\tau_s$  можно оценить по сумме поверхностных времён из выражений для известных приближений (2.6) и (2.7):

$$\tau_s = \tau_{s1} + \tau_{s2} = \frac{d}{2S} + \frac{d^2}{\pi^2 D} \quad (2.26)$$

из чего при помощи формулы (1.4) получается следующее:

$$\frac{1}{\tau_{eff}} = \frac{1}{\tau_v} + \left( \frac{d}{2S} + \frac{d^2}{\pi^2 D} \right)^{-1} \quad (2.27)$$

Таким образом для всех образцов из выбранного диапазона можно также рассчитать значения  $\tau_s$  и пересчитать в теоретическое эффективное ВЖ по формуле (1.4). Результаты моделирования для  $\tau_v = 30$  мкс представлены на рис. 2.2-2.7 и в табл. 2.1-2.6. На рисунке представлены зависимости эффективного ВЖ полученного методом математического моделирования «ASTM», эффективного ВЖ полученного по формуле (2.27) « $\tau_{eff2}$ » и эффективного ВЖ полученного по формуле (2.6) без учёта поверхностной рекомбинации « $\tau_{eff1}$ ». Последнее необходимо для того чтобы оценить погрешность определения ВЖ на образцах с неизвестной  $S$ . Также на рисунке отмечено объёмное ВЖ, постоянное для всех  $S$  и  $d$ , этот уровень показывает значение, к которому стремится  $\tau_{eff}$  при увеличении толщины. В таблицах показаны значения полученные методом математического моделирования и отклонение этого значения от полученного при расчёте для разных толщин и времён жизни по формуле (2.27). Расчёты приведены для образцов n-типа,  $D_p = 12$  см<sup>2</sup>/с,  $\alpha = 12,38$  см<sup>-1</sup> (средняя длина пробега фотонов до поглощения порядка 800 мкм).

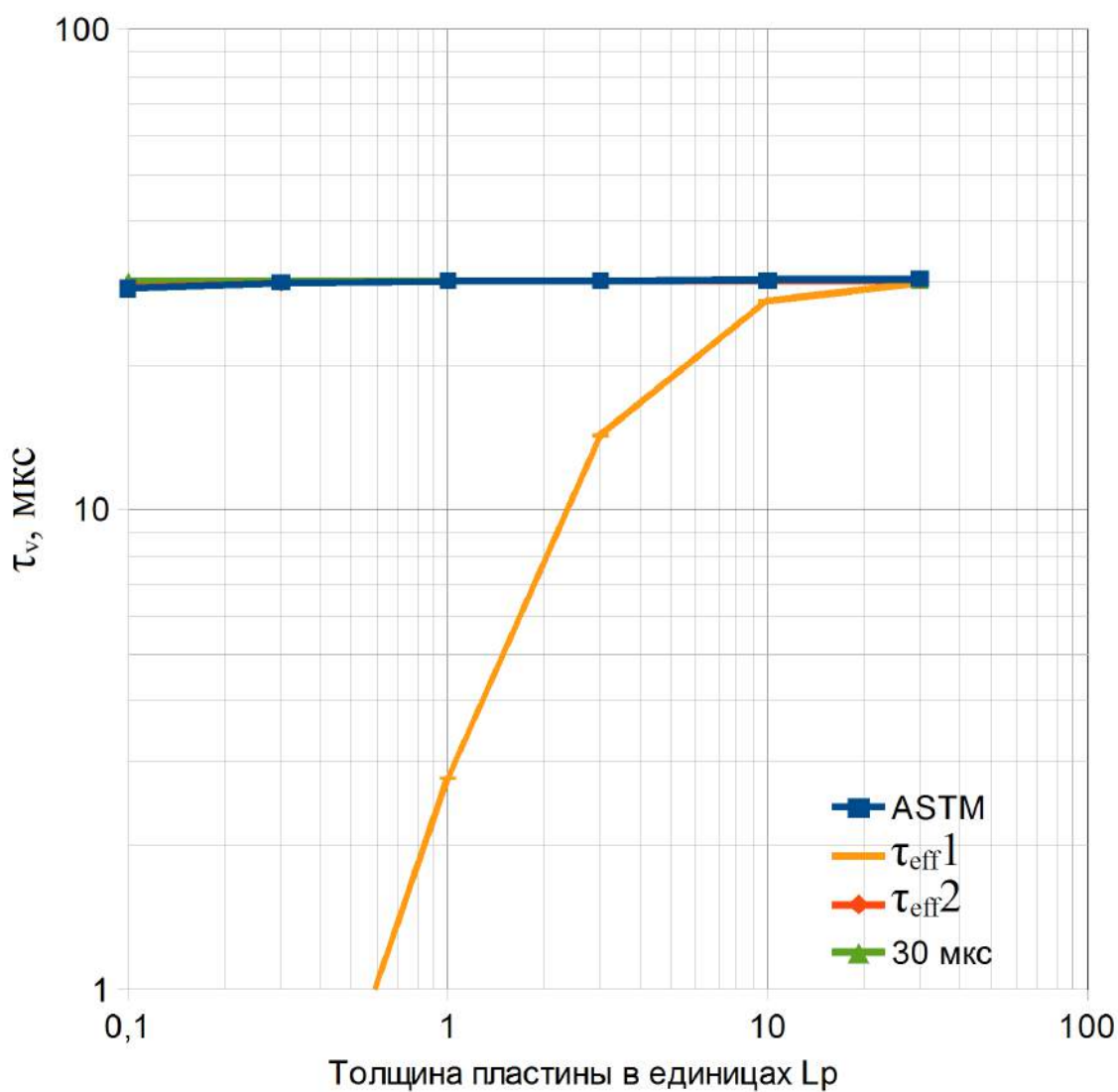


Рисунок 2.2. Зависимость эффективного времени жизни от толщины пластины при  $S = 1$  см/с

Таблица 2.1. Моделированное ВЖ в мкс и отклонение в % от расчётного при  $S = 1$  см/с

$\tau_v$ , мкс	1		3		10		30		100		300		1000	
$l_p$ , мкм	34,64		60		109,5		189,7		346,4		600		1095	
	$\tau_{eff}$	ОТКЛ.	$\tau_{eff}$	ОТКЛ.	$\tau_{eff}$	ОТКЛ.	$\tau_{eff}$	ОТКЛ.	$\tau_{eff}$	ОТКЛ.	$\tau_{eff}$	ОТКЛ.	$\tau_{eff}$	ОТКЛ.
$d = 0,1 l_p$	x	x	x	x	9,81	-0,12	28,96	-0,42	94,6	0,02	273	0,20	846	0,04
$d = 0,3 l_p$	1,003	0,51	2,99	0,16	9,99	0,52	29,7	0,20	98,2	0,06	291	0,20	943	0,07
$d = 1 l_p$	1,005	0,53	3,003	0,19	10,04	0,53	29,96	0,20	99,5	0,08	297	0,03	983	0,08
$d = 3 l_p$	1,005	0,54	3,005	0,21	10,05	0,53	30,0	0,12	99,9	0,08	299	0,05	995	0,10
$d = 10 l_p$	1,006	0,56	3,007	0,24	10,03	0,36	30,1	0,24	100	0,26	300	0,25	1000	0,23
$d = 30 l_p$	1,004	0,40	3,011	0,39	10,06	0,61	30,2	0,82	101	0,73	302	0,85	1006	0,66

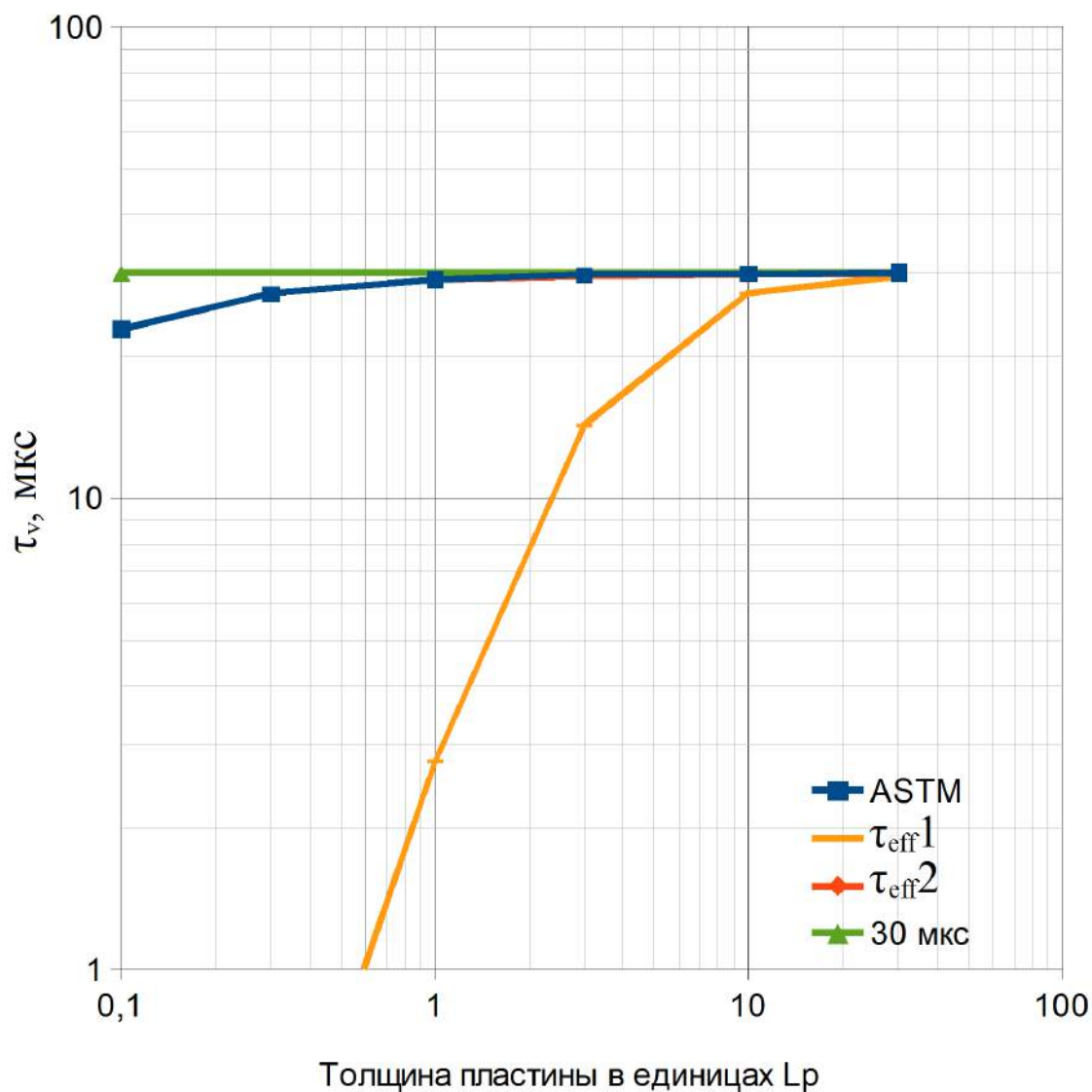


Рисунок 2.3. Зависимость эффективного времени жизни от толщины пластины при  $S = 10$  см/с

Таблица 2.2. Моделированное ВЖ в мкс и отклонение в % от расчётного при  $S = 10$  см/с

$\tau_v$ , мкс	1		3		10		30		100		300		1000	
$l_p$ , мкм	34,64		60		109,5		189,7		346,4		600		1095	
	$\tau_{eff}$	ОТКЛ.	$\tau_{eff}$	ОТКЛ.	$\tau_{eff}$	ОТКЛ.	$\tau_{eff}$	ОТКЛ.	$\tau_{eff}$	ОТКЛ.	$\tau_{eff}$	ОТКЛ.	$\tau_{eff}$	ОТКЛ.
$d = 0,1 l_p$	0,951	0,56	2,77	0,06	8,46	0,06	22,8	0,01	63,5	0,09	150	-0,01	354	-0,06
$d = 0,3 l_p$	0,986	0,54	2,95	0,08	9,43	0,08	27,1	0,03	83,9	0,08	225	0,02	623	0,02
$d = 1 l_p$	0,999	0,54	2,98	0,09	9,83	0,09	29,1	0,21	94,6	0,09	273	0,03	848	0,03
$d = 3 l_p$	1,004	0,54	2,99	0,09	9,95	0,09	29,8	0,21	98,3	0,08	291	0,04	946	0,04
$d = 10 l_p$	1,005	0,56	3,00	0,15	9,99	0,15	30,0	0,29	99,6	0,13	297	-0,16	977	-0,81
$d = 30 l_p$	1,006	0,64	3,01	0,81	10,1	0,81	30,1	0,50	101	1,18	299	-0,19	986	-1,02

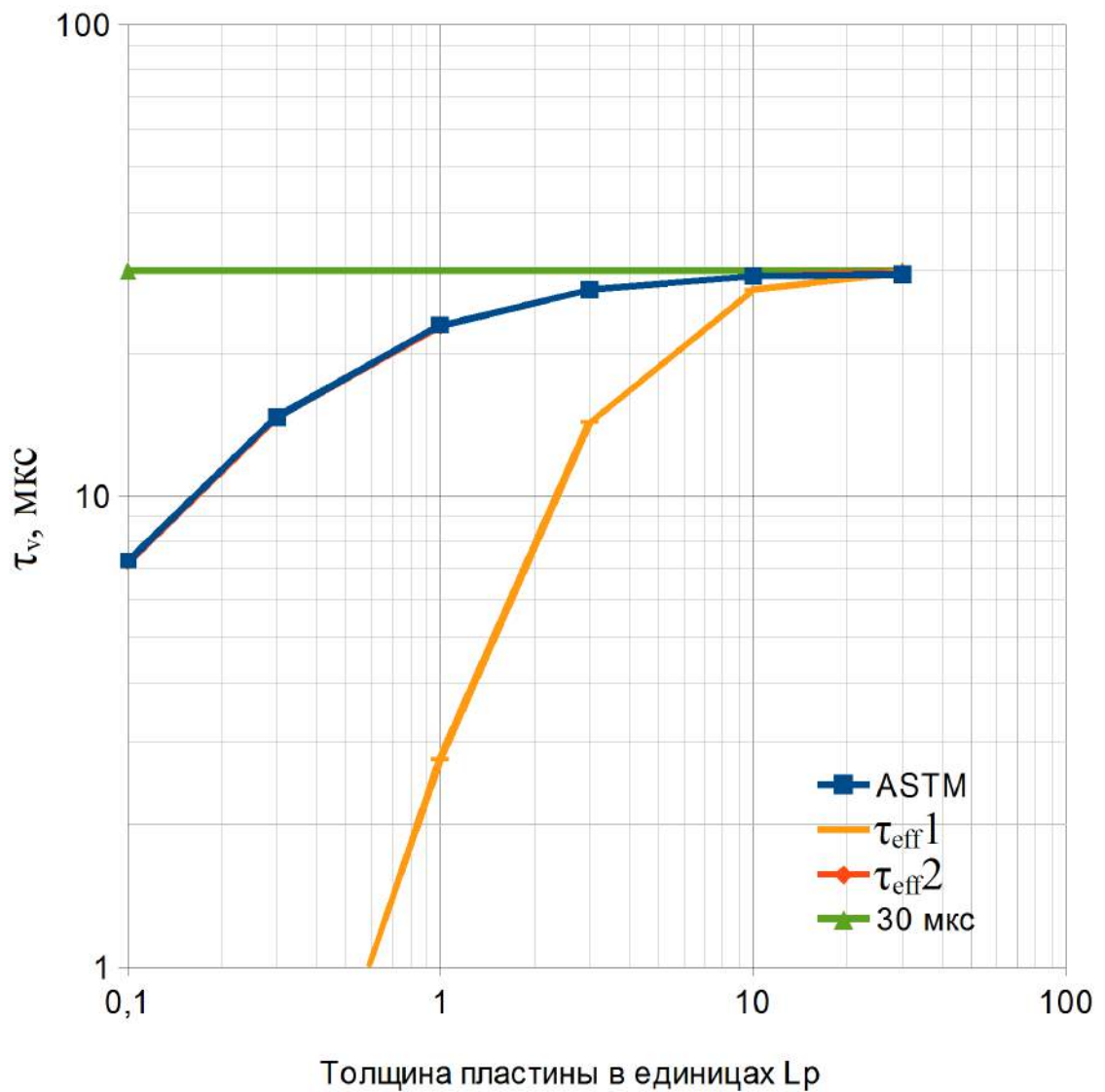


Рисунок 2.4. Зависимость эффективного времени жизни от толщины пластины при  $S = 100$  см/с

Таблица 2.3. Моделированное ВЖ в мкс и отклонение в % от расчётного при  $S = 100$  см/с

$\tau_v$ , мкс	1		3		10		30		100		300		1000	
$l_p$ , мкм	34,64		60		109,5		189,7		346,4		600		1095	
	$\tau_{eff}$	ОТКЛ.	$\tau_{eff}$	ОТКЛ.	$\tau_{eff}$	ОТКЛ.	$\tau_{eff}$	ОТКЛ.	$\tau_{eff}$	ОТКЛ.	$\tau_{eff}$	ОТКЛ.	$\tau_{eff}$	ОТКЛ.
$d = 0,1 l_p$	0,639	0,73	1,50	0,30	3,54	-0,19	7,27	0,64	14,9	0,25	27,5	-0,06	52,9	0,08
$d = 0,3 l_p$	0,844	0,60	2,26	0,21	6,23	0,00	14,7	0,27	34,5	-0,12	70,6	-0,38	147	-0,66
$d = 1 l_p$	0,951	0,56	2,74	0,20	8,48	0,03	23,0	0,12	64,5	-0,26	156	-0,71	388	-1,41
$d = 3 l_p$	0,987	0,54	2,91	0,17	9,50	0,51	27,4	0,08	85,7	-0,23	238	-0,47	710	-1,22
$d = 10 l_p$	1,00	0,55	2,98	0,20	9,89	0,46	29,2	-0,15	95,3	-1,23	277	-3,19	876	-6,80
$d = 30 l_p$	1,004	0,60	2,99	0,23	9,96	0,03	29,5	-1,04	96,2	-3,15	278	-6,66	878	-11,4

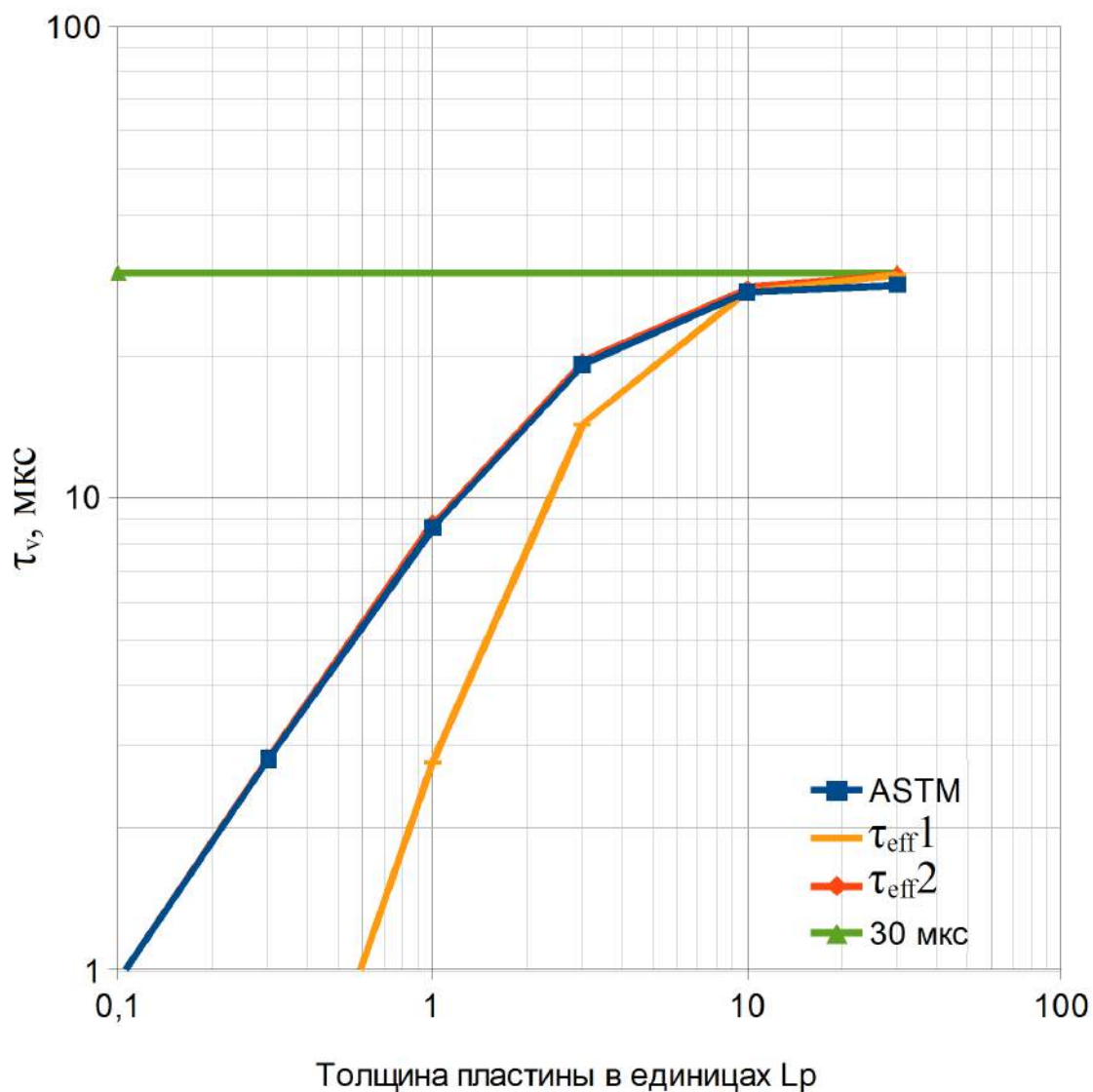


Рисунок 2.5. Зависимость эффективного времени жизни от толщины пластины при  $S = 1\,000\text{ см/с}$

Таблица 2.4. Моделированное ВЖ в мкс и отклонение в % от расчётного при  $S = 1000\text{ см/с}$

$\tau_v$ , мкс	1		3		10		30		100		300		1000	
$l_p$ , мкм	34,64		60		109,5		189,7		346,4		600		1095	
	$\tau_{\text{eff}}$	ОТКЛ.	$\tau_{\text{eff}}$	ОТКЛ.	$\tau_{\text{eff}}$	ОТКЛ.	$\tau_{\text{eff}}$	ОТКЛ.	$\tau_{\text{eff}}$	ОТКЛ.	$\tau_{\text{eff}}$	ОТКЛ.	$\tau_{\text{eff}}$	ОТКЛ.
$d = 0,1\ l_p$	0,149	0,26	0,275	-0,06	0,532	0,61	0,948	-0,01	1,79	-0,36	3,24	-0,82	6,31	-2,15
$d = 0,3\ l_p$	0,347	0,46	0,706	-0,38	1,47	-0,51	2,79	-1,11	5,64	-1,99	11,0	-3,04	23,7	-4,21
$d = 1\ l_p$	0,648	0,08	1,56	-0,43	3,89	-1,26	8,65	-2,11	20,8	-3,39	48,2	-4,02	130	-3,83
$d = 3\ l_p$	0,859	-0,01	2,38	-0,47	7,11	-1,12	19,2	-1,63	57,8	-1,80	161	-1,62	512	-1,25
$d = 10\ l_p$	0,966	0,09	2,84	-0,65	9,28	-1,28	27,3	-1,99	89,0	-3,51	259	-5,94	828	-9,42
$d = 30\ l_p$	0,990	-0,33	2,95	-0,87	9,66	-2,54	28,3	-4,67	90,7	-8,32	261	-12,1	830	-16,1



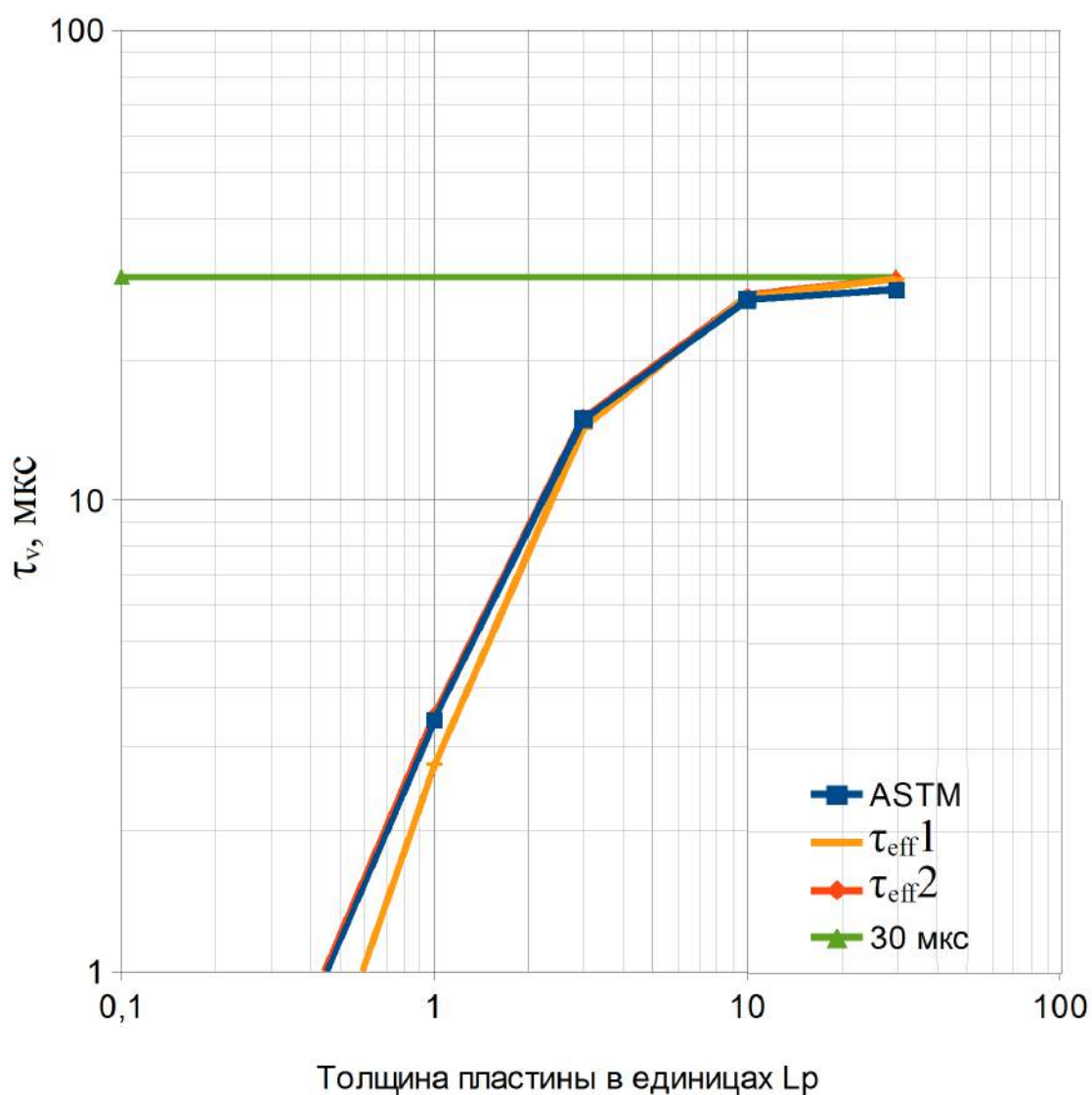


Рисунок 2.6. Зависимость эффективного времени жизни от толщины пластины при  $S = 10\,000\text{ см/с}$

Таблица 2.5. Моделированное ВЖ в мкс и отклонение в % от расчётного при  $S = 10000\text{ см/с}$

$\tau_v$ , мкс	1		3		10		30		100		300		1000	
$l_p$ , мкм	34,64		60		109,5		189,7		346,4		600		1095	
	$\tau_{\text{eff}}$	ОТКЛ.	$\tau_{\text{eff}}$	ОТКЛ.	$\tau_{\text{eff}}$	ОТКЛ.	$\tau_{\text{eff}}$	ОТКЛ.	$\tau_{\text{eff}}$	ОТКЛ.	$\tau_{\text{eff}}$	ОТКЛ.	$\tau_{\text{eff}}$	ОТКЛ.
$d = 0,1\ l_p$	0,0179	-0,63	0,0323	-1,28	0,0634	-1,64	0,122	-2,58	0,267	-2,52	0,579	-4,01	1,51	-2,89
$d = 0,3\ l_p$	0,0563	-2,20	0,109	-3,18	0,239	-4,11	0,524	-4,44	1,35	-4,12	3,47	-3,43	10,4	-2,25
$d = 1\ l_p$	0,208	-3,20	0,483	-3,96	1,30	-3,84	3,42	-2,97	10,4	-1,94	29,6	-1,39	95,7	-0,82
$d = 3\ l_p$	0,577	-1,83	1,62	-1,64	5,12	-1,22	14,9	-0,82	48,8	-0,48	145	-0,28	481	-0,16
$d = 10\ l_p$	0,909	-1,44	2,71	-1,50	8,99	-1,61	26,9	-2,04	88,2	-3,27	258	-5,70	826	-9,23
$d = 30\ l_p$	0,978	-1,15	2,92	-1,75	9,59	-2,99	28,1	-5,18	90,3	-8,67	260	-12,4	828	-16,2

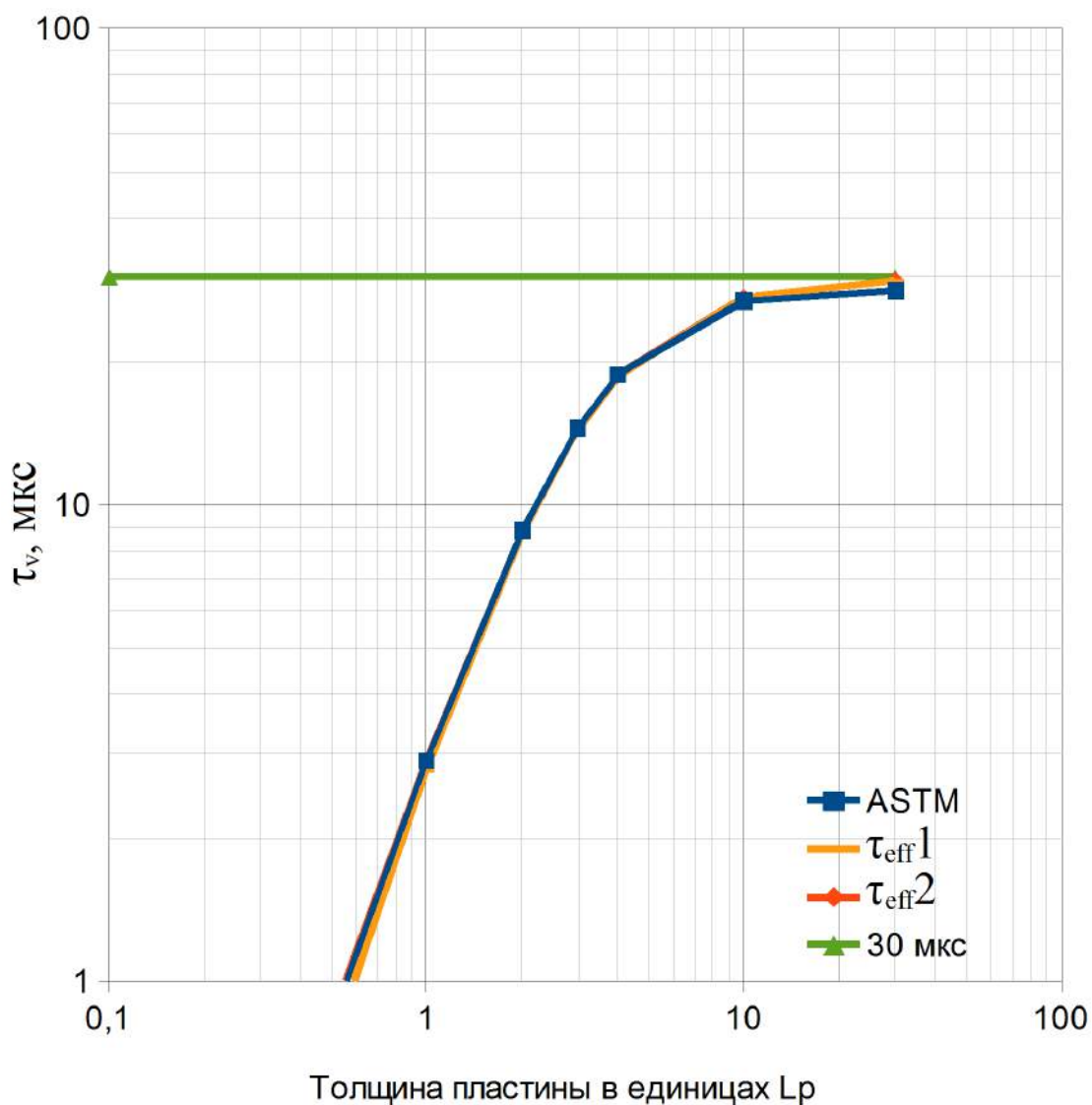


Рисунок 2.7. Зависимость эффективного времени жизни от толщины пластины при  $S = 50\,000$  см/с

Таблица 2.6. Моделированное ВЖ в мкс и отклонение в % от расчётного при  $S = 50\,000$  см/с

$\tau_v$ , мкс	1		3		10		30		100		300		1000	
$l_p$ , мкм	34,64		60		109,5		189,7		346,4		600		1095	
	$\tau_{eff}$	ОТКЛ.	$\tau_{eff}$	ОТКЛ.	$\tau_{eff}$	ОТКЛ.	$\tau_{eff}$	ОТКЛ.	$\tau_{eff}$	ОТКЛ.	$\tau_{eff}$	ОТКЛ.	$\tau_{eff}$	ОТКЛ.
$d = 0,1 l_p$	0,00434	-2,63	0,00868	-3,71	0,0201	-4,26	0,0473	-3,96	0,132	-3,14	0,359	-1,28	1,09	-2,39
$d = 0,3 l_p$	0,0182	-4,62	0,0431	-3,47	0,118	-3,67	0,319	-2,47	0,990	-1,54	2,87	-0,75	9,31	-0,55
$d = 1 l_p$	0,116	-3,07	0,318	-2,07	0,994	-1,48	2,90	-0,64	9,46	-0,27	28,2	0,56	92,7	-0,20
$d = 3 l_p$	0,500	-0,86	1,48	-0,23	4,85	-0,24	14,4	-0,03	48,0	0,09	144	0,27	478	0,03
$d = 10 l_p$	0,901	-1,35	2,70	-1,07	8,99	-1,30	26,8	-1,90	88,3	-2,98	259	-5,31	828	-9,02
$d = 30 l_p$	0,975	-1,46	2,86	-3,78	9,58	-3,14	28,1	-5,17	90,3	-8,72	260	-12,4	829	-16,23

Как видно из рисунков 2.2 — 2.7, эффективное ВЖ, полученное по формуле (2.6) (—) начинает приближаться к объёмному (▲) при достаточно высоких значениях толщины образца

— более 10 диффузионных длин. Также можно видеть, что результаты моделирования (■) при помощи программы и результаты расчётов эффективного времени жизни по формуле (2.27) (♦) практически совпадают для малых толщин — до 10 диффузионных длин и менее, а для больших толщин (10  $l_p$  и больше) и значительных скоростей поверхностной рекомбинации различаются не более чем на 17%. Это говорит о работоспособности программы и сходимости результатов с известными теоретическими данными.

На рисунках 2.8-2.10 приведены относительные релаксационные кривые  $\Delta n(t)/n_0$  и значения мгновенного времени жизни  $t_m$ , рассчитанного по выражению:

$$\tau_m = -\frac{\Delta n}{dn/dt} \quad (2.28)$$

для образцов, полученных из одного и того же материала (n-тип МК, время жизни 500 мкс).  $S = 10000$  см/с,  $\tau_v = 500$  мкс.

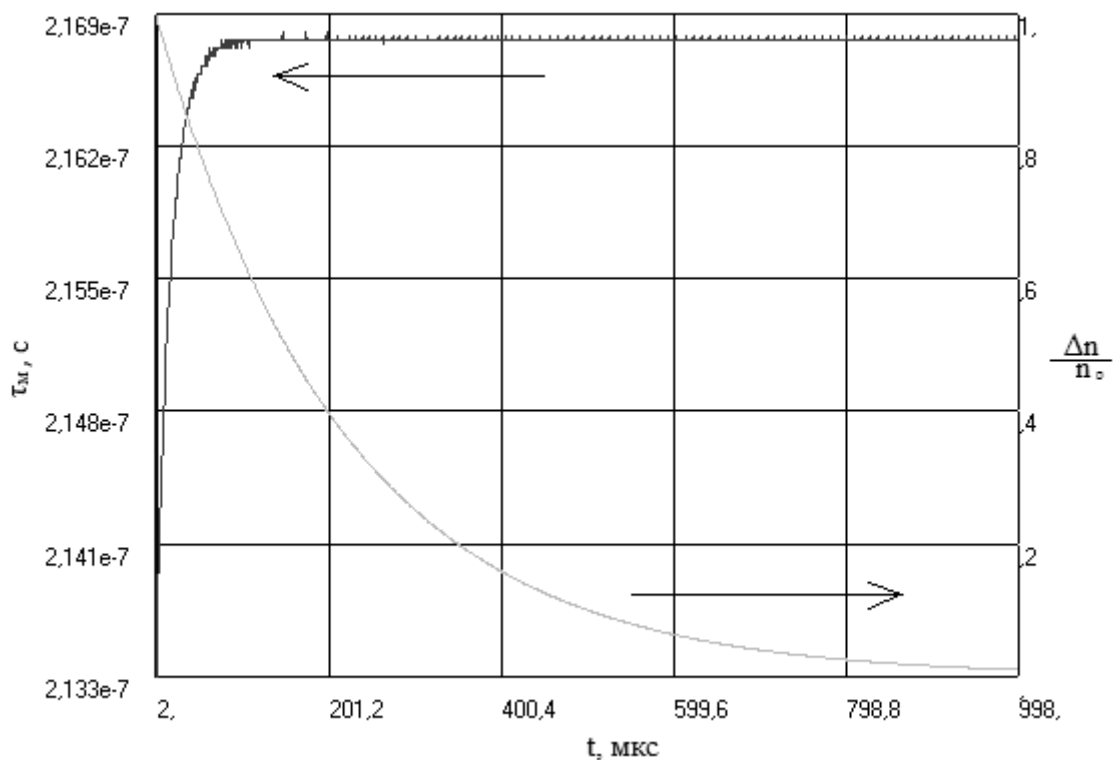


Рисунок 2.8. Релаксационная кривая и мгновенное время жизни. Толщина 30 мкм.

Как видно из рис. 2.8, для образца толщиной 30 мкм (значение, характерное для эпитаксиальных слоёв, структур КНИ и гетероструктур) эффективное время жизни устанавливается практически мгновенно (изменение значения  $t_m$  в третьем знаке).

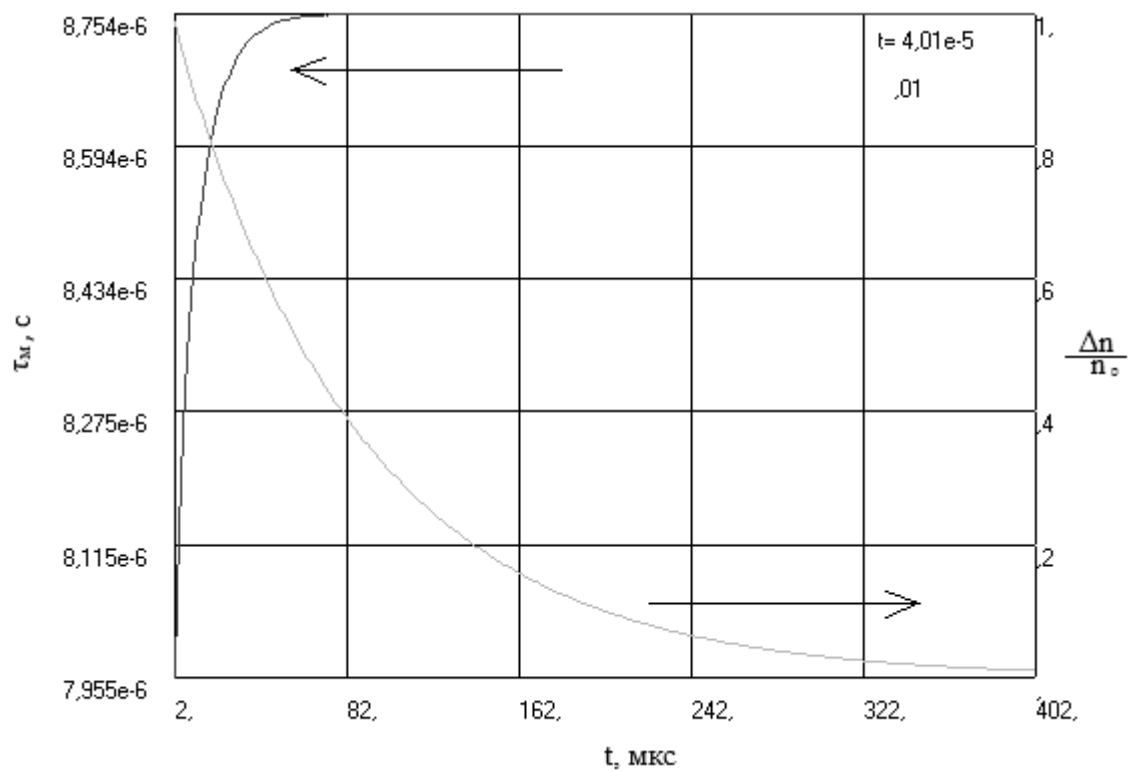


Рисунок 2.9. Релаксационная кривая и мгновенное время жизни. Толщина 300 мкм.

Как видно из рис. 2.9, в образце толщиной 300 мкм (характерная толщина пластин для изготовления приборов) максимальное эффективное время жизни устанавливается у середины релаксационной кривой, практически не меняясь в пределах точности измерения. В случаях, изображённых на рис. 2.8 и 2.9, максимальное время жизни заметно больше, чем рассчитанное по выражению (2.7) (0,15 и 1,5 мкс соответственно), т.е. для сравнительно больших времён жизни формула (2.7) не работает даже для толщин образцов в десятки микрон.

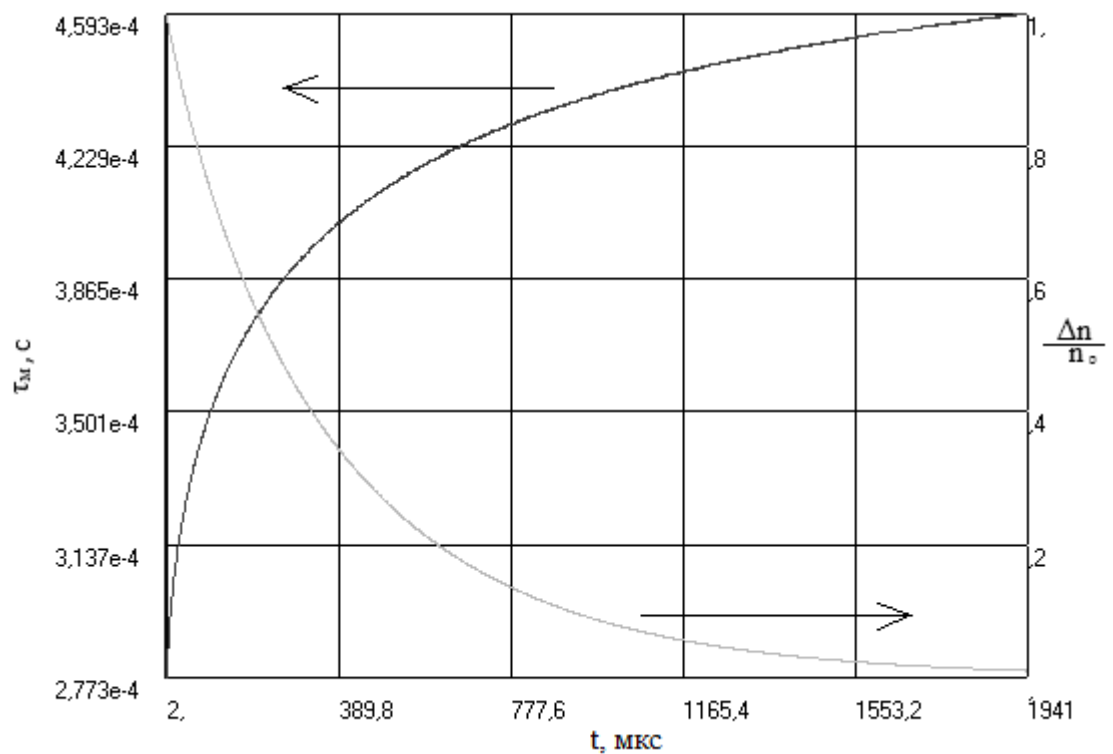


Рисунок 2.10. Релаксационная кривая и мгновенное время жизни. Толщина 10 мм.

В образце толщиной 10 мм при снижении избыточной концентрации до 1% от первоначальной величины мгновенное время жизни не достигает насыщения, то есть «быстрые» экспоненты не исчезают. Поэтому наблюдаемое максимальное время жизни меньше, чем ожидаемое по формуле (2.6) (427 мкс). Очевидно, что в первых двух случаях (рис. 2.8 и 2.9) для определения времени насыщения достаточно найти тангенс угла наклона логарифма релаксационной кривой на участке от 45 до 5% от первоначальной интенсивности сигнала ФП, что рекомендует стандарт [10]. Минимальный уровень 5% связан с шумами, которые могут составлять единицы процентов и не позволяют анализировать нижнюю часть релаксационной кривой.

Расчёты релаксационных кривых [17] для времён жизни в интервале от 1 до 5000 мкс показали, что параметром, определяющим 50-процентную границу выхода на насыщение мгновенного времени жизни является диффузионная длина носителей заряда (2.25). Мгновенное время жизни выходит на насыщение во второй части релаксационной кривой при условии  $d < 3L$ .

Как показано в [17], оценки времени жизни по приближённым формулам (2.6), (2.7) дают очень большую погрешность. Есть возможность оценивать время жизни по калибровочным кривым, полученным численными методами [71], а также использовать указанное в [51] точное решение. Численный расчёт релаксационной кривой с учётом характера первоначального распределения неравновесных носителей в образце показал, что использование формулы (2.27) даёт очень небольшую погрешность. Но в условиях производства для экспресс-анализа, особенно производства монокристаллических слитков, использование формулы (2.27) крайне затруднено, так как неизвестна величина  $S$ . На рисунке 2.11 показана зависимость эффективного времени жизни, рассчитанного по формулам (2.6), (2.7), (2.27) и численным методом от относительной толщины образца.

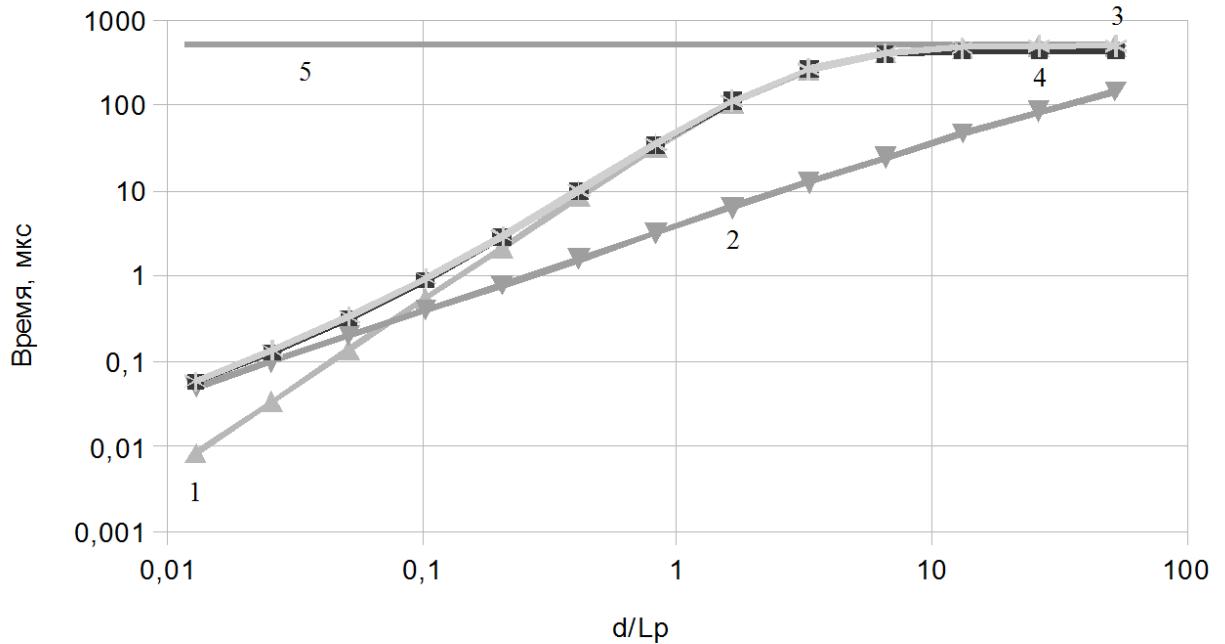


Рисунок 2.11. Зависимость эффективного времени жизни от относительной толщины образца,  $S = 10000$  см/с. 1,2,3 — расчёт по (2.6), (2.7) и (2.27) соответственно, 4 — численное моделирование, 5 — объёмное ВЖ, равное 5000 мкс.

Как видно из рисунка 2.11, применение наиболее удобной формулы (2.6) при высоких значениях  $S$ , то есть на поверхности шлифованных образцов, возможно в довольно широком интервале толщин — выше  $0,5 L$ . В то же время для  $d/L > 5$  за счёт довольно большого вклада «быстрых» экспонент в релаксационную кривую требуется введение поправок (до 17%), как это следует из таблиц (2.5-2.6), что было предложено в [71]. Исходя из таблиц (2.1-2.6), а также рисунков 2.2-2.7 и рисунка 2.11 формула (2.6) даёт хорошее соответствие с численными методами только при  $S > 10000$  см/с и  $d/L > 1$ . По формуле (2.7) можно получить удовлетворительные результаты только при  $S < 200$  см/с. Характерная толщина, до которой можно применять формулу (2.7) зависит от времени жизни и величины  $S$ .

Одним из условий получения экспоненциальной релаксационной кривой является однородная генерация — постоянное значение скорости генерации в любой точке образца. Реально условие однородной генерации никогда не достигается. В рассматриваемом случае неравновесные носители заряда создаются за счёт поглощения света, что приводит к экспоненциальному уменьшению скорости генерации в объёме. С увеличением толщины степень неоднородности повышается. Однако утверждение [72] о том, что неоднородность генерации при больших временах жизни приводит к появлению дополнительных экспонент в релаксационной кривой, ошибочно в пределах наблюдаемой точности. Это подтверждают результаты, приведённые в таблицах (2.1-2.6). При отсутствии поверхностной рекомбинации как однородная, так и неоднородная генерации дают экспоненциальный спад с характерным временем, равным объёмному времени жизни.

Минимальную толщину образца, при которой стоит учитывать скорость поверхностной рекомбинации можно оценить из условия, что в формуле (2.27) компонента  $d/2S$  в десять и более раз меньше  $d^2/\pi^2 D$ . Можно видеть, что при толщине образца превышающей значение  $600/S$  скорость поверхностной рекомбинации практически не влияет на результат измерения. Для неактивированных пластин скорость поверхностной рекомбинации начинает влиять на результаты измерений только для образцов с толщиной менее 100 мкм.

Учитывая, что для толстых (более 100 мкм) непассивированных образцов с  $d/L > 1$  и  $S > 50000$  применима формула (2.6), для таких материалов появляется возможность производить быструю оценку ВЖ в объеме по измеренному эффективному. На рис. 2.12 и 2.13 приведены наборы кривых для оценки  $\tau_v$  по  $\tau_{eff}$  для некоторых толщин срезов образцов n- и p-типа соответственно.

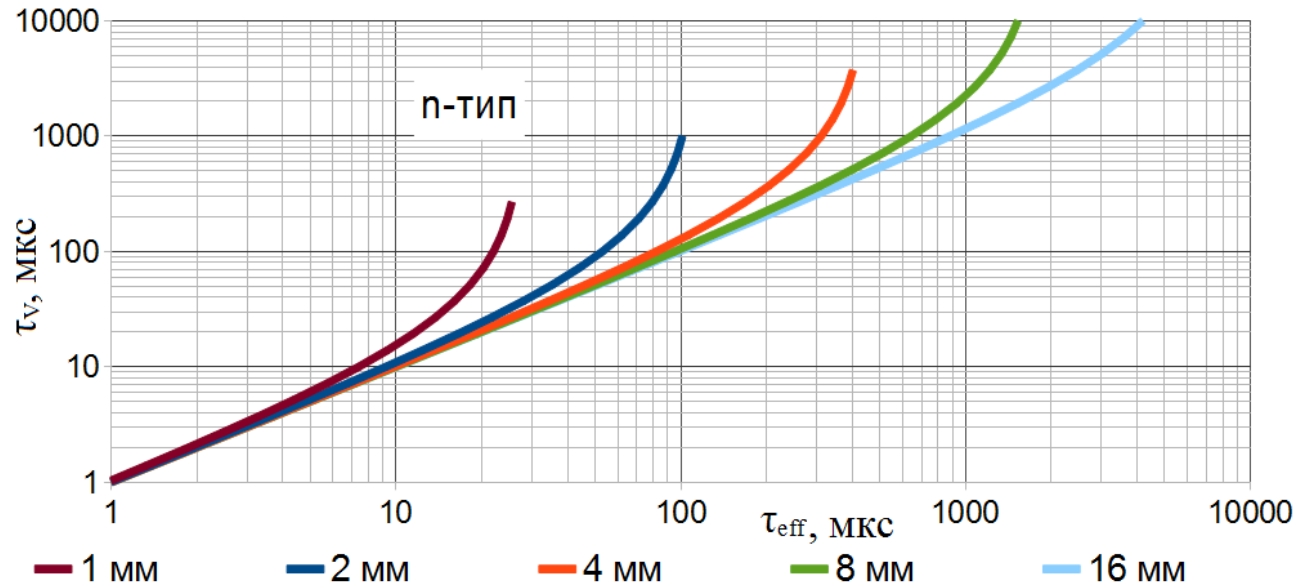


Рисунок 2.12. Соотношение между объемным и эффективным ВЖ по формуле (2.6) для срезов монокристаллического кремния n-типа

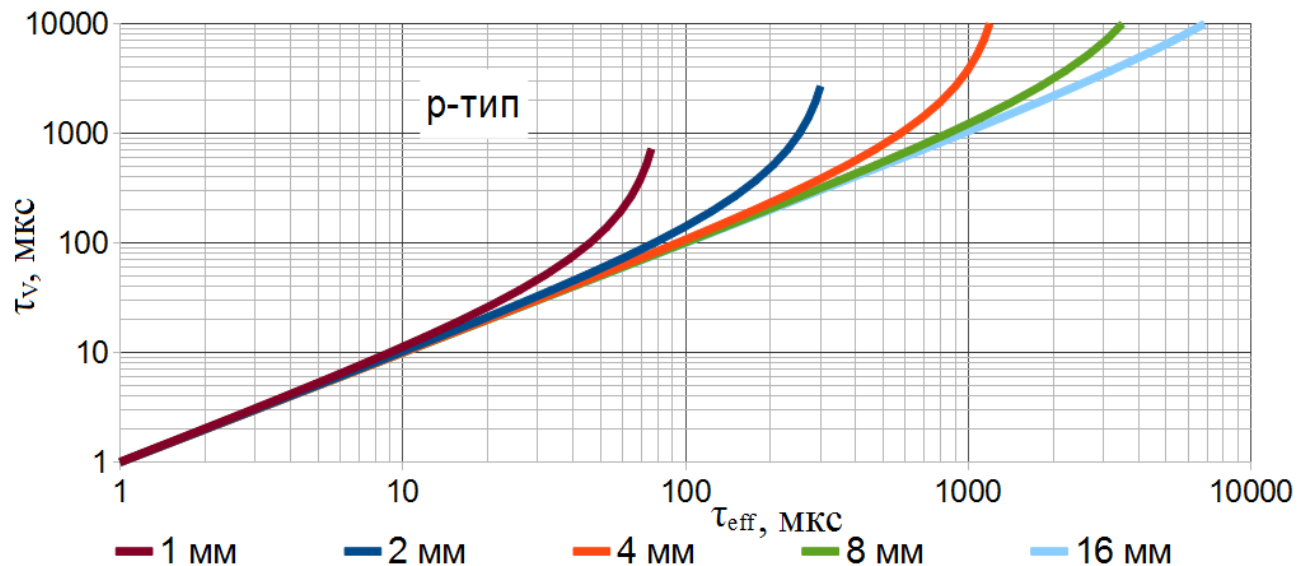


Рисунок 2.13. Соотношение между объемным и эффективным ВЖ по формуле (2.6) для срезов монокристаллического кремния p-типа

Как было указано, при  $d/L > 5$  за счёт довольно большого вклада «быстрых» экспонент в релаксационную кривую требуется введение поправок. Для определения величины этих поправок было проведено моделирование спада фотопроводимости при различных параметрах образцов. На рис. 2.14 и 2.15 показаны значения поправок для образцов n- и p-типа соответственно с толщинами 10, 6, 2 и 0,5 мм.

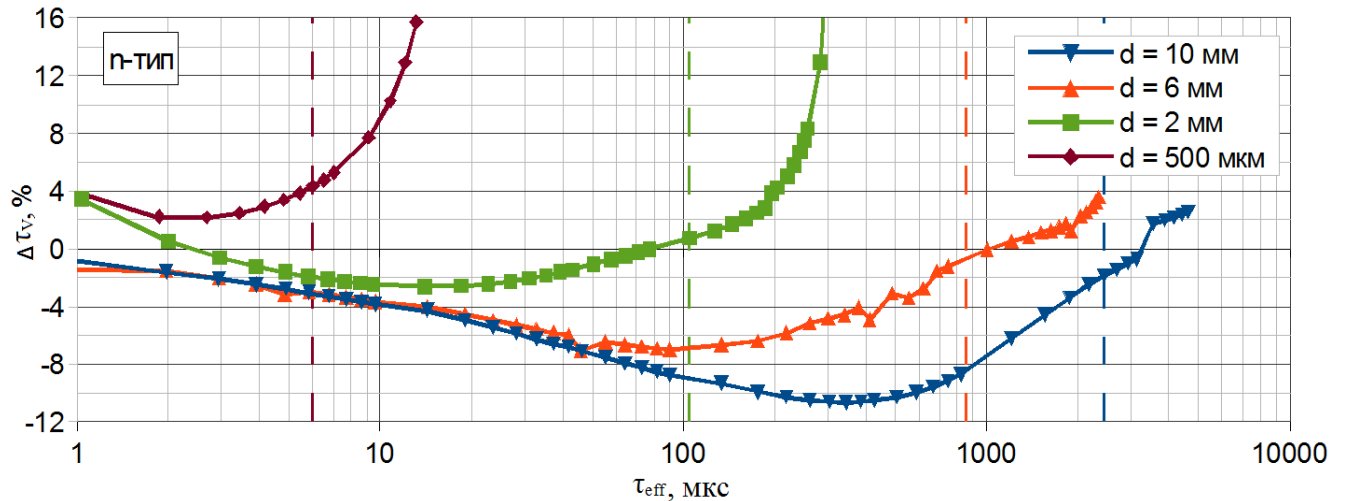


Рисунок 2.14. Зависимость величины поправки на  $\tau_v$  от  $\tau_{\text{eff}}$  в монокристаллическом кремнии n-типа при оценке по формуле (2.6). Пунктиром отмечена величина  $\tau_{\text{eff}}$  при которой  $d/L = 5$ .

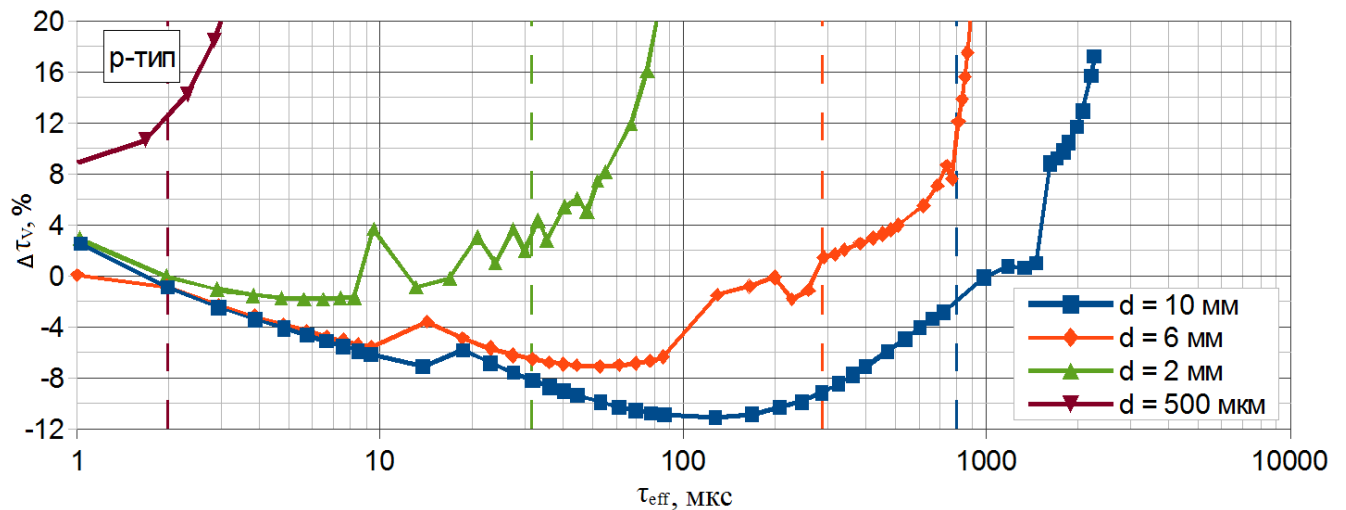


Рисунок 2.15. Зависимость величины поправки на  $\tau_v$  от  $\tau_{\text{eff}}$  в монокристаллическом кремнии p-типа при оценке по формуле (2.6). Пунктиром отмечена величина  $\tau_{\text{eff}}$  при которой  $d/L = 5$ .

Как видно из рис. 2.14 и 2.15, для тонких образцов ( $d/L \rightarrow 0$ ) абсолютная величина поправки увеличивается, это — следствие неприменимости формулы (2.6) для тонких образцов. Чем больше толщина по отношению к диффузионной длине, тем ближе результат моделирования к формуле (2.6). Вместе с тем при превышении уровня  $d = 5L$  объемная составляющая времени жизни при расчете по формуле (2.6) несколько меньше полученной в результате моделирования. Это — следствие влияния «быстрых» экспонент, так как при увеличении относительной толщины образца растет произведение  $(d \cdot S)$ , что увеличивает составляющую  $\xi$  и уменьшает наклон прямой  $D/dS$ , что приводит к увеличению вклада составляющей  $(\xi + \pi/2)$  в определение ВЖ и при одинаковых эффективных ВЖ увеличивает объемную составляющую. Поэтому при уменьшении реальной толщины пластины левая половина кривой поднимается.

#### 2.4. Измерение стандартных образцов

Помимо сходимости с теоретическими данными необходимо было также проверить сходимость результатов численного решения с реальными профилями спада фотопроводимости. Для этого были проведены измерения набора стандартных образцов и пластин, пассивированных различными методами [19].



Стандартные образцы были взяты из комплекта стандартных образцов предприятия, аттестованных по постоянной времени релаксации ННЗ для метода спада фотопроводимости СОП 48-0572-260(1-9)-2009. Образцы монокристаллического кремния n-типа были нарезаны из одного слитка с одинаковым объёмным временем жизни и наклеены на стеклянную пластину. Поверхность обработана примерно одинаковым образом, поэтому скорость поверхностной рекомбинации можно считать одинаковой. Эффективное время жизни меняется за счёт изменения толщины пластины и соответствующего уменьшения поверхностного времени жизни по формуле (2.27). Паспортные данные образцов были получены при помощи ВЧ метода. В ВЧ методе определение эффективного времени жизни проводили путем совмещения на экране осциллографа экспериментальной кривой и экспоненты с известным параметром по всей релаксационной кривой. Погрешность значений согласно паспортным данным составляет 10%. Также время жизни было измерено бесконтактным СВЧ методом на установке «АПК Тауметр». Данные стандартных образцов указаны в таблице 2.7.

Таблица 2.7. Параметры стандартных образцов эффективного времени жизни.

Номер образца	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Толщина образца, мкм	9970	4950	3140	2500	1990	1530	1070	764	315
Время жизни измеренное СВЧ методом, мкс	1020	804	494	350	257	177	93,7	52,9	10,7
Паспортное время жизни измеренное ВЧ методом, мкс	1590	650	470	300	170	106	73	45	17

Анализ данных показывает следующее. Как следует из результатов табл. 2.7, объёмное  $\tau$  будет однозначно превышать 1000 мкс. Такое значение  $\tau_v$  согласно формуле (2.25) соответствует диффузионной длине носителей заряда порядка 1 мм. Так как  $L_p$  пропорциональна квадратному корню из  $\tau_v$ , то для увеличения диффузионной длины на порядок потребуется увеличение  $\tau_v$  на два порядка, что в данных условиях маловероятно. Это значит, что для образцов 1-6 вполне применима формула (2.6), устанавливающая пропорциональную зависимость поверхностного ВЖ от квадрата толщины. Таким образом, построив график зависимости  $1/\tau_{eff}(1/d^2)$  можно будет судить о порядке величины объёмного ВЖ и сходимости расчётов с теоретическими данными о величине коэффициента диффузии дырок в кремнии. Общий вид зависимости для образцов 1-6 измеренных ВЧ методом представлен на рис. 2.16. Зависимость для СВЧ метода показана на рис. 2.17.

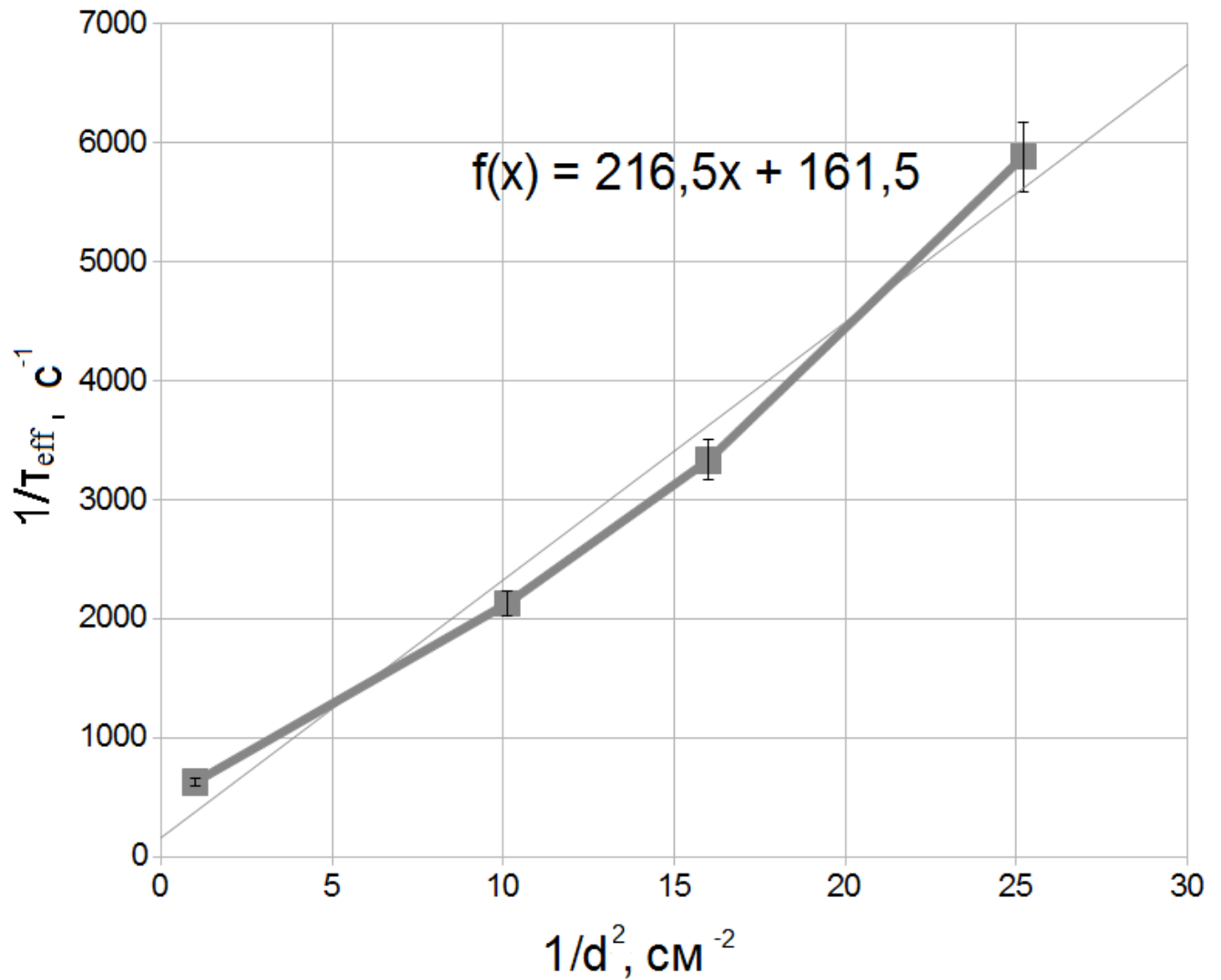


Рисунок 2.16. Соотношение между обратным эффективным ВЖ образцов ( $\tau_{\text{eff}}$ ) измеренным ВЧ методом и обратным квадратом толщины образцов ( $d$ ).

Учитывая формулу (2.6) можно предположить, что коэффициент перед обратным квадратом толщины соответствует коэффициенту ( $\pi^2 D_p$ ), а константа соответствует обратному объёмному ВЖ. Зная это, можно рассчитать:

$$\pi^2 \cdot D_p = 216 \rightarrow D_p = \frac{216}{\pi^2} = 216/9,87 = 21,9 \frac{\text{см}^2}{\text{с}}$$

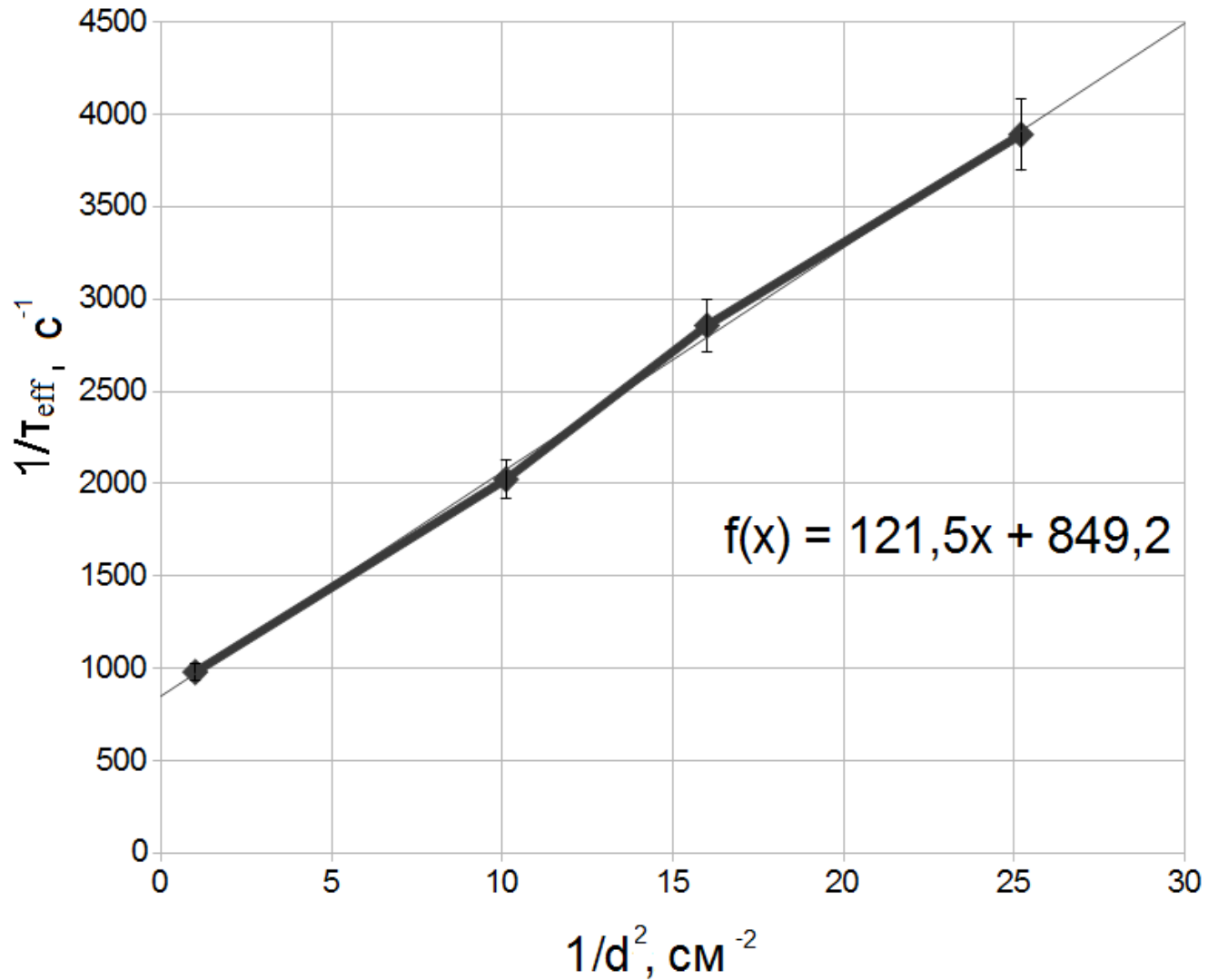


Рисунок 2.17. Соотношение между обратным эффективным ВЖ образцов ( $\tau_{\text{eff}}$ ) измеренным СВЧ методом и обратным квадратом толщины образцов ( $d$ ).

Коэффициент диффузии для данной серии измерений составит:

$$\pi^2 \cdot D_p = 114 \rightarrow D_p = \frac{114}{\pi^2} = 114/9,87 = 11,59 \frac{\text{см}^2}{\text{с}}$$

На рисунке 2.18 показана зависимость  $D_p$  от УЭС в образцах монокристаллического кремния, рассчитанная по данным стандарта [73].

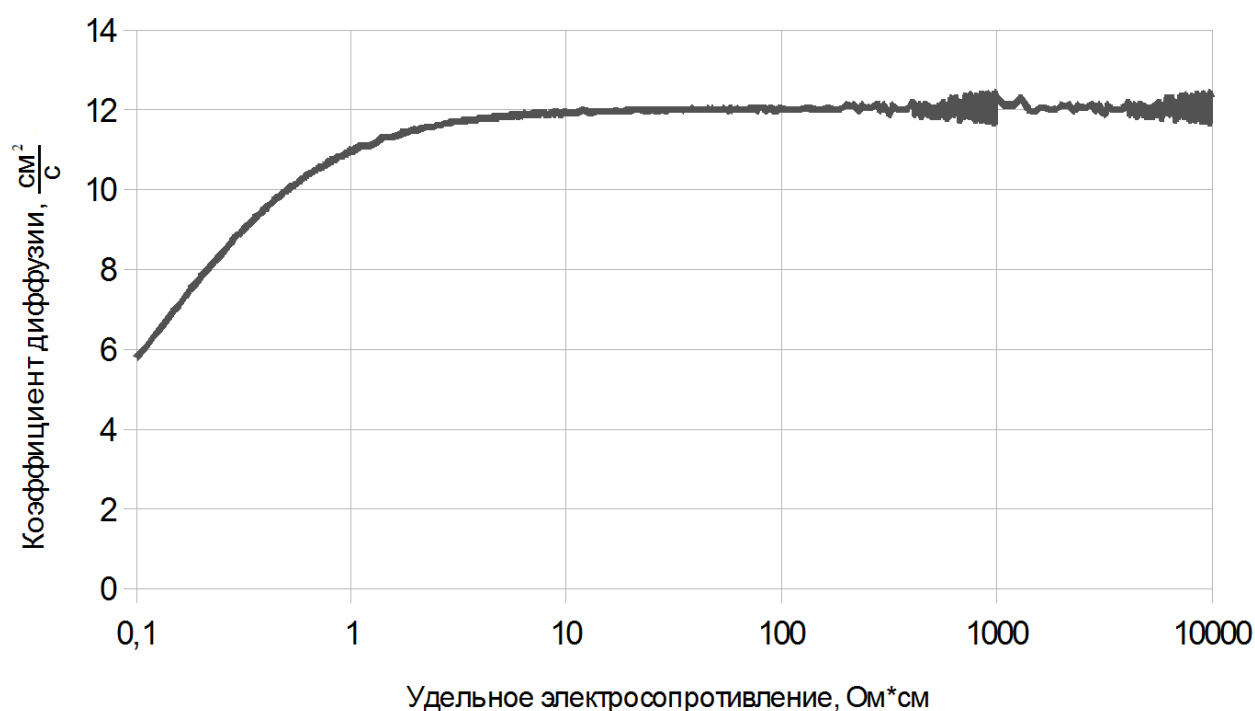


Рисунок 2.18. Зависимость коэффициента диффузии дырок в монокристаллическом кремнии n-типа от УЭС материала

Как видно из рисунка 2.18, в кремнии n-типа с УЭС порядка 1-2 КОм·см (который был использован для создания данных СОП) коэффициент диффузии колеблется в пределах от 11,6 до 12,5 см<sup>2</sup>/с, таким образом значения  $D_p$  достаточно точно соответствуют известным теоретическим данным для данного материала. Это позволяет говорить о достоверности имеющихся значений для СВЧ метода. В то же время, результаты расчётов по данным измерений ВЧ методом значительно (более 50%) отличаются от известных литературных данных. Это говорит о неприменимости ВЧ метода для определения высоких времён жизни, где СВЧ метод даёт хорошие результаты.

Для СВЧ метода обратная величина объёмного ВЖ равна 887 с<sup>-1</sup>, что соответствует объёмному ВЖ равному 1130 мкс, что хорошо согласуется с предположениями о  $\tau_v$  превышающем 1020 мкс, но недостаточно высоким, чтобы значительно повлиять на  $L_p$ . В частности, данное значение объёмного ВЖ соответствует диффузионной длине 1,16 мм, что всего на 16% отличается от предполагаемого значения 1 мм и меньше толщины 6-го образца, что подтверждает предположение о применимости формулы (2.6) для данного образца.

Для ВЧ метода обратное объёмное время жизни составляет 161 с<sup>-1</sup>, что соответствует объёмному ВЖ 6200 мкс. Это значение соответствует диффузионной длине 2,7 мм, что также ненамного превышает предполагаемые значения.

Подставляя полученные данные в программу численного моделирования можно рассчитать эффективное время жизни в стандартных образцах и сравнить их с измеренными СВЧ методом. Результаты сравнения приведены в табл. 2.8.

Таблица 2.8. Сравнение результатов численного моделирования спада фотопроводимости в стандартных образцах при  $\tau_v = 1160$  со значениями, измеренными СВЧ методом значениями.

Образец	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Толщина, мкм	9970	4950	3140	2500	1990	1530	1070	764	315
Измеренное $\tau_{eff}$ , мкс	1020	804	494	350	257	177	93,7	52,9	10,7

Моделированное $\tau_{\text{eff}}$ , мкс	981	763	499	375	270	178	96	52,1	10,5
Откл., %	3,8	5,1	1,2	7,2	5,1	0,4	2,5	1,5	1,8

Видно, что отклонение расчётного ВЖ от измеренного не превышает 10% во всём диапазоне толщин. Это говорит о высокой сходимости как формулы (2.27), так и алгоритма численного решения уравнения непрерывности с реальными данными.

Установка «АПК-тауметр», как и разрабатываемая, в основе имеет СВЧ детектор кольцевого типа. Это означает, что при больших значениях диффузионной длины (больше диаметра кольцевого зазора, равного 3 мм) необходимо учитывать растекание заряда, то есть при решении уравнения непрерывности ограничивать область расчета. На рис. 2.19 и 2.20 показаны соотношения между  $\tau_V$  и  $\tau_{\text{eff}}$  в срезах монокристаллического кремния п- и р-типа соответственно при ограничении области анализа. Также приведена кривая, соответствующая формуле (2.6) и соответствующая кривая для измерения «на просвет», которая рекомендуется стандартами [10] и не имеет такого ограничения.

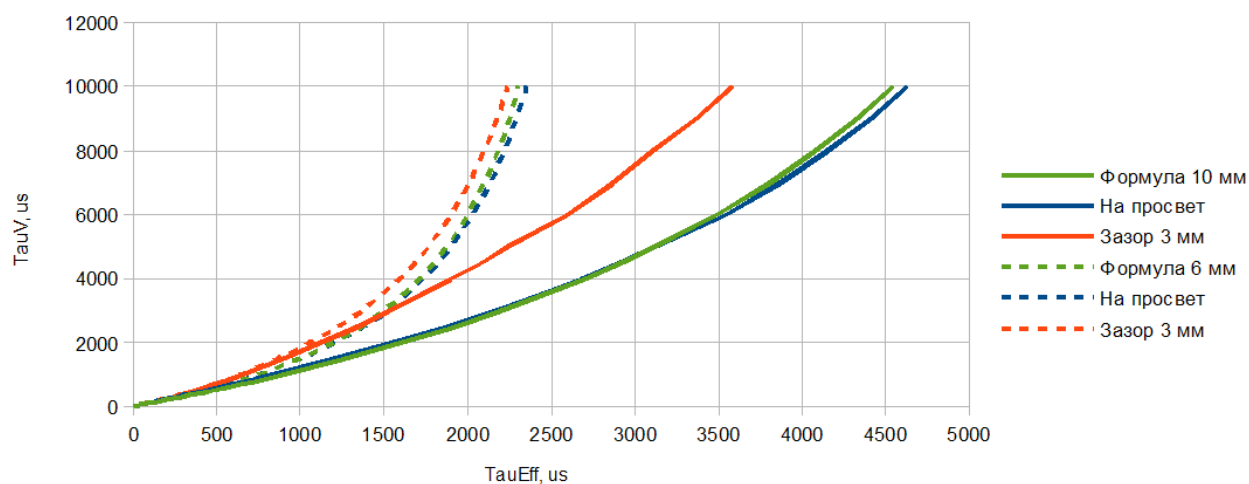


Рисунок 2.19. Соотношение между  $\tau_V$  и  $\tau_{\text{eff}}$  в монокристаллическом кремнии п-типа для измерений на просвет и на кольцевом зазоре диаметром 3 мм.

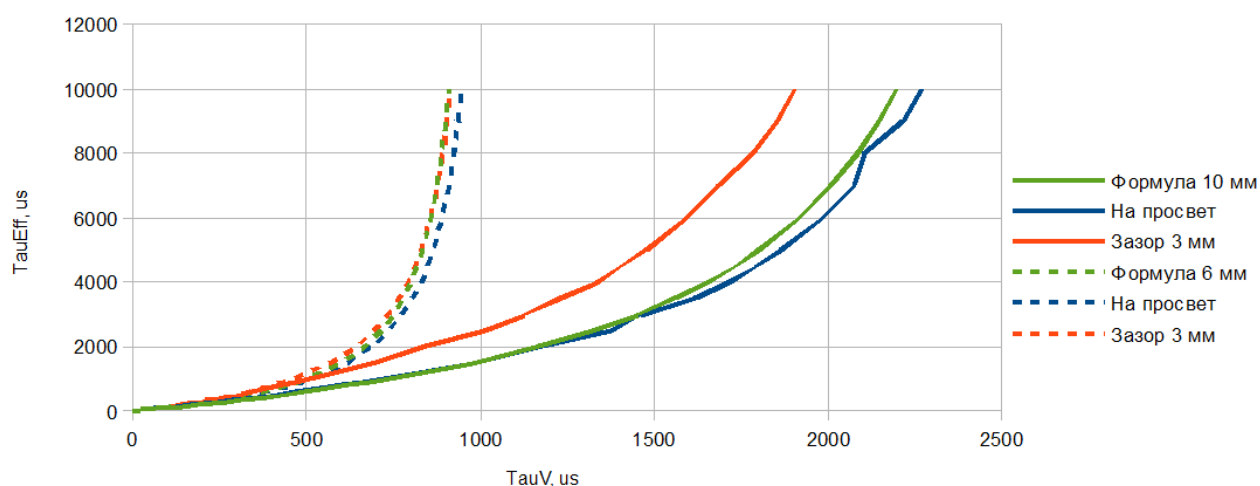


Рисунок 2.20. Соотношение между  $\tau_V$  и  $\tau_{\text{eff}}$  в монокристаллическом кремнии р-типа для измерений на просвет и на кольцевом зазоре диаметром 3 мм.

Из рисунков 2.19-20 следует, что для определения ВЖ толстых образцов с неактивированными поверхностями (для которых работает формула 2.6) на установке с кольцевым зазором можно использовать поправочные коэффициенты, которые показывают отношение объемного ВЖ, измеренного на установке с кольцевым зазором к объёмному ВЖ, измеренного на просвет. Рассчитанные коэффициенты в зависимости от измеряемого эффективного ВЖ, приведены на рисунках 2.21 и 2.22. На рисунках пунктиром показан уровень эффективного ВЖ, при котором диффузионная длина носителей равна диаметру кольцевого зазора.

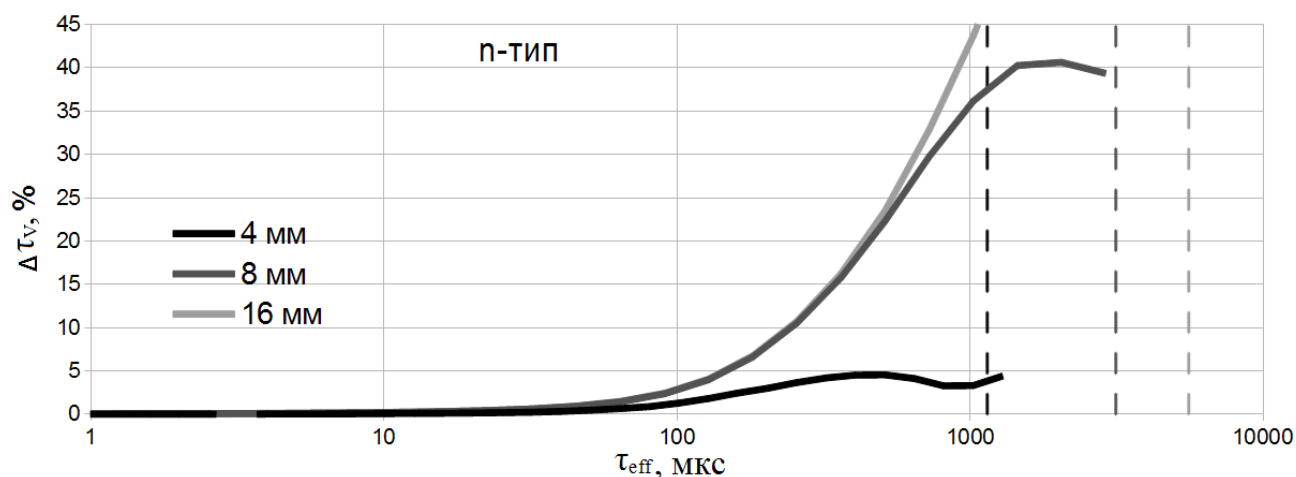


Рисунок 2.21. Зависимость поправки объемного ВЖ от эффективного ВЖ при измерении на кольцевом зазоре диаметром 3 мм по отношению к измеренному на просвет для срезов монокристаллического кремния n-типа толщиной 4, 8 и 16 мм.

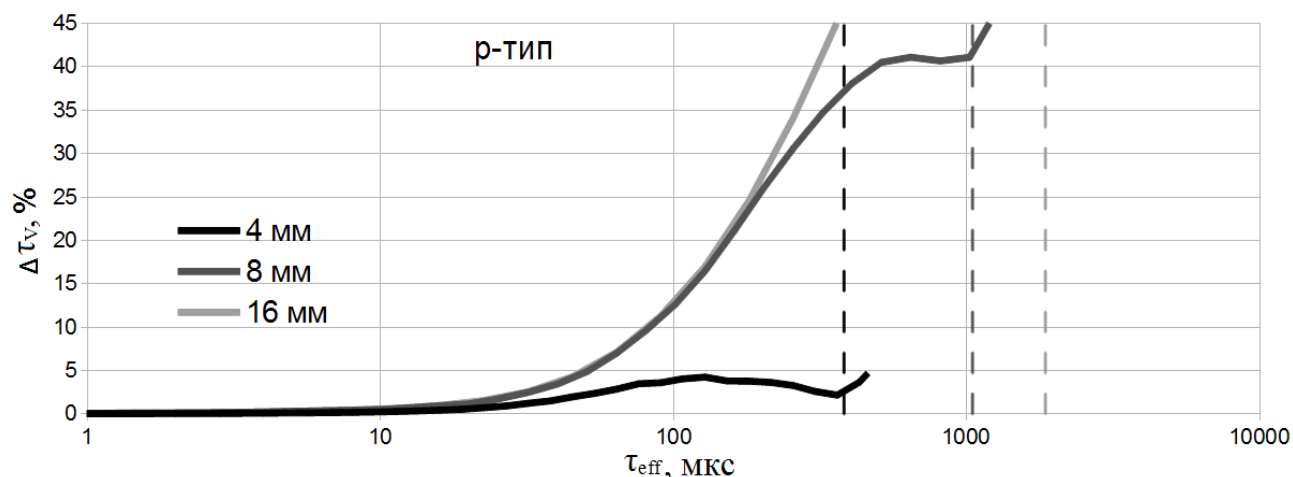


Рисунок 2.22. Зависимость поправки объемного ВЖ от эффективного ВЖ при измерении на кольцевом зазоре диаметром 3 мм по отношению к измеренному на просвет для срезов монокристаллического кремния p-типа толщиной 4, 8 и 16 мм.

Как видно из рисунков, с увеличением эффективного ВЖ (т.е. с ростом диффузионной длины) величина погрешности увеличивается практически монотонно, несколько падая только при приближении к диаметру кольцевого зазора.

Естественно, что при уменьшении толщины измеряемого среза поверхностная составляющая времени жизни падает, что несколько уменьшает эффективное время жизни при неизменной объемной составляющей. Это приводит к тому, что величина  $L$  равная 3 мм на образцах меньшей толщины соответствует меньшим эффективным временам жизни. Вместе с тем уменьшение толщины образца приводит к уменьшению поправки.

При этом, из рисунков 2.21 и 2.22 следует, что при измерении стандартных образцов результаты измерений практически всех образцов на установке с кольцевым зазором поправки укладываются в 20%.

### Глава 3. Разработка конструктивного исполнения измерителя жизни неравновесных носителей заряда бесконтактным СВЧ методом

#### 3.1. Схема СВЧ детектора для измерения величины ВЖ

В [67] была предложена схема для измерения величины ВЖ бесконтактным СВЧ методом. Прибор основан на тех же физических принципах, что и описанный в стандарте [10], а именно на явлении поглощения СВЧ сигнала свободными НЗ в полупроводниках. Основой детектора является резонатор — отрезок прямоугольного волновода, закрытого с торцов, в котором генерируется СВЧ волна с частотой 2,5 ГГц. Возбуждающий генератор работает на транзисторе, включённом по схеме с общей базой. К части СВЧ контура подключена антенна, опущенная в резонатор, в другом конце резонатора расположен детекторный диод, через который выпрямленный ток поступает на усилитель. Рядом с диодом в широкой стенке резонатора имеется круглое отверстие, через которое осуществляется связь резонатора с измеряемым образцом полупроводника. Засвечивающий импульс с длиной волны 1,06 мкм (соответствует ширине запрещённой зоны кремния = 1,12 эВ при комнатной температуре) подаётся через трубку, пропущенную в отверстие связи с полупроводником, за счёт чего освещается та же поверхность полупроводника, от которой отражается СВЧ сигнал. Максимальная мощность падающего на пластину ИК излучения составляет 50 мВт. Поле СВЧ концентрируется в кольцевом зазоре между засвечивающей трубкой и краем отверстия. Часть отражённого от полупроводника СВЧ излучения попадает на выпрямительный диод. Этот сигнал промодулирован в соответствии с характером изменения проводимости полупроводника при воздействии импульса ИК-излучения. Сигнал от детектора усиливается широкополосным усилителем до уровня, необходимого для работы канала цифровой регистрации и канала АЦП.

Канал АЦП работает следующим образом. Сигнал фотопроводимости, выходящий из усилителя, подаётся на вход IN АЦП. В момент включения импульса засветки АЦП начинает работать и заканчивает цикл работы через 4096 мкс в соответствии с ёмкостью счётчика адреса и используемой ёмкостью буферного ОЗУ. На тактовый вход CLK подаются импульсы с частотой 2 МГц, и весь сигнал фотопроводимости, поступающий в АЦП, оцифровывается с разрядностью 8 бит, частотой дискретизации 2 МГц и запоминается в буферном ОЗУ. С помощью передаточного интерфейса информация может передаваться в ПК для дальнейшей обработки и анализа. На рис. 3.1 представлена временная диаграмма работы канала АЦП.

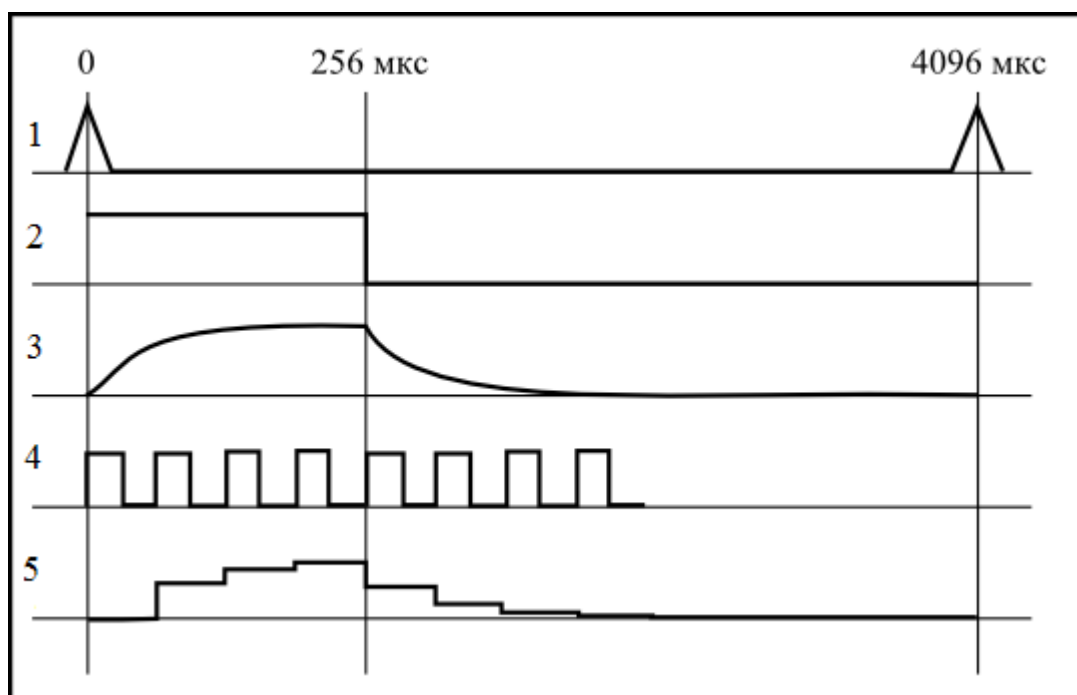




Рисунок 3.1. Временная диаграмма работы канала АЦП

Здесь 1 — сигнал пуска, генерируемый программой на ПК;  
 2 — импульс тока через ИК лазер или светодиод, длительность импульса можно задавать программно;  
 3 — импульс сигнала релаксации фотопроводимости на выходе усилителя и на входе IN АЦП;  
 4 — импульсы на тактовом входе CLK АЦП с частотой 2 МГц;  
 5 — оцифрованный сигнал релаксации фотопроводимости, записываемый в буферное ОЗУ, выводимый на экран и используемый для дальнейшей обработки и анализа.

Обработка результатов может проводиться двумя способами. Стандарт ГОСТ [7] предлагает считать время жизни как время, за которое сигнал падает в  $e$  раз. Стандарт ASTM [10] предлагает рассчитывать время жизни по обратной величине тангенса угла наклона логарифма кривой фотопроводимости в нижней её части. Для удобства анализа информации реализованы оба этих способа.

В статье [67] показана работоспособность данной схемы. Для создания волновода был выбран текстолит, с обеих сторон покрытый медью, так как это обеспечивает достаточную твёрдость конструкции при высоком значении проводимости поверхностного слоя. Так как генератор обладает очень большой частотой, было принято решение построить его непосредственно на поверхности волновода, путём вытравливания промежутков между определёнными областями проводящей поверхности и напайки SMD-элементов. Таким образом количество шума и наводок, улавливаемых выводами, будет минимизировано, а пространство будет использовано наиболее оптимально. Для подстройки частоты используется переменный резистор, который при помощи проводов выводится за пределы колебательного контура. От выходящего с детекторного диода сигнала при помощи конденсатора отсекается постоянная составляющая, и регистрируется только переменная. Для освещения полупроводника ИК светодиода, ток на котором регулируется пользователем. ИК светодиод помещается внутри резонатора в металлической трубке диаметром 2 мм. Исходя из данных условий схема измерителя времени жизни выглядит следующим образом (рис. 3.2):

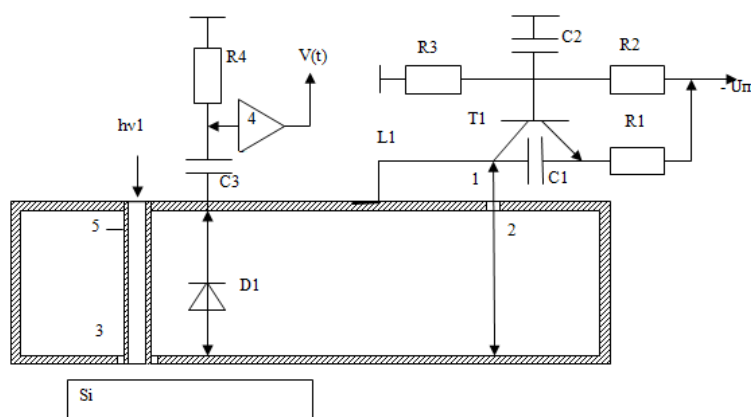


Рисунок 3.2. Схема детекторной части измерителя ВЖ ННЗ

Здесь 1 — генератор СВЧ излучения;  
 2 — антенна;  
 3 — круглое отверстие для выхода СВЧ излучения;  
 4 — усилитель аналогового выходного сигнала;  
 5 — трубка для ИК светодиода.

Питание генератора составляет 15 В. На ИК светодиод подаётся прямоугольный сигнал с регулируемой скважностью и амплитудой. Осциллограмма сигнала светодиода представлена на рис. 3.3. Такой режим засветки соответствует требованиям стандарта [10] для импульсного источника.

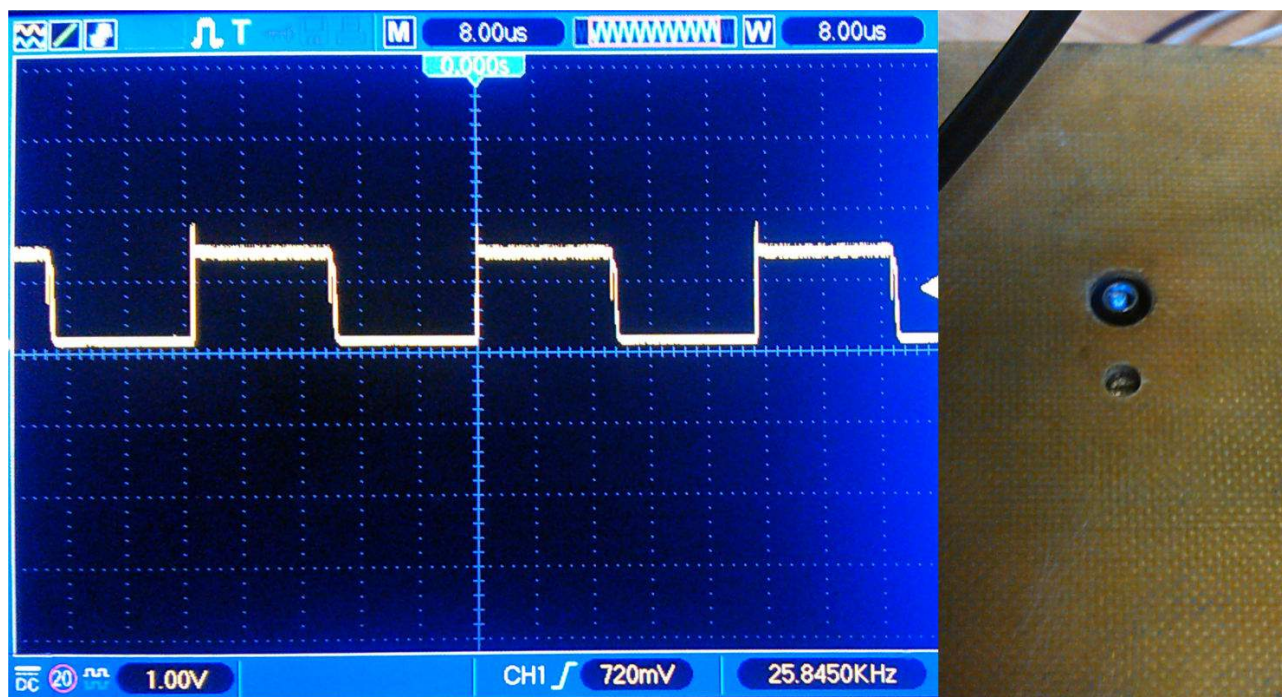


Рисунок 3.3. Осциллограмма и работа ИК светодиода.

Частота мерцания ИК светодиода составляет 25 кГц. На светодиод подаётся прямоугольный импульс продолжительностью 20 мкс. Возникающие всплески при включении и выключении сигнала, вероятно, обусловлены индукцией светоизлучающей системы и их устранение будет проведено на четвёртом этапе работы. Излучение регистрируется камерой на основе ПЗС матрицы, за счёт чего имеет голубоватый оттенок, что видно на рис. 3.3 слева. В момент включения засветки наблюдается рост концентрации ННЗ, из-за чего падает величина удельного электросопротивления. Это приводит к изменению уровня отражённого от образца СВЧ сигнала, что регистрируется детектором. В момент выключения засветки концентрация ННЗ начинает экспоненциально снижаться, что также регистрируется детектором. Как показано в [67], для измерения ВЖ лучше использовать переменную составляющую выходного сигнала. На рис. 3.4 показана осциллограмма спада ФП в соответствии с моментами засветки.

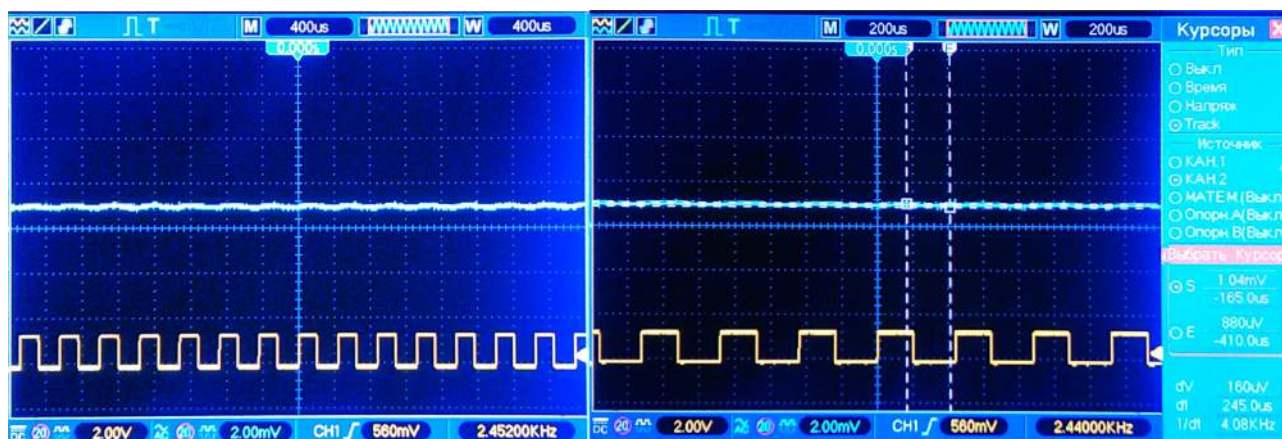


Рисунок 3.4. Осциллограмма выходного сигнала спада ФП. Слева видны повторяющиеся

экспоненты спада и роста сигнала. Справа показано напряжение в характерных точках.

Так как выходной сигнал достаточно мал (в районе 0,1 мВ), его необходимо усиливать. Для этого был использован измерительный усилитель, построенный на четырёх операционных усилителях TL074. Схема измерительного усилителя представлена на рис. 3.5. Расчётный коэффициент усиления схемы на постоянном токе составляет 34 раз или 30 dB. Теоретически усиление вполне может быть повышено на порядок, однако в этом случае граничная частота усилителя значительно упадёт, из-за чего результаты расчётов будут искажены, либо потребуются использование более высокоскоростных усилителей.

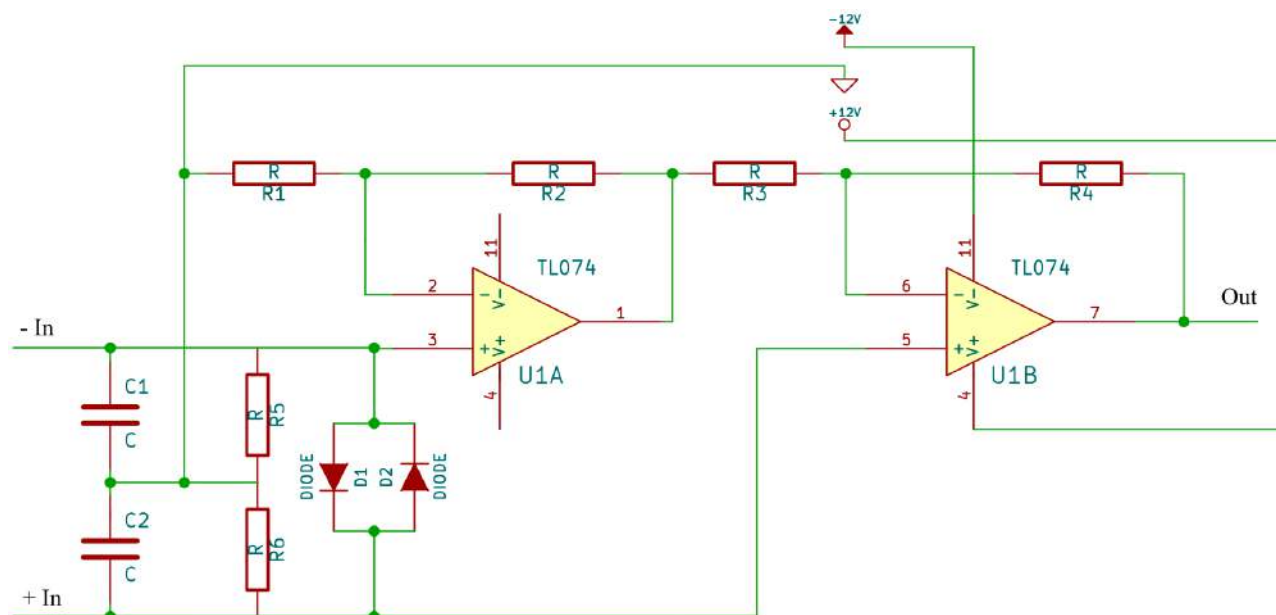


Рисунок 3.5. Схема измерительного усилителя для выходного сигнала. Дифференциальные входы «+In» и «-In». Выход — Out относительно средней точки питания.

### 3.2. Измерения ВЖ кремниевых образцов по спаду фотопроводимости

Для подтверждения работоспособности прибора были проведены измерения стандартного набора СОП «ГИРЕДМЕТ» 048-0527-260-2009. Измерение проводится многократно, после чего результаты усредняются для увеличения точности. Типичная усиленная инвертированная результирующая кривая представлена на рис. 3.6.



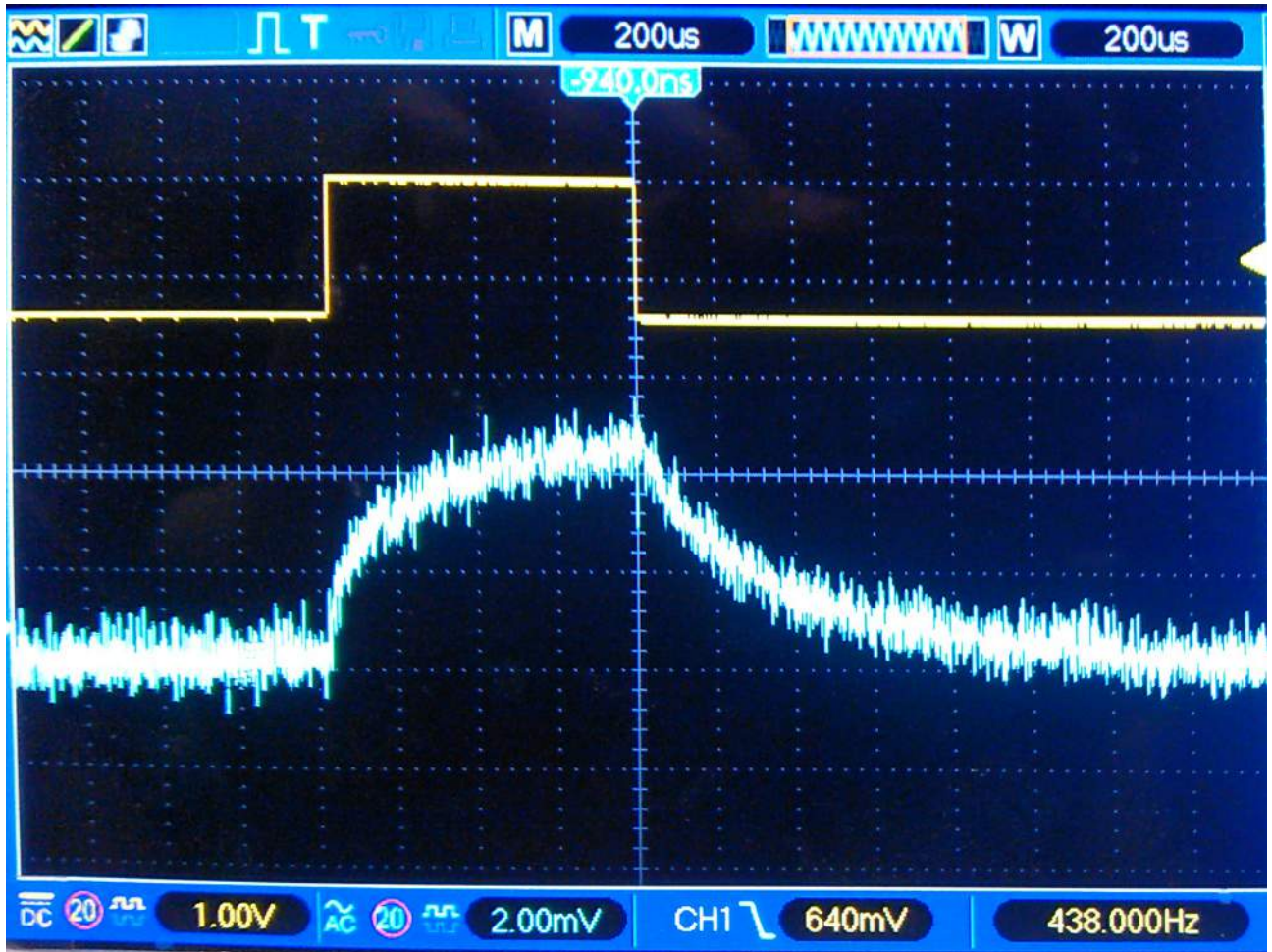


Рисунок 3.6. Зависимость выходного сигнала (жёлтая линия) и напряжения на ИК лазере (синяя линия) от времени.

Как видно из рис. 3.6, амплитуда выходного сигнала увеличилась до 5 мВ, что уже достаточно для анализа. Вместе с тем значительный шум (естественный для таких значений) мешает определять время жизни со значительной точностью, однако для примерной оценки её достаточно. Так, на рис. 3.7 показан анализ измерений.

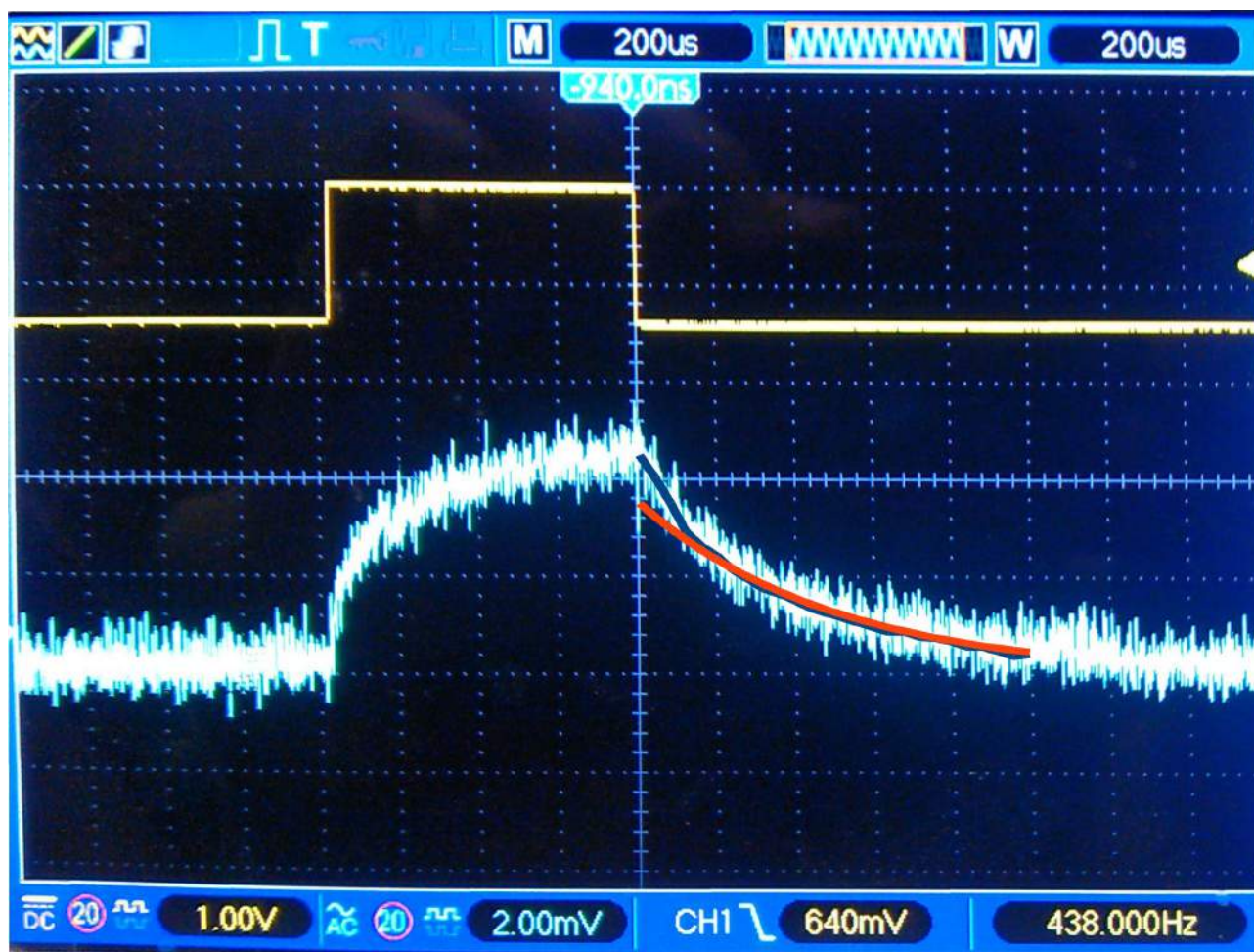


Рисунок 3.7. Инвертированный выходной сигнал (голубая линия), усреднённый выходной сигнал (синяя линия) и экспоненциальный спад с характерным временем 1080 мкс (красная линия).

Как видно из рис. 3.7, фотопроводимость спадает в нижней части кривой в  $\epsilon$  раз примерно за  $1000 \pm 100$  мкс ( $4 \pm 1$  делений), что удовлетворяет известным параметрам измеряемого образца ( $\tau_v = 1020$  мкс). Во второй половине (ниже 45%) кривая спада достаточно точно совпадает с теоретической кривой для данного образца. Искажение кривой в верхней её части может быть обусловлено поверхностными эффектами и высоким уровнем инжекции. Эти факторы нивелируются при помощи рекомендаций стандартов [10, 46]. Это говорит о работоспособности устройства и выбранной схемы усиления. Дальнейшее уменьшение шумов и увеличение амплитуды полезного сигнала будет произведено в ходе отработки схемы.

Для уменьшения шумов были предприняты следующие шаги:

- детектор помещён на неподвижное основание;
- все провода разнесены и закреплены максимально далеко во избежание наводок;
- источники напряжения стабилизированы и соединены при помощи общей земли.

Результаты измерений с их анализом приведены на рис. 3.8 — 3.14. Сигнал неинвертирован. Для каждого измерения получены данные по усреднённому сигналу, также на изображение наложен экспоненциальный спад с характерным временем жизни приблизительно совпадающим с известным. Наложение проводилось в соответствии с рекомендациями стандартов SEMI [10, 46], то есть совмещение производилось по точке 45% от максимального уровня сигнала.



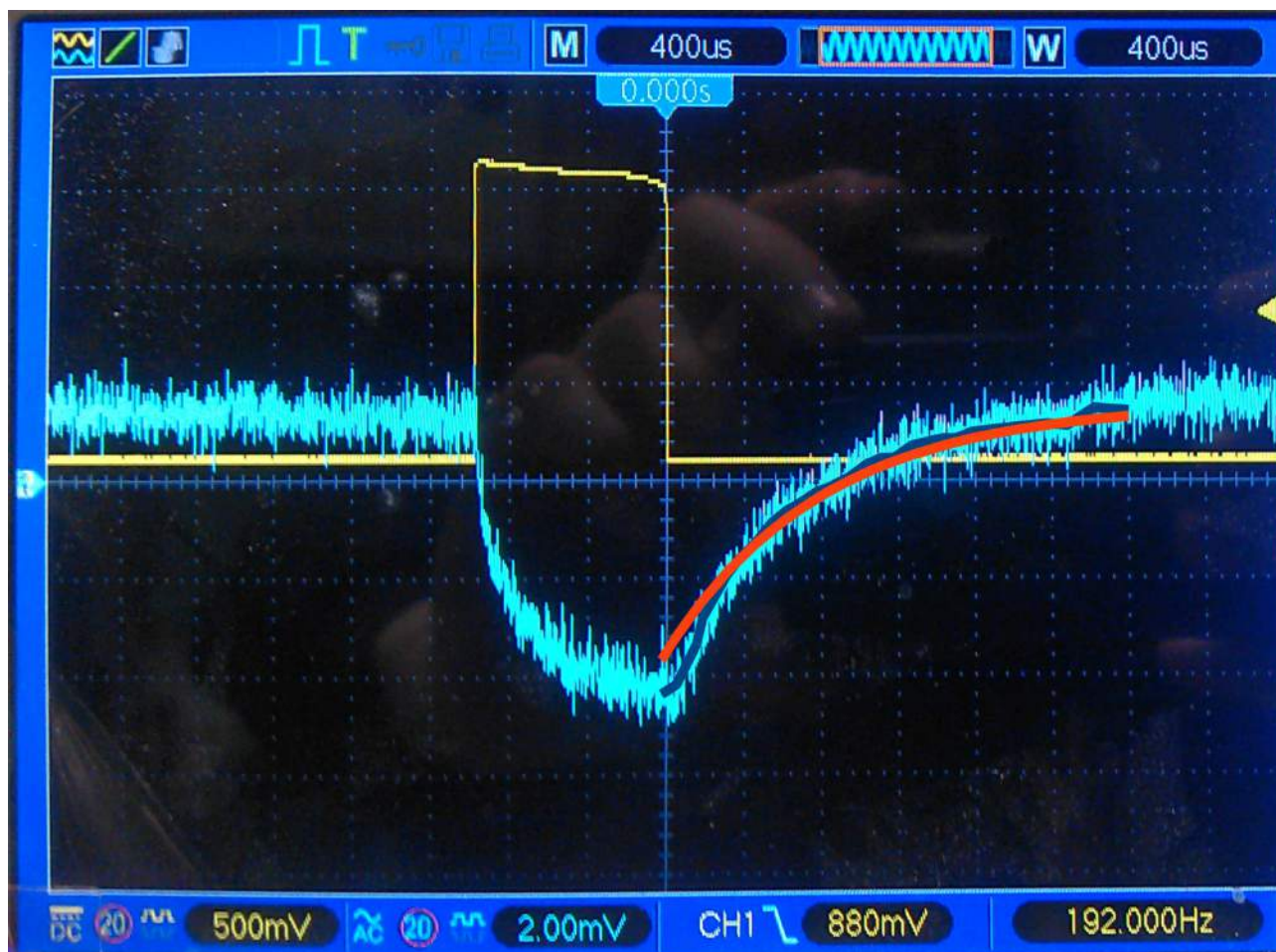


Рисунок 3.8. Выходной сигнал (голубая линия) для образца № 2 ( $\tau_{eff} = 804$  мкс), усреднённый сигнал (синяя линия) и экспоненциальный спад с характерным временем 800 мкс (красная линия).

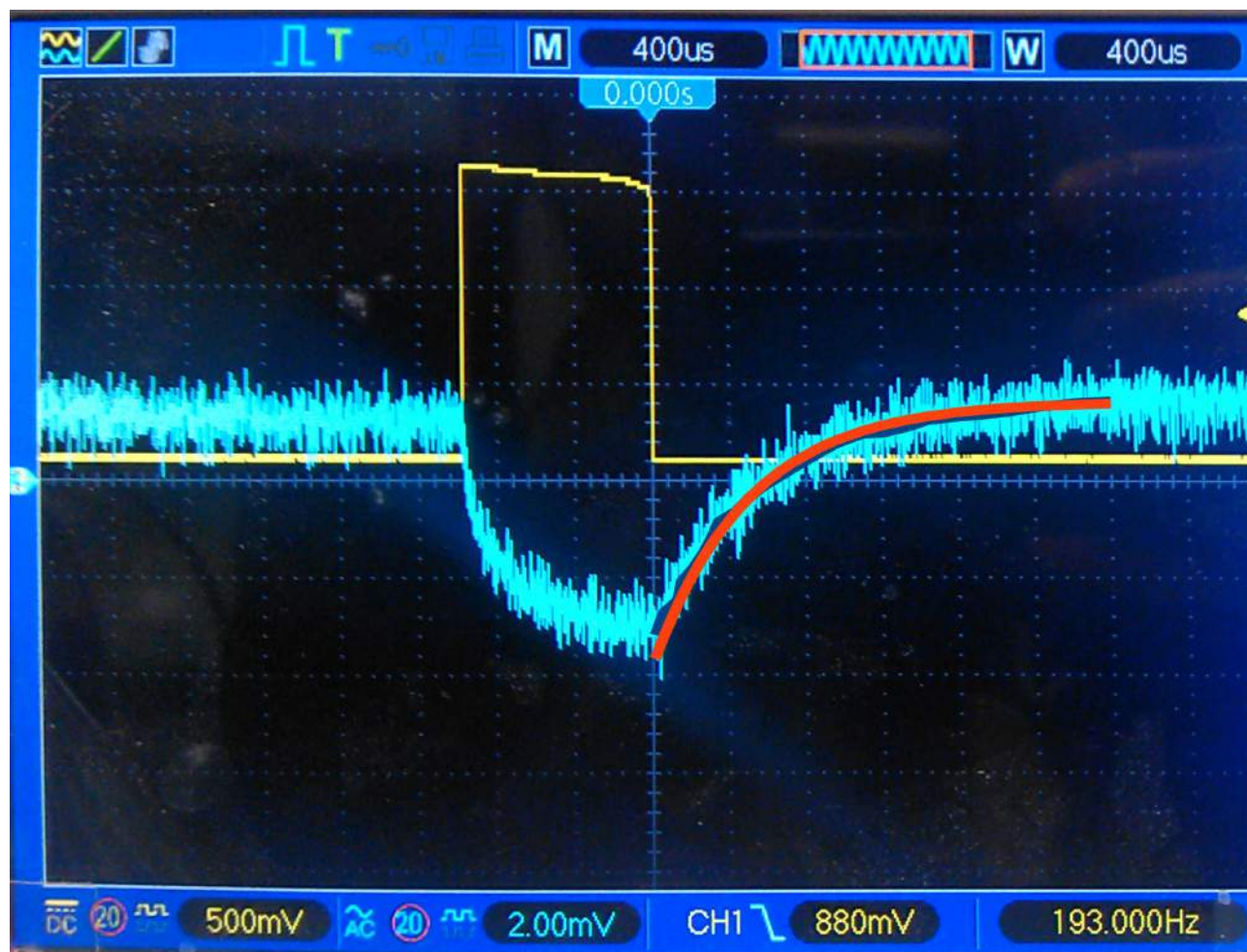


Рисунок 3.9. Выходной сигнал (голубая линия) для образца № 3 ( $\tau_{\text{eff}} = 494$  мкс), усреднённый сигнал (синяя линия) и экспоненциальный спад с характерным временем 500 мкс (красная линия). Жёлтой линией обозначен сигнал на ИК лазере.



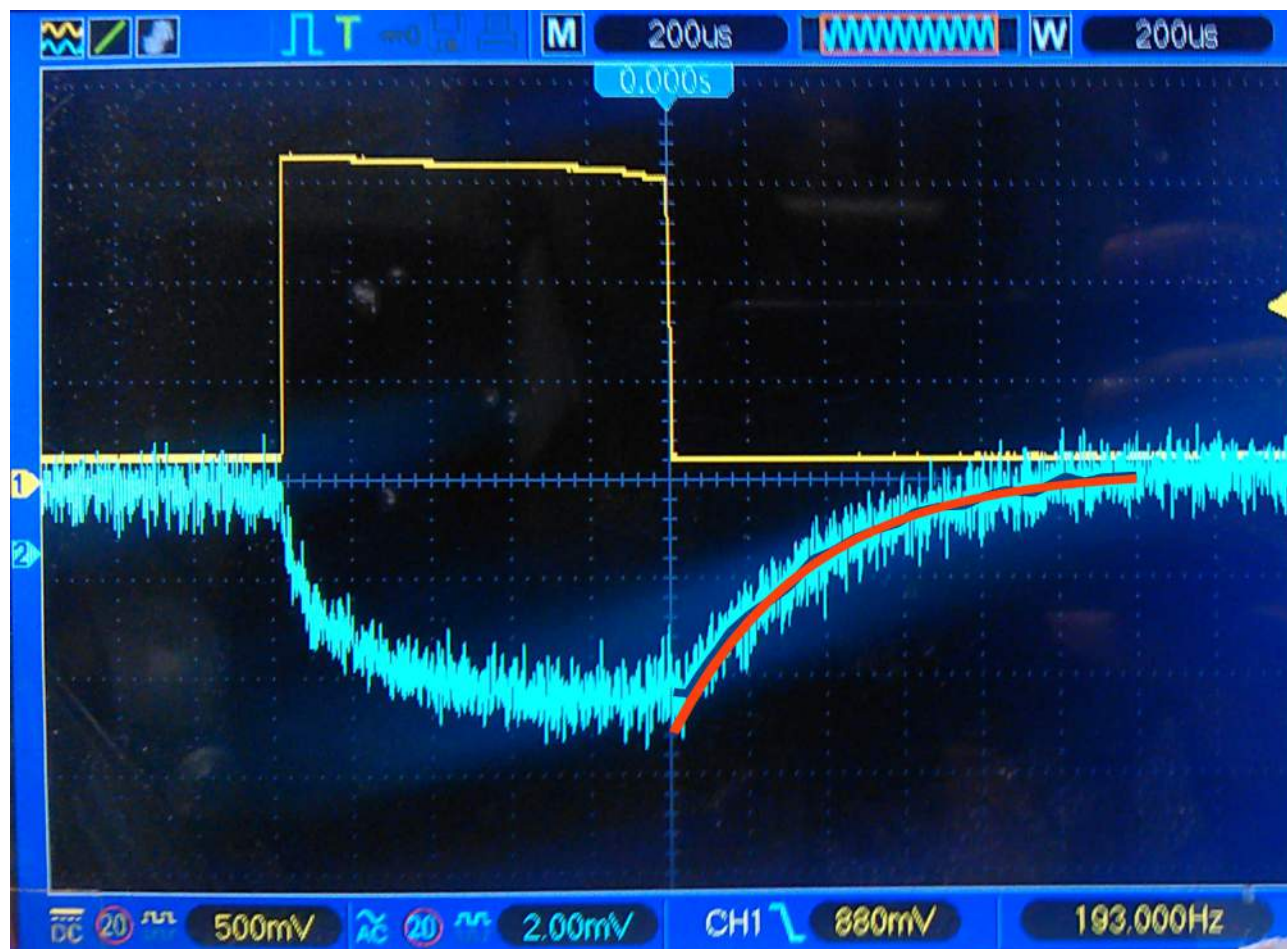


Рисунок 3.10. Выходной сигнал (голубая линия) для образца № 4 ( $\tau_{\text{eff}} = 350$  мкс), усреднённый сигнал (синяя линия) и экспоненциальный спад с характерным временем 350 мкс (красная линия). Жёлтой линией обозначен сигнал на ИК лазере.



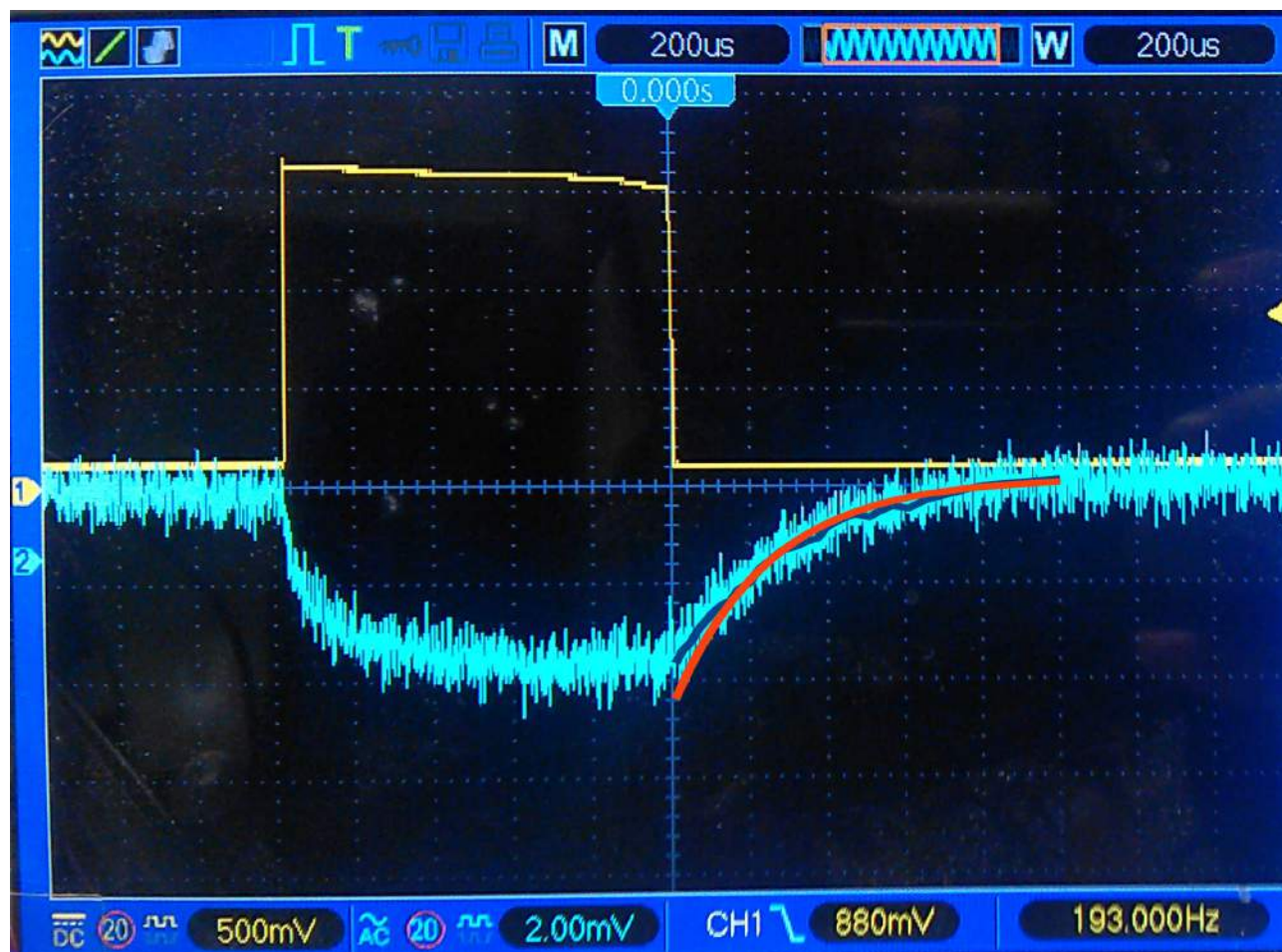


Рисунок 3.11. Выходной сигнал (голубая линия) для образца № 5 ( $\tau_{\text{eff}} = 257$  мкс), усреднённый сигнал (синяя линия) и экспоненциальный спад с характерным временем 250 мкс (красная линия). Жёлтой линией обозначен сигнал на ИК лазере.

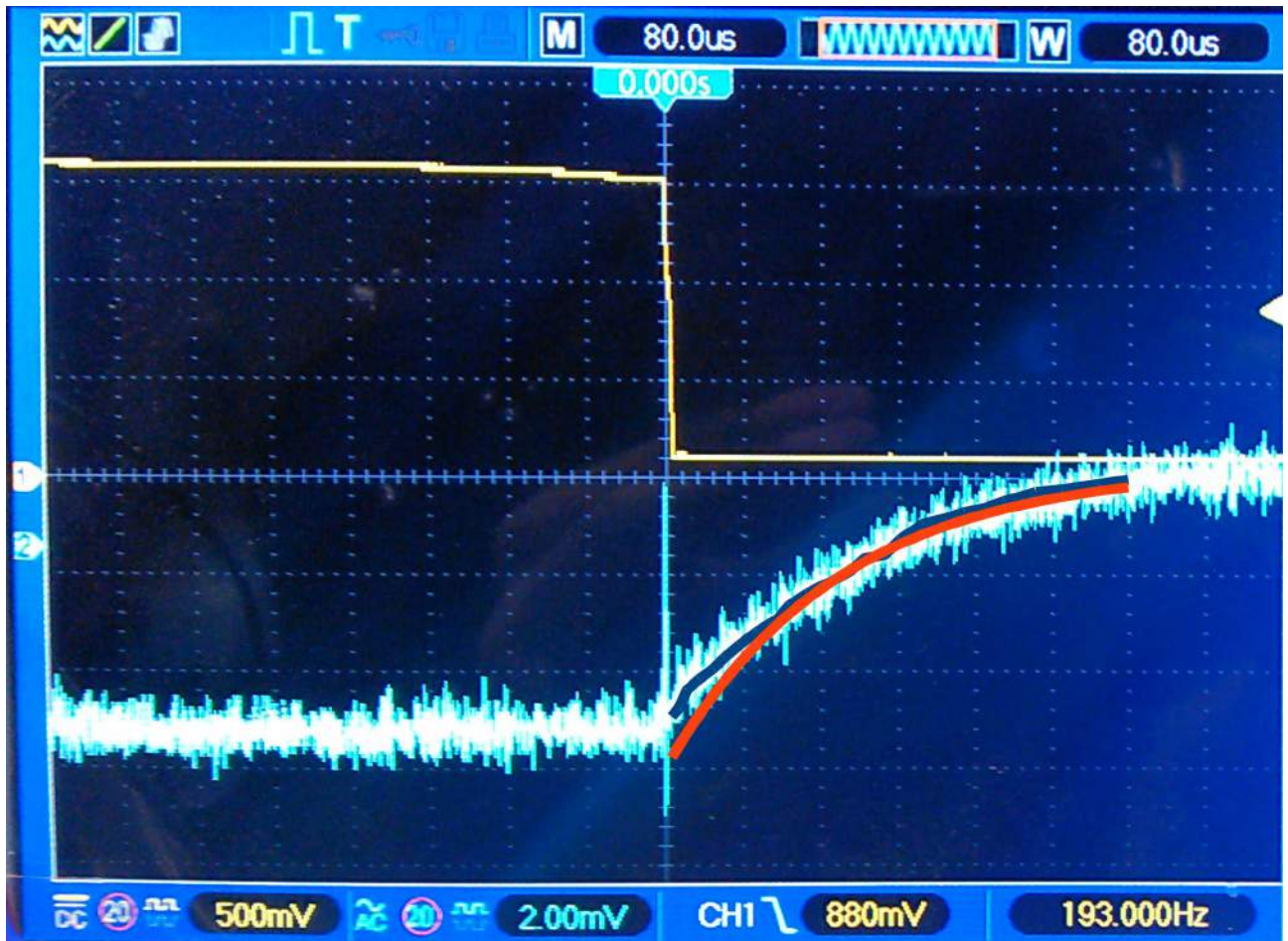


Рисунок 3.12. Выходной сигнал (голубая линия) для образца № 6 ( $\tau_{\text{eff}} = 177$  мкс), усреднённый сигнал (синяя линия) и экспоненциальный спад с характерным временем 180 мкс (красная линия). Жёлтой линией обозначен сигнал на ИК лазере.



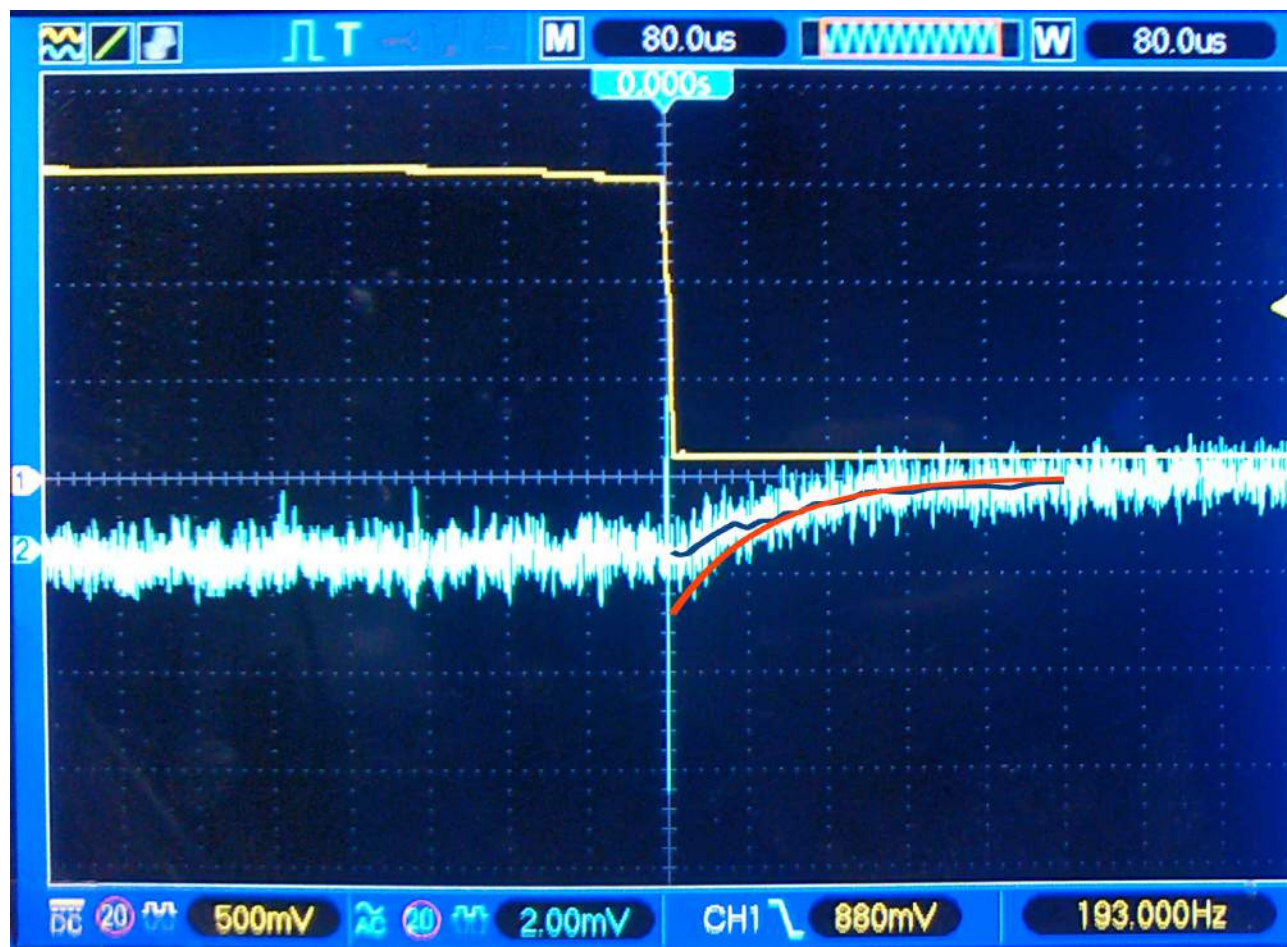


Рисунок 3.13. Выходной сигнал (голубая линия) для образца № 7 ( $\tau_{\text{eff}} = 93,7$  мкс), усреднённый сигнал (синяя линия) и экспоненциальный спад с характерным временем 95 мкс (красная линия). Жёлтой линией обозначен сигнал на ИК лазере.

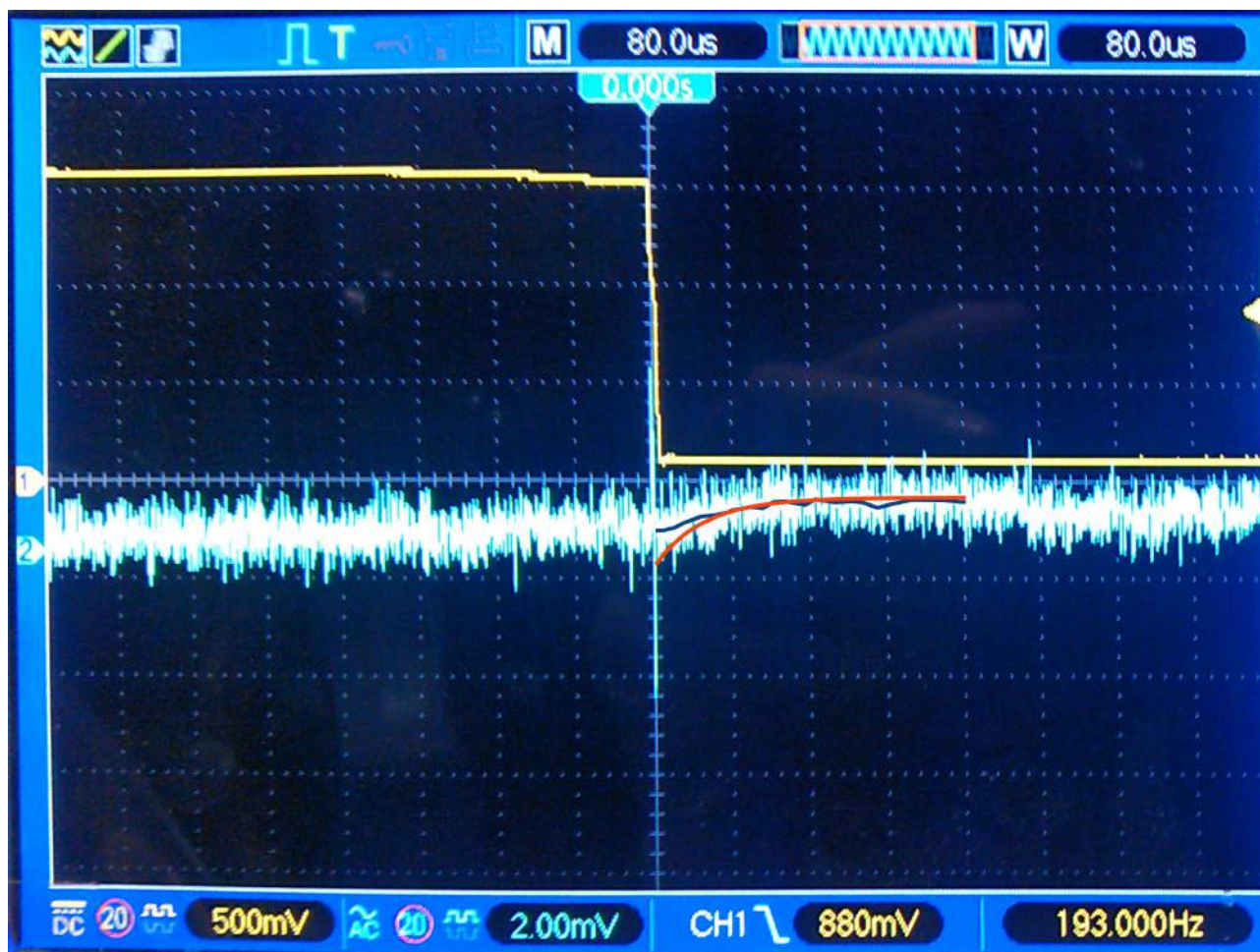


Рисунок 3.14. Выходной сигнал (голубая линия) для образца № 8 ( $\tau_{\text{eff}} = 52,9$  мкс), усреднённый сигнал (синяя линия) и экспоненциальный спад с характерным временем 50 мкс (красная линия). Жёлтой линией обозначен сигнал на ИК лазере.

Как видно, для образцов № 7 и № 8 (рис. 3.13 и 3.14 соответственно) выходной сигнал начинает снижаться настолько что амплитуда полезного сигнала становится сравнима с уровнем шума. Это связано с тем, что изменение эффективного ВЖ в образцах СОП «Гиредмет» производилось изменением толщины среза и для образцов №№ 7-9 толщина была уже меньше полутора миллиметров, на которые проникает вглубь образца СВЧ излучение (что следует из диаметра выходного отверстия равного 3 мм) и потому установка становится менее чувствительна. Впрочем, эта проблема может быть решена правильным подбором усилителя.

Результаты всех семи измерений с их обработкой по рекомендациям ASTM представлены на рис. 3.15.

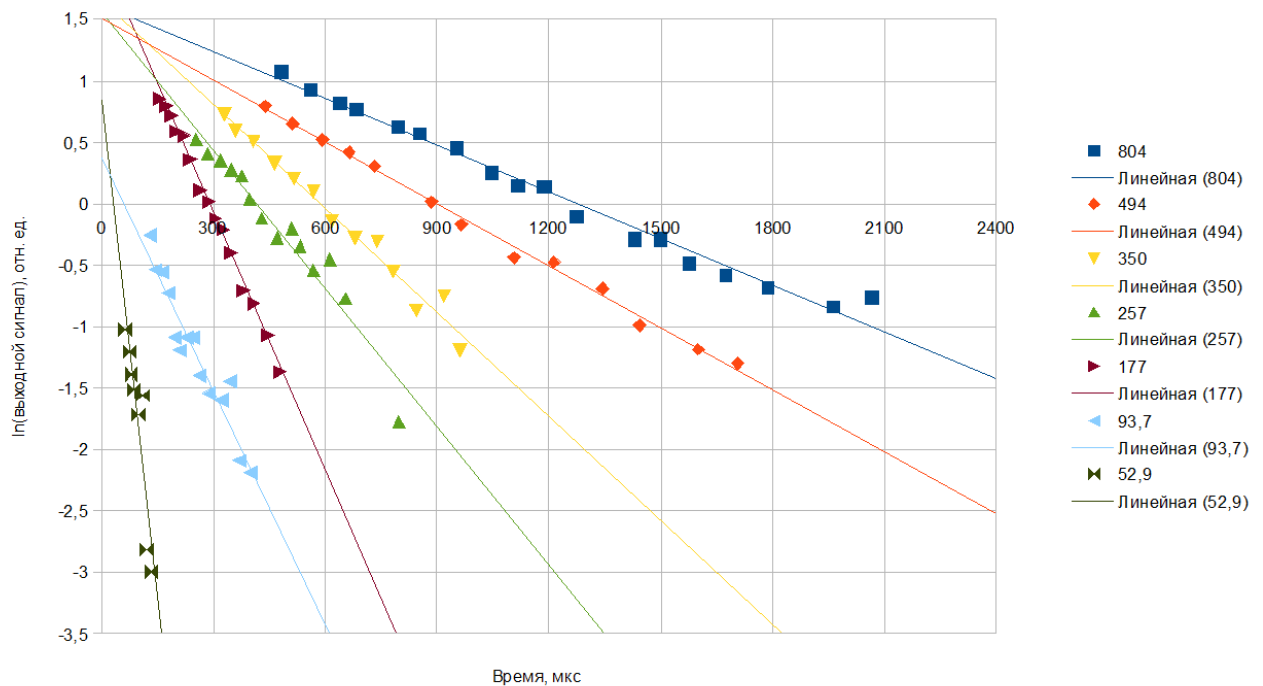


Рисунок 3.15. Зависимость логарифма выходного сигнала от времени.

На рис. 3.15 видно, что результаты измерений достаточно хорошо линейризуются. Рассчитанные из полученных данных времена жизни указаны в табл. 3.1.

Таблица 3.1. Результаты измерений ВЖ бесконтактным СВЧ методом.

№ образца	1	2	3	4	5	6	7	8
Известное ВЖ, мкс	1020	804	494	350	257	177	93,7	52,9
Измеренное ВЖ, мкс	1080	790	600	360	270	140	150	40
Отклонение, %	6,8	-2	21	1,5	3,5	-18	57	-30

Из результатов табл. 3.1 видно, что для толстых образцов (№ 2-5) отклонение от известного значения укладывается в 20%. Значительная ошибка для образца №3 вызвана, по-видимому, неудачным выбором времени цикла, которое было слишком малым для получения высокой точности измерения. Для образцов с толщиной менее глубины проникновения сигнала в образец (№ 7-8) точность измерения недостаточна для качественного измерения, однако даже в этом случае имеет место экспоненциальная зависимость выходного сигнала от времени. Это говорит о том, что метод действительно применим для измерения времени жизни монокристаллического кремния как минимум в пределах от 50 до 1000 мкс. Дальнейшее увеличение точности будет заключаться в корпусировании основных узлов устройства, автоматизации большинства происходящих процессов и совершенствовании аналитических систем.

### 3.3. Схема измерения и обработка результата

Хотя проводить измерения возможно и вручную при помощи осциллографа, тем не менее для устранения дополнительных шумов связанных с контактами, для большей устойчивости сигнала и для большего удобства желательно автоматизировать процесс генерации прямоугольных импульсов, посылаемых на ИК лазер, процесс сбора данных на выходе

детектора и процесс их анализа. Для этого были использованы и созданы управляющие и аналитические программы.

В качестве блока управления был использован модуль вычислителей MCU32-1 фирмы Fractal на основе микроконтроллера STM32F103RET6. Схема модуля приведена на рис. 3.16. В пользу такого выбора можно привести быстродействие модуля, составляющее 168 МГц, а также встроенная flash-память на 512 кБ, что достаточно для небольших программ. Модуль имеет выходной интерфейс USB, при помощи которого можно обмениваться информацией с ПК непосредственно в процессе измерения.

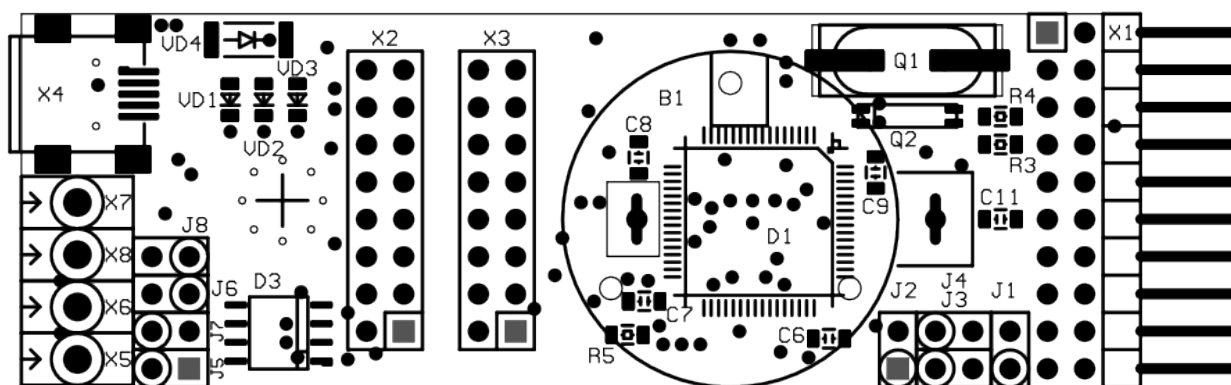


Рисунок 3.16. Схема расположения компонентов модуля MCU32-1

На рис. 3.16 отображены:

- кросс разъём X1, служащий для подключения модуля к линейке кросс модулей;
- разъём X2 внешних линий ввода-вывода;
- разъём X3 внешних линий ввода-вывода (не используются);
- mini USB-б разъём X4 для подключения к ПК и общения с ним по протоколу modbus и питания +5В;
- микроконтроллер D1 серии STM32;
- порты X5-6 и X7-8 используются для подключения модуля при помощи интерфейсов RS485 и CAN соответственно, однако эта возможность не используется.

Управляющая программа действует в четыре этапа.

1. С первым пусковым сигналом запускается ИК лазер. Ток через лазер задаётся пользователем, а программа управляет им при помощи вывода X2.
2. Одновременно с запуском ИК лазера запускается измеритель, который с заранее заданной частотой записывает выходной сигнал с детектора.
3. В заранее определённый момент управляющая программа отключает питание лазера, таким образом убирая освещение с образца, спад фотопроводимости также записывается в память модуля.
4. Результат измерений проходит через АЦП, преобразуется в числовую форму, после чего передаётся на ПК для дальнейшего анализа. При необходимости цикл операций повторяется.

Пусковой сигнал инициируется пользователем. Частота тактового входа АЦП зависит от продолжительности измерения, которое задаётся пользователем исходя из предполагаемого времени релаксации с тем расчётом что избыточные носители должны успеть релаксировать до уровня 5% от максимального. Также пользователь указывает число повторных измерений для того чтобы при усреднении получить более точный результат.

Обработка результата производится на ПК. Аналитическая программа записывает в память



ПК полученные по протоколу USB данные в виде единиц времени и массива выходных данных детектора в относительных единицах. Выводить сигнал в вольтах не имеет смысла, так как управляя усилением (при помощи переменного резистора, добавленного к схеме усиления, указанной на рис. 3.5 между инвертирующими входами отдельных усилителей) можно менять уровень сигнала и его значение в вольтах не имеет никакого смысла. При многократном измерении аналитическая программа записывает в память все полученные кривые и после измерения находит усреднённую кривую, которая за счёт усреднения получается более точной. Затем аналитическая программа выводит результат в следующем виде:

- на экране программы отображается кривая нарастания и спада фотопроводимости, она служит в том числе и для визуальной оценки правильности работы программы и точности полученных данных;
- по всей кривой спада фотопроводимости рассчитывается ВЖ согласно стандарту ГОСТ, который определяет ВЖ как время, за которое сигнал фотопроводимости спадает в 2,718 раз;
- по нижней части кривой спада фотопроводимости определяется ВЖ согласно стандарту ASTM, который определяет ВЖ как тангенс угла наклона логарифма релаксационной кривой в нижней её части (от 45 до 5%);
- далее аналитическая программа позволяет сохранить результат измерения в файл и провести новую серию измерений.

### 3.4. Анализ работы измерителя величины ВЖ

Работоспособность установки была показана в п. 3.2. Для дальнейших измерений были использованы пластины монокристаллического кремния р- и n-типа, пассивированные различными способами, из-за чего менялась скорость поверхностной рекомбинации, и соответственно поверхностное время жизни. Данные пластин приведены в табл. 3.2. Две партии пластин были получены из двух материалов: КБО-П (р-тип) для первой партии и КПД-1П (n-тип) для второй. В каждой партии первая пластина являлась исходной, её толщина составляла 350 мкм. Вторая была пассивирована при помощи пиролитического окисления. С третьей и четвёртой был проведён термический отжиг в сухом кислороде при температурах 1050°C и 1150°C соответственно.

Таблица 3.2. Параметры пластин

Тип обработки	ВЖ для пластин n-типа, мкс	ВЖ для пластин р-типа, мкс
Исходная пластина	$2,7 \pm 0,2$	$8,9 \pm 0,5$
Пиролитическое окисление	$27,4 \pm 0,6$	$45,3 \pm 5,9$
Термический отжиг при 1050°C	$10,1 \pm 2,2$	$4,5 \pm 0,7$
Термический отжиг при 1150°C	$1,9 \pm 0,2$	$2,1 \pm 0,7$

Для образца 1 значение эффективного ВЖ  $\tau_{\text{eff}}$  находилось в интервале 4-5 мкс, в зависимости от точки измерения на поверхности образца.

Для образца 2 значения  $\tau_{\text{eff}}$  находились в интервале 40-160 мкс в зависимости от точки на поверхности образца. Существенным фактором оказалась и на какой поверхности проводятся измерения. Более низкие значения времени жизни  $\tau_{\text{eff}}$  характерны для рабочей (полированной) поверхности образца (максимальное значение  $\tau_{\text{eff}} = 40$  мкс). Такое различие может быть связано с различным пассивирующим действием пиролитического окисла из-за его структуры и толщины, что определяется поверхностной рекомбинацией  $\text{NH}_3$ .

Для образца 3 значения  $\tau_{\text{eff}}$  находились в интервале 8-20 мкс в зависимости от точки на поверхности образца. Различие между поверхностями образца было не существенно.

Для образца 4 значения  $\tau_{\text{eff}}$  находились в интервале 1,5-3 мкс в зависимости от точки на

поверхности образца. Различие между поверхностями образца было не существенно.

Данные измерения были использованы для анализа производственных особенностей создания рiп-диодов. Как видно из табл. 3.2, время жизни ННЗ в пластине с дырочной i-областью выше, чем в пластине с электронной i-областью. Это значит, что пластины с дырочной i-областью более устойчивы к термообработкам. Также можно отметить, что высокотемпературная термообработка пластин высокоомного кремния существенно понижает время жизни ННЗ, в том числе его объёмную составляющую. Исходя из полученных значений была предпринята попытка определить рекомбинационные центры в соответствии с теорией Шокли-Рида-Холла [74-76].

Зная

$$n_0 = n_i^2/N_a \text{ при } p_0 = N_a, \quad p_0 = n_i^2/N_d \text{ при } n_0 = N_d, \quad (3.1)$$

и

$$p_1 = N_v \cdot \exp\left(\frac{-(E_{ij} - E_v)}{kT}\right), \quad n_1 = N_c \cdot \exp\left(\frac{-(E_{ij} - E_v)}{kT}\right), \quad (3.2)$$

Общее уравнение Шокли-Рида-Холла имеет вид:

$$\tau_0 = \tau_{n0} \frac{p_0 + p_1}{p_0 + n_0} + \tau_{p0} \frac{n_0 + n_1}{p_0 + n_0} \quad (3.3)$$

Соответственно,

$$\tau_{eff} = \frac{1}{\gamma_{ijn} N_j} \cdot \frac{p_0 + p_1}{p_0 + n_0} + \frac{1}{\gamma_{ijp} N_j} \cdot \frac{n_0 + n_1}{p_0 + n_0} \quad (3.4)$$

Если обозначить:

$$\left(\frac{1}{\gamma_{ijn}}\right) \cdot \left(\frac{p_0 + p_1}{p_0 + n_0}\right) = A_n, \quad \left(\frac{1}{\gamma_{ijp}}\right) \cdot \left(\frac{n_0 + n_1}{p_0 + n_0}\right) = B_n$$

тогда

$$N_j = \frac{A_n + B_p}{\tau_{eff}} \quad (3.5)$$

Зная это, можно рассчитать концентрацию равновесных носителей заряда, величину равновесной концентрации электронов в зоне проводимости и дырок в валентной зоне, когда уровень Ферми совпадает с уровнем ловушки, то есть:

$$\begin{aligned} E_{ij} - E_v &= F - E_v = kT \cdot \ln\left(\frac{N_c}{n}\right), \\ E_c - E_{ij} &= E_c - F = kT \cdot \ln\left(\frac{N_v}{p}\right) \end{aligned} \quad (3.6)$$

Значения  $\gamma_{jn}$  и  $\gamma_{jp}$  рассчитаны по данным SEMI [10] учитывая что  $\gamma = 1/(\tau N)$  и указаны в табл. 3.3. Из уравнения Шокли-Рида-Холла извлекаются концентрации рекомбинационных центров для каждого образца, эти результаты показаны в таблице 3.4.



Таблица 3.3. Параметры рекомбинационных центров

Тип центра	$\gamma_{jn}$ , $1/(\text{см}^{-3}\text{с})$	$\gamma_{jp}$ , $1/(\text{см}^{-3}\text{с})$	$E_j - E_v$ , эВ
Fe	$5,49 \cdot 10^{-7}$	$6,6 \cdot 10^{-8}$	0,4
Fe-B	$5 \cdot 10^{-6}$	$6 \cdot 10^{-7}$	0,45

Таблица 3.4. Данные по концентрациям носителей заряда и рекомбинационных центров

	$p_0$ , $\text{см}^{-3}$	$n_0$ , $\text{см}^{-3}$	$p_1$ , $\text{см}^{-3}$	$n_1$ , $\text{см}^{-3}$	$N_j$ (обр.2), $\text{см}^{-3}$	$N_j$ (обр.3), $\text{см}^{-3}$	$N_j$ (обр.4), $\text{см}^{-3}$
p-тип	$2,2 \cdot 10^{12}$	$5,5 \cdot 10^7$	$2,2 \cdot 10^{12}$	$6 \cdot 10^{12}$	$6,8 \cdot 10^{11}$	$4,5 \cdot 10^{12}$	$2,4 \cdot 10^{13}$
n-тип	$1,5 \cdot 10^8$	$8,2 \cdot 10^{11}$	$3 \cdot 10^{11}$	$8,2 \cdot 10^{11}$	$1,7 \cdot 10^{12}$	$6,9 \cdot 10^{12}$	$1,5 \cdot 10^{13}$

Из данных табл. 3.4 видно, что при увеличении температуры окисления уменьшается концентрация рекомбинационных центров. Концентрация рекомбинационных центров в пластине с дырочной i-областью намного меньше, чем в пластине с электронной i-областью, что объясняет повышенное значение времени жизни ННЗ в p-пластине.

Выводы, сделанные по результатам измерений были использованы на производстве СВЧ рiп-диодов с высокими значениями пробивных напряжений.

Были проведены сравнительные измерения пластин, полученных из одного слитка, но имеющих разную толщину. Исходный слиток с  $\tau_{\text{eff}}$  900 мкс был разделен на 10 пластин, и каждая из них была последовательно измерена в центре. Результаты приведены в табл. 3.5.

Таблица 3.5. Результаты измерений времен жизни пластин различной толщины.

Номер образца	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Толщина, мм	0,45	0,6	0,83	0,91	1,22	1,25	1,43	2	4,98
ВЖ, мкс	8,76	15,8	46,7	56,1	98,1	106	140	235	600

Так как образцы были получены из одного слитка, объёмное время жизни в них можно считать приблизительно равным. Поверхность образцов не пассивирована и обработана сходным образом, что означает одинаковую скорость поверхностной рекомбинации в районе 50000 см/с. Как видно, при уменьшении толщины образца время жизни спадало. Стандарт ASTM [10] рекомендует производить измерения ВЖ в том случае если  $\tau_v$  не более чем в 10 раз превышает  $\tau_s$ . Легко видеть, что для не пассивированных пластин это условие выполняется в случае если толщина образца превышает диффузионную длину. Для времени жизни в районе 1000 мкс диффузионная длина приблизительно равна 1 мм, т.о. для образцов 5-9 применима формула 2.6. На рис. 3.17 показана зависимость эффективного ВЖ от толщины образца.

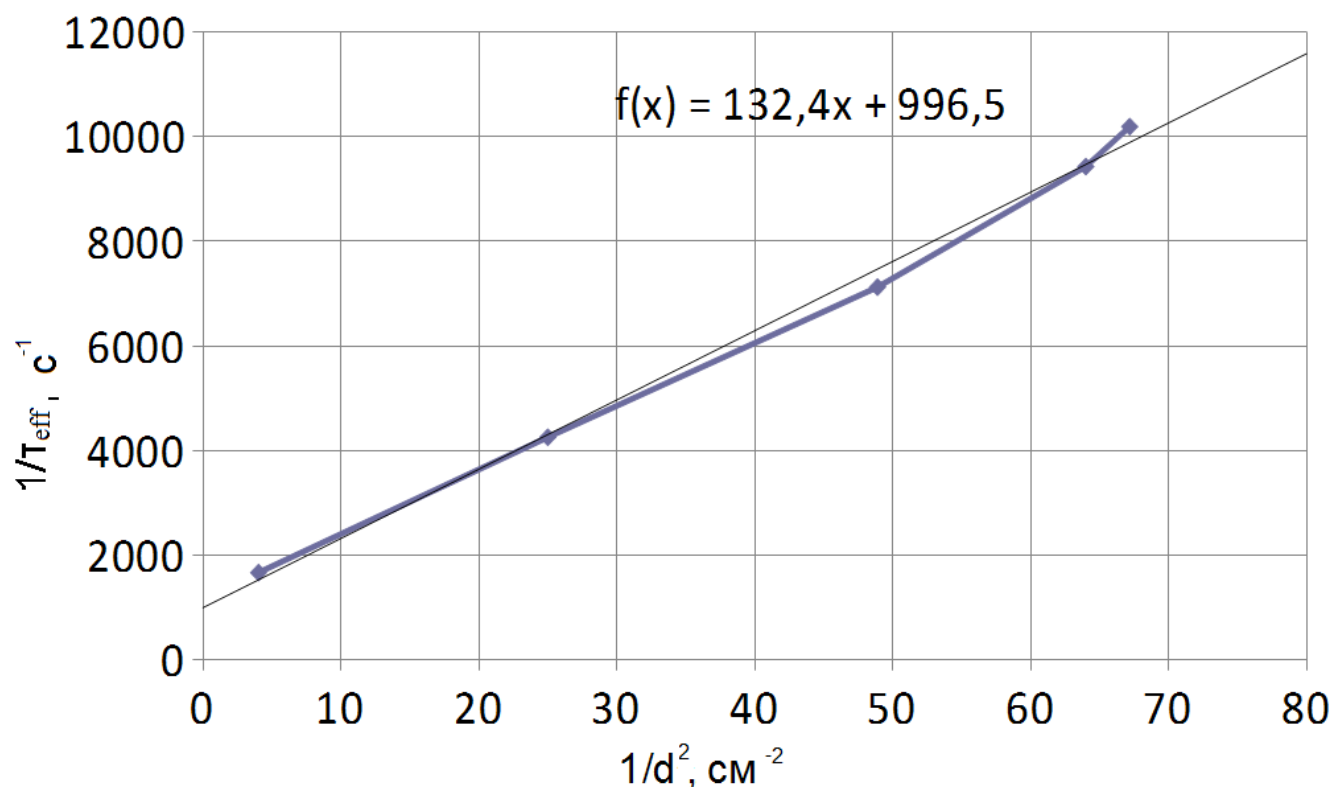


Рисунок 3.17. Соотношение между толщиной пластины и измеренным эффективным ВЖ

Анализ зависимости показывает, что коэффициент диффузии в образцах равен  $13 \pm 1 \text{ см}^2/\text{с}$ , что сходится с данными стандарта [73]. Объемное время жизни равно  $1100 \pm 200$ . Результаты моделирования в сравнении с результатами измерений для данных  $\tau$ ,  $D$  и  $d$  приведены в табл. 3.6. Как видно, результаты измерений достаточно хорошо совпадают с теоретическими.

Таблица 3.5. Сравнение результатов моделирования с данными измерений времен жизни пластин различной толщины.

Номер образца	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Толщина, мм	0,45	0,6	0,83	0,91	1,22	1,25	1,43	2	4,98
Измеренное ВЖ, мкс	8,76	15,8	46,7	56,1	98,1	106	140	235	600
Моделированное ВЖ, мкс	18	31	56	67	109	117	148	249	638
Откл. От расч, %	-51	-49	-19	-16	-10	-10	-5	-6	-6

Как видно, при увеличении толщины образца точность измерений возрастает. Малое измеренное время жизни для тонких образцов 1 и 2, вероятно, связано с тем, что при разрезании исходного слитка вблизи поверхности образовался нарушенный слой значительной толщины, что несколько уменьшило значение ВЖ в объеме.

Прибор для измерения времени жизни неравновесных носителей заряда используется для контроля параметров ядерно-легированного монокристаллического кремния, производство которого осуществляется на технологической линии, действующей на реакторе ВВР-ц в филиале АО «НИФХИ им. Л.Я. Карпова». Параметры используемой установки соответствуют заявленным паспортным данным. Установка для измерения времени жизни бесконтактным СВЧ методом применяется в ЦЗЛ НПП ТЭЗ для контроля параметров монокристаллического кремния, использующего в процессе производства продукции. Параметры используемой установки соответствуют заявленным паспортным данным. Установка для измерения времени

жизни бесконтактным СВЧ методом используется для контроля параметров монокристаллов кремния в цехе по производству кремниевой продукции в ФГУП «Научно-исследовательский институт приборов».

Проведенная апробация говорит о работоспособности установки для измерения времени жизни неравновесных носителей заряда бесконтактным СВЧ методом.

#### Глава 4. Разработка конструктивного исполнения измерителя удельного электросопротивления бесконтактным СВЧ методом

Удельное электросопротивление полупроводникового материала является одной из его важнейших потребительских характеристик. При этом многие технологии, которые были разработаны для измерения этой величины прежде, отработанные и сертифицированные, не удовлетворяют требованиям, которые необходимы при переходе производства к микронным, субмикронным и наноразмерным технологиям. Зондовые методики измерения не позволяют производить неразрушающие измерения тонких слоёв, а большинство бесконтактных измерителей не способны детектировать процессы, происходящие в субмикронных структурах. Требуется новая методика, которая позволила бы совместить бесконтактные измерения с высокой точностью и повторяемостью, которую могут позволить лишь методы, непосредственно измеряющие физические характеристики материала.

##### 4.1. Применение СВЧ детектора для измерения величины УЭС

Одним из новых методов измерения величины УЭС считается резонаторный бесконтактный СВЧ метод, основанный на эффекте поглощения СВЧ мощности свободными носителями заряда. Метод является бесконтактным, и потому не вносит в образец ни загрязнений ни дефектов, и вместе с тем он измеряет непосредственно количество свободных носителей заряда, от которого напрямую зависит величина удельного электросопротивления материала. Этот метод лишён недостатков описанных в [10]. Падающее и отражённое излучения в данном случае находятся в одной плоскости, однако разделены пространственно, что позволяет быстро и точно измерить падение СВЧ мощности.

Бесконтактный измеритель величины удельного электросопротивления можно применять как быстрый сортировщик образцов полупроводникового материала, так как время измерения на нём очень мало по сравнению с зондовыми методами. Однако для новых материалов, в том числе нанокompозитных пленок, бесконтактные измерители могут стать практически единственным доступным способом измерения поверхностного и удельного электросопротивления. Это связано с тем, что зондовые технологии существенно ограничены в пределах измерения: при толщине образца 1 мкм верхний предел измерения величины УЭС составляет десятки доли Ом·см при максимальном измеряемом сопротивлении 1 кОм. Дальнейшее уменьшение толщины ещё снижают верхний предел измерения.

В связи с тем, что непосредственные измерения величины удельного электросопротивления бесконтактными методами невозможны (чаще всего измеряется количество свободных носителей заряда, что обратно пропорционально величине удельного электросопротивления, или ёмкость ВЧ контура образующего вихревые токи, которые пропорциональны проводимости материала) разрабатываемое устройство должно иметь функцию непосредственной обработки получаемых данных, чтобы оператор не занимался пересчётом непрерывно поступающих значений. Для этого в разрабатываемый прибор должен быть встроен аналого-цифровой преобразователь, который преобразует напряжение с детектора в цифровой вид, а также микроконтроллер, который по имеющимся данным и заранее введенным калибровкам вычисляет величину удельного электросопротивления измеряемого материала. В то же время при наличии достаточно быстрого передаточного интерфейса можно передавать измеряемые значения сразу на ЭВМ, где они будут обрабатываться в режиме реального времени. Необходимая скорость передающего интерфейса напрямую зависит от скорости и сложности измерений: при средней скорости передачи на USB 2.0 интерфейсе в 33 Мбайт/секунду, скорость сообщения составит около 4 Мбайт/секунду, или 2 миллиона отправленных и 2 миллиона принятых сообщений в секунду. Таким образом при скорости общения более 1 миллиона сигналов в секунду (около миллиона оставят контроль сигнала, время перезагрузки и так далее) или при отправке более одного байта (что может понадобиться

для особо точных измерений) использовать внешний обработчик данных бессмысленно. Помимо того даже при выполнении указанных выше условий стоит учитывать что при сообщении в 4 Мбайт/секунду практически вся вычислительная мощность ЭВМ будет направлена на обработку получаемых через USB данных. Кроме того, сам USB интерфейс значительно снизит скорость передачи за счёт того что при получении сигнала с АЦП он будет регулярно обращаться к соответствующим дескрипторам, преобразователь интерфейсов будет считывать и пересчитывать информацию, и так далее. Таким образом реальная скорость измерения окажется ниже ещё на один-два порядка. Исходя из этих рассуждений было решено использовать внутренний обработчик данных, представленный в виде микроконтроллера фирмы «Fractal», а уже рассчитанные при помощи данного микроконтроллера значения отправлять на ЭВМ. В дальнейшем, когда будет разработан и опубликован стандарт USB 3.0, который даст возможность передавать информацию со скоростью на два порядка большей, станет возможным непосредственная передача измеряемых сигналов на ЭВМ с последующей их обработкой, переработкой и анализом.

Характеристики и принцип работы детекторной части защищены свидетельством об интеллектуальной собственности № 26-035-2010 ОИС от 24 ноября 2010 г. [20]. Принцип работы установки заключается в следующем. СВЧ генератор, построенный на резонаторе, выполненном в форме прямоугольного отрезка волновода, создаёт СВЧ волну с частотой 5 ГГц, которая при помощи антенны излучается внутрь резонатора. В одной из стенок волновода имеется круглое отверстие, через которое при помощи антенны СВЧ волны выходят из волновода. При установке измеряемого образца на данное отверстие, свободные носители заряда внутри материала поглощают часть СВЧ мощности. Изменение мощности детектируется, и в блок управления подаётся соответствующий сигнал. Там при помощи АЦП он преобразуется в числовую форму и попадает в управляющий процессор, где собирается и анализируется вся поступающая информация. Так как перевести детектируемый сигнал в единицы удельного электросопротивления достаточно сложно, прибор нуждается в предварительной калибровке по набору образцов с заранее известными величинами удельного электросопротивления. Из данных калибровки формируется один калибровочный массив, в соответствии с которым управляющий процессор выводит результат в требуемых единицах на блок индикации или пересылается в память ЭВМ при помощи USB-интерфейса.

Благодаря малой области анализа (выходное отверстие волновода имеет диаметр порядка 2 мм) можно проводить несколько измерений над одной структурой, измеряя величину удельного электросопротивления в разных точках. Объединив полученные данные в карту, можно сделать выводы о равномерности распределения удельного электросопротивления и, соответственно, примеси, по поверхности структуры. В свою очередь, сопоставляя наборы карт распределения удельного электросопротивления, можно сделать выводы о технологии создания подобных структур в целом.

Так как поглощение СВЧ сигнала свободными носителями заряда зависит от большого числа факторов, многие из которых трудноизмеримы, переменны или их измерение занимает довольно продолжительное время, то для точного определения параметров материала необходимо проводить калибровку, измеряя образцы с заранее известными параметрами и меняя заложенную в память компьютера калибровочную кривую. Выходной сигнал зависит прежде всего от толщины образца (так как выходное отверстие имеет известный диаметр в районе 2 мм) и его параметров.

Теоретически метод позволяет измерять концентрацию свободных носителей заряда независимо от структуры и механизмов проводимости [18]. Таким образом, его можно применять также для измерения величины удельного и поверхностного электросопротивления любых полупроводниковых материалов и структур, включая монокристаллический кремний, тонкие кремний-углеродные плёнки со структурой нанокмполиты и нитридные гетероструктуры AlGaIn/GaN. Ограничением является небольшая чувствительность, которая

находится в известных пределах сопротивлений и может меняться в зависимости от рабочей частоты устройства.

#### 4.2. Схема СВЧ детектора УЭС и принцип работы устройства

На рис. 3.2 была приведена электрическая схема установки, позволяющей производить измерения времени жизни неравновесных носителей заряда при помощи СВЧ метода. Схема измерителя УЭС необходимо несколько доработать с тем, чтобы он измерял постоянную составляющую выходного сигнала. Блок-схема измерителя приведена на рис. 4.1.

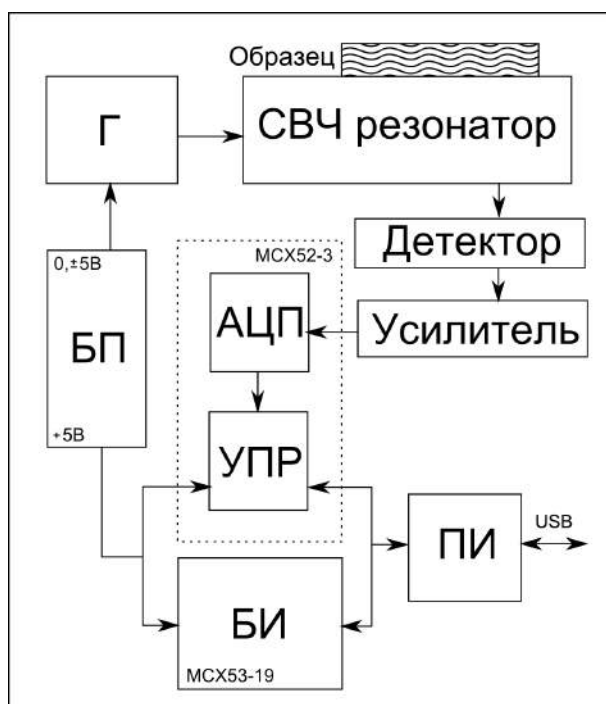


Рисунок 4.1. блок-схема установки для измерения величины удельного электросопротивления бесконтактным СВЧ методом. Г — СВЧ генератор; БП — блок питания; АЦП — аналого-цифровой преобразователь; УПР — управляющий процессор; ПИ — передаточный интерфейс; БИ — блок индикации.

Для измерения времени жизни неравновесных носителей заряда по спаду фотопроводимости в [67] анализируется модулированная часть сигнала. Схема, позволяющая измерять постоянную часть сигнала представлена на рис. 4.2.

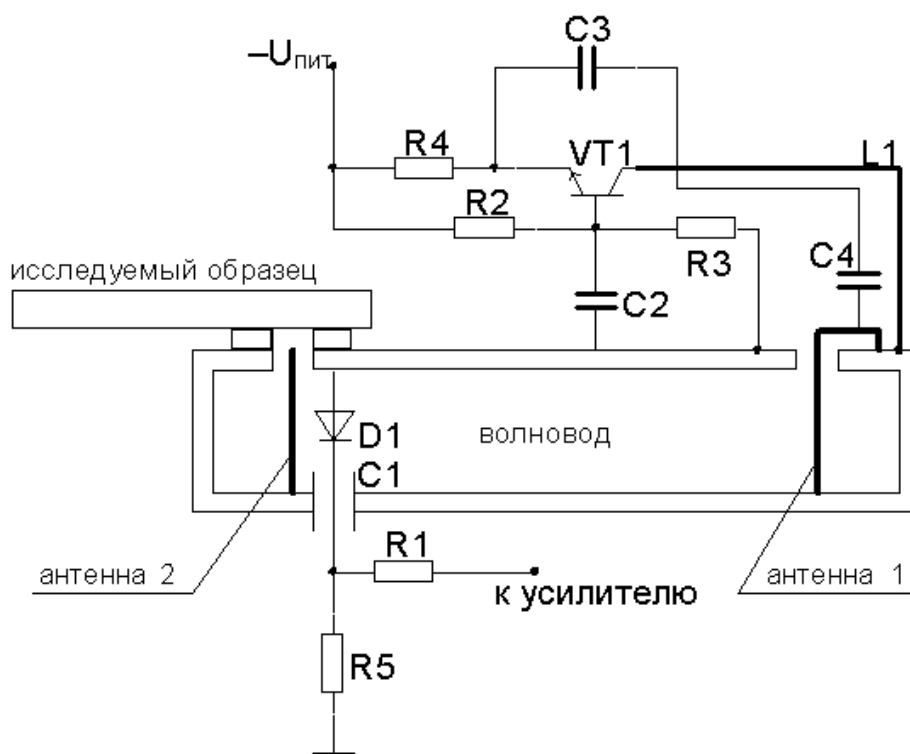


Рисунок 4.2. Электрическая схема СВЧ детектора для измерения удельного электросопротивления.

Генератор, построенный на транзисторе VT1 задаёт излучение с частотой 2,5 или 5,0 ГГц, которое попадает в прямоугольный волновод. Частота излучения определяется геометрическими размерами волновода. Снижение частоты генерации по сравнению с рекомендованной стандартом [10] 10 ГГц упрощает схему генератора СВЧ и позволяет использовать для генерации СВЧ биполярный p-n-p транзистор типа КТ-647, а в качестве детектирующего диода, через который выпрямленный ток поступает на усилитель, кремниевый диод D-602. Затем через кольцевой зазор диаметром 2 мм в одной из стенок волновода СВЧ излучение выходит наружу. Таким образом, локальность метода составляет 4 мм<sup>2</sup>. При приложении к зазору полупроводникового материала часть излучаемой мощности отражается. Детектирующий диод D1 регистрирует изменение мощности и постоянная составляющая сигнала поступает в цифровой блок, созданный на основе микропроцессора PIC18 или STM32. Там выходной сигнал усиливается, затем при помощи АЦП преобразуется в цифровой вид и обрабатывается в соответствии с заложенной в микроконтроллер программой. После этого по интерфейсу USB 2.0 на компьютер передаётся проанализированный и преобразованный сигнал. Схема во многом повторяет схему измерителя ВЖ за тем исключением, что необходимости в источнике света нет, а выходной сигнал не пропускается через конденсатор.

Основой схемы СВЧ детектора служит генератор СВЧ излучения. Генератор должен обладать следующими параметрами:

- низкий коэффициент шума;
- высокая точность частоты подаваемого сигнала;
- необходимо иметь возможность непрерывной работы с устройством в течение полного рабочего дня (8 часов).

Учитывая все пункты, была построена схема, приведённая на рис. 4.3, в основе которой лежит СВЧ транзистор типа n-p-n, создающий автоколебания с частотой 2,5 или 5 ГГц, в зависимости от выбранного режима работы. Переменный резистор RV1 служит для подстройки схемы в режим согласованной нагрузки, конденсаторы C1-C5, а также индукторы L1 и L2 служат для снижения уровня шума. Диод D1 является детекторным, сигнал с него поступает в

усилитель СВЧ сигнала, приведённый на рис. 4.4, где усиливается до необходимого уровня. Для устранения синфазного сигнала используется дифференциальный усилитель, его схема представлена на рис. 4.5.

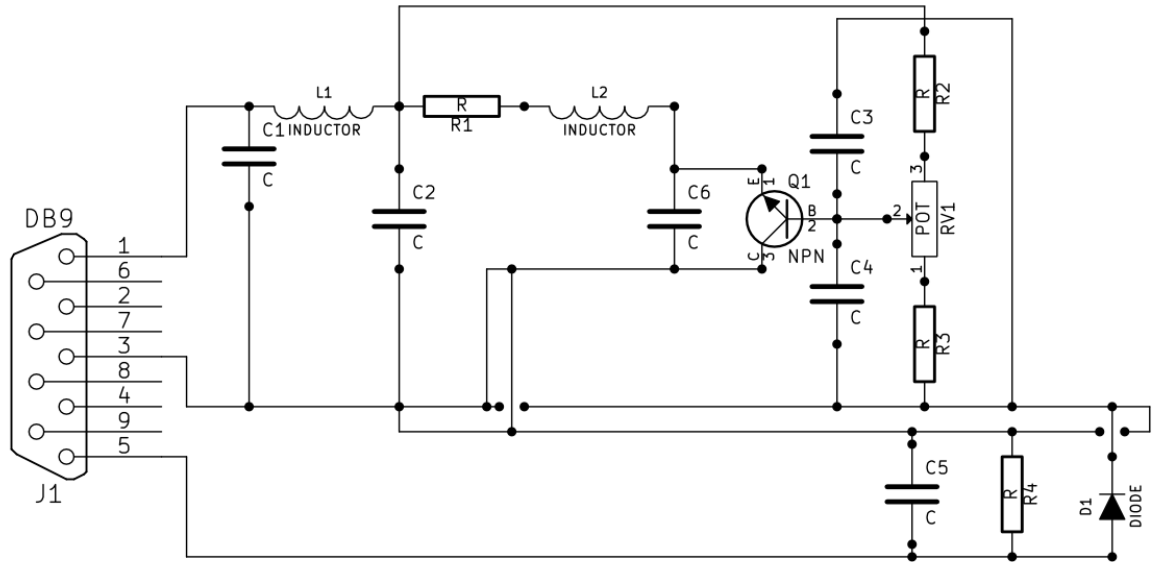


Рисунок 4.3. Схема СВЧ детектора



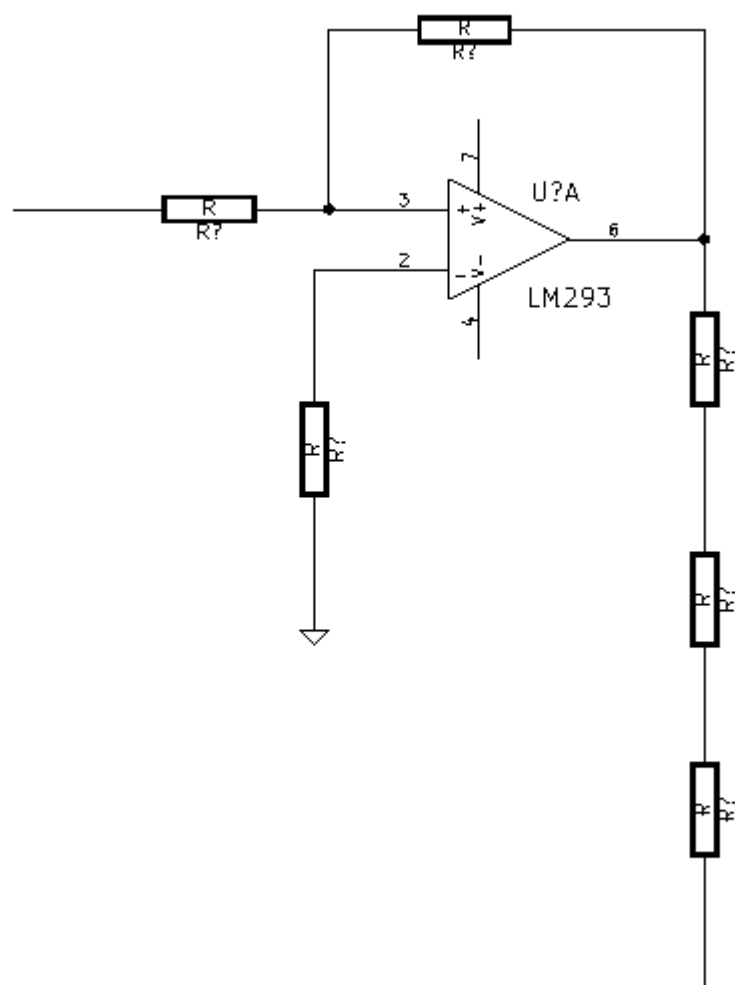


Рисунок 4.4. Схема усилителя СВЧ сигнала

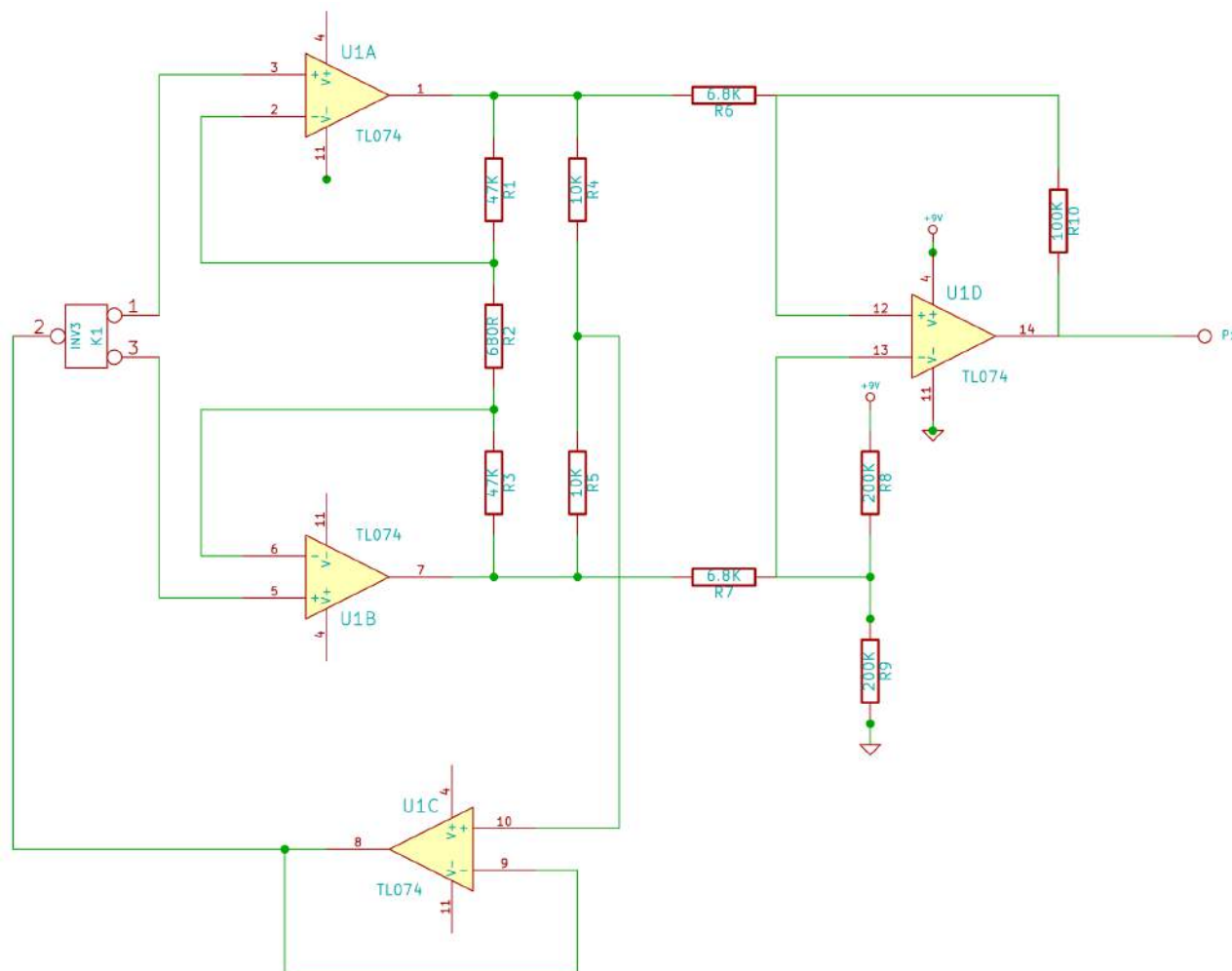


Рисунок 4.5. Схема дифференциального усилителя

Важнейшей характеристикой усилителя является низкий уровень шума. Сигнал на выходе усилителя составляет от  $(15 \pm 10)$  В, и может регулироваться при помощи переменного резистора с тем чтобы работать в удобных пределах.

В качестве управляющего процессора решено было выбрать узел 10 линий ввода-вывода в DIN-конструктиве MCX52-3 фирмы «Fractal», работающий на микроконтроллере PIC18F2520. Это связано с тем, что при относительно небольшой стоимости и простоте он имеет 10 линий ввода информации, что в последующем может привести к возможности построить на основе того же устройства другие, а также с тем что данная схема имеет как RS232, так и USB интерфейс, что позволяет увеличить её универсальность по отношению к прочим схемам устройства и ЭВМ. Модуль работает по принципу вольтметра. Данные, получаемые с АЦП передаются в обрабатывающий процессор, расположенный в том же модуле. Программа для управляющего процессора написана на языке «С».

Важной частью разработки является создание волновода с учётом всех необходимых характеристик его работы. Волновод должен обеспечивать резонанс СВЧ волны частоты 5 ГГц, и при этом важно чтобы он имел как можно меньшие размеры, так как с крупногабаритной установкой работать гораздо сложнее, к тому же увеличивается величина поглощения СВЧ мощности стенками волновода. Волновод был изготовлен из меди, внутрь волновода были помещены две антенны: испускающая и детектирующая СВЧ сигнал. В волноводе имеется круглое отверстие, через которое при помощи антенны осуществляется выход СВЧ мощности. Размеры отверстия напрямую влияют на размеры исследуемой области и прежде всего на глубину проникновения СВЧ излучения в исследуемый материал.

Важным элементом устройства является узел усилителя и АЦП. Дифференциальный усилитель построен по схеме инструментального усилителя на трех операционных усилителях DA1, DA2, DA3. Усилители DA1, DA2 — прецизионные ОУ типа MAX 420 с автоматической коррекцией напряжения смещения и входным сопротивлением  $10^{12}$  Ом. Усилитель DA3 — прецизионный ОУ типа OP07 с низким напряжением смещения. Применение ОУ указанных типов исключает компоненты для подстройки напряжения смещения всего усилителя. Режекторный фильтр на DA4 настроен на частоту 50 Гц и подавляет помехи от сетевого напряжения. Буферный усилитель на ОУ передает на входы каналов АЦП сигналы с единичным усилением (на канал 1) и с коэффициентом 3 на канал 2. Для ослабления влияния синфазной составляющей входного сигнала применяется система следящего питания входных ОУ DA1 и DA2. Источником питания для этих ОУ служит схема на двух стабилизаторах напряжения (L7815 и L7915). Смещением нулевой точки этого преобразователя управляет усилитель синфазного сигнала на DA4. Буферный усилитель DA7 питается пониженным до 5 В напряжением для защиты входов АЦП от перегрузки по напряжению. Дополнительная защита входа канала 2 осуществляется диодами VD1 и VD2. Защита от перенапряжения на входе усилителя производится двумя подключёнными встречно диодами. Стабилизированные напряжения 5 В обеспечиваются интегральными стабилизаторами DA9 (типа 7805) и DA10 (типа 7905).

Вычислительная часть установки построена на базе микроконтроллера PIC18F2520 встроенного в узел ввода-вывода MCX52-3 фирмы Fractal. Во встроенном в микроконтроллер АЦП высокая чувствительность сигнала, однако он не работает в пределах от -50 до 50 мВ, а так как выходной сигнал с детектора попадает также в эти пределы, то подключается дополнительная подтяжка 2,5 В, которая смещает сигнал в область наиболее высокой чувствительности. АЦП преобразует сигнал из аналогового в цифровой, после чего через встроенный в узел ввода-вывода интерфейс USB информация отправляется на ПК.

Питание вычислительной части установки может осуществляться как при помощи блока питания, так и через USB от ПК. В узле ввода-вывода оставлено несколько свободных вводных портов, что позволит в дальнейшем добавить некоторые элементы, требующие числовой обработки.

Схема генератора достаточно проста. Единственным чувствительным к наводкам и шумам место генератора является транзистор и близко подходящие к нему катушки индуктивности L1 и L2. Переменный резистор R3 ограничивает ток эмиттер-база, подстраивая его сопротивление можно менять частоту генерации. Чтобы удалить наводки в особенно чувствительном к ним генераторе, он был заключён в металлический корпус и тщательно заземлён. Также, как было установлено, наводки создавали провода, подводящие ток к входу генератора. Так как устранить их не представляется возможным, то было решено установить в металлическом корпусе разъём серии DE9, на котором жёстко размещена провода. Таким образом, наводки не исчезают, но становятся постоянными и их можно учесть как систематическую погрешность.

#### 4.3. Калибровочные измерения УЭС образцов монокристаллического кремния и образцов КУП НК

##### 4.3.1. Калибровка прибора по набору кремниевых образцов с различными величинами толщин и удельных электросопротивлений

Для проведения калибровки был создан набор из 102 кремниевых пластин различных диаметров (от 30 до 50 мм), толщин (от 300 до 1200 мкм) и удельных электросопротивлений (от 50 до 500 Ом·см). Все образцы были предварительно промерены на установке для измерения удельного электрического сопротивления четырёхзондовым методом ВИК УЭС, точность которой составляла  $\pm 5\%$  в диапазоне от  $10^{-3}$  до 1,0 Ом·см,  $\pm 2\%$  в диапазоне от 1,0 до 1000 Ом·см и  $\pm 5\%$  в диапазоне свыше 1000 Ом·см. Проведение калибровки состояло в измерении выходного сигнала и дальнейшем составлении массива, где координатами были: толщина

образца и величина удельного электросопротивления, а заполняемыми данными была величина измеренного сигнала в условных единицах (сигнал снимался с АЦП, и величина напрямую зависела от переменного резистора установленного перед входом в АЦП).

Измерения производилась согласно рекомендациям стандарта SEMI MF 673 для измерения УЭС и ПЭ бесконтактным ВЧ методом вихревых токов, который предполагает близкие ( $\pm 25\%$ ) параметры образцов при малой линейности. Для определения параметров калибровочной кривой для данной толщины необходимо определить сопротивление как минимум двух образцов той же толщины.

Калибровка проводилась следующим образом: каждый из образцов был последовательно промерен несколько раз в одинаковых точках, причём результаты измерения заносились в таблицу, находились величины среднего значения и среднеквадратичного отклонения. Среднее значение заносилось в соответствующий раздел массива калибровочных данных, а по величине среднеквадратичного отклонения оценивалась точность метода. Кроме того для каждой пластины оценивалась величина отклонения от номинала. Отклонение от номинала и среднеквадратичное отклонение не превышают 10% для всех образцов. Экспериментальный массив данных зависимости показаний прибора от толщины и УЭС образцов был представлен в трёхмерном пространстве и интерполирован по регулярной сетке  $ADC$  и  $h$  как однозначная функция  $\rho$  от  $ADC$  и  $h$ . Интерполяция производится в два этапа: грубая — подбором аппроксимирующей функции в пакете octave, затем уточнение её результатов численно, при помощи пакета OpenDX, функцией regrid. В octave подбиралась аппроксимирующая функция вида  $\rho = \frac{1}{\alpha ADC + \beta h}$  методом наименьших квадратов. В OpenDX функция regrid работает, вычисляя взвешенное среднее арифметическое экспериментальных точек для точек сетки интерполяции. Вес при этом соответствует минус шестой степени удалённости экспериментальной точки, в координатах  $(ADC/10.0, h)$  - то есть, для целей определения веса расстояния по оси  $ADC$  уменьшены в 10 раз. Результаты интерполяции записаны в микроконтроллер, и используются для вычисления значения  $\rho$  при заданном  $h$  и измеренном значении  $ADC$ , методом линейной аппроксимации между ближайшими известными значениями  $\rho(ADC)$  для данной толщины  $h$ . Данные калибровки в виде ряда зависимостей в виде трёхмерного массива, полученный в результате всех операций представлен на рис. 4.6. По оси абсцисс отложена толщина образца в микронах, по оси ординат — значение, получаемое на выводе из АЦП в условных единицах, а по оси аппликат — величина удельного электросопротивления в величинах Ом·см.

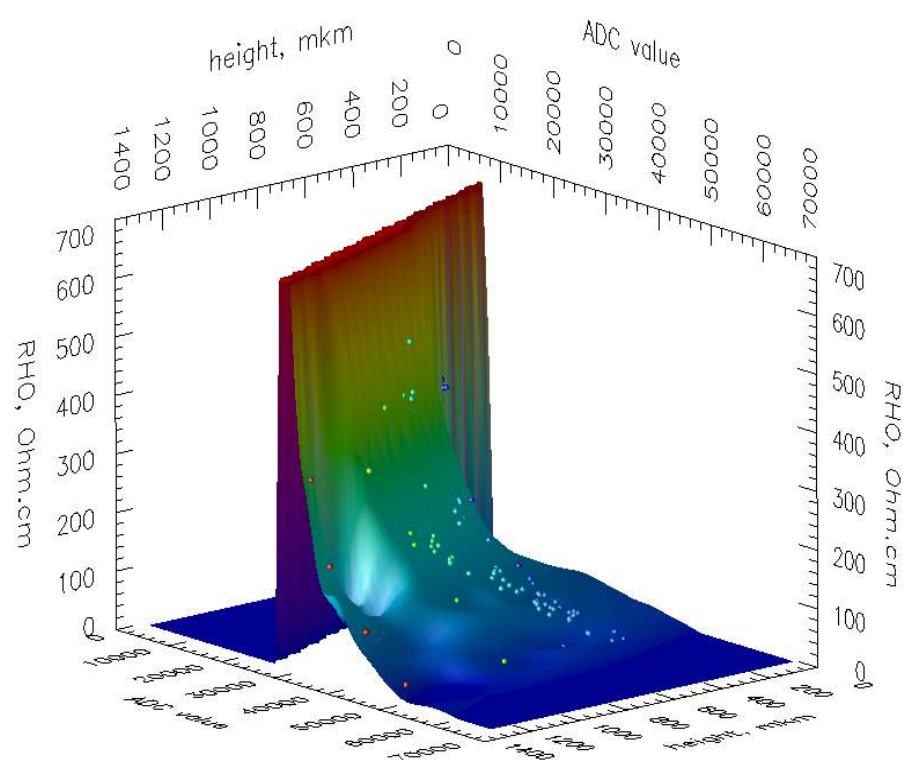


Рисунок 4.6 — трёхмерный массив кривых зависимости

По данным калибровки видно, что для любой точки можно однозначно определить толщину и величину удельного электросопротивления образца.

Калибровочная таблица загружалась в карту памяти прибора без использования файловой системы. Табл. 4.1 отображает формат записи в десятичных числах.

Таблица 4.1 — калибровочная таблица

Адрес Flash-памяти	Что записывается по адресу		Комментарий
1	2		3
000000	младший байт	Значение сопротивления, соответствующее коду АЦП, равному 0	Значения, соответствующие толщине пластины, равной 0 мкм (всего 128 кбайт)
000001	старший байт		
000002	младший байт	Значение сопротивления, соответствующее коду АЦП, равному 1	
000003	старший байт		
...	...	...	
131070	младший байт	Значение сопротивления, соответствующее коду АЦП, равному 65535	

131071	старший байт		
131072	младший байт	Значение сопротивления, соответствующее коду АЦП, равному 0	Значения, соответствующие толщине пластины, равной 10 мкм (всего 128 кбайт)
131073	старший байт		
131074	младший байт	Значение сопротивления, соответствующее коду АЦП, равному 1	
131075	старший байт		
...	...	...	
262142	младший байт	Значение сопротивления, соответствующее коду АЦП, равному 65535	
262143	старший байт		
262144	...	...	...
...	...	...	...
...	...	...	...
		И так далее, до кода АЦП, равного 65536, при толщине 1200 мкм	

В итоге таблица занимает 15 мегабайт. После занесения калибровочных данных в память устройства, появляется возможность сравнивать получаемые данные с калибровочными непосредственно в ходе измерения, что существенно повышает скорость измерения. Калибровка показала работоспособность установки в пределах величин удельного электросопротивления 5 — 500 Ом·см.

#### 4.3.2. Калибровка прибора по набору кремний-углеродных плёнок со структурой нанокompозита

Для калибровки прибора был создан набор кремний-углеродных плёнок со структурой нанокompозита. Плёнки толщиной 1 мкм были напылены на ситалловую подложку при помощи магнетрона. Процесс, технология создания кремний-углеродных матриц, а также основные их свойства рассмотрены в [56]. В процессе напыления в структуру вводились наночастицы вольфрама, которые равномерно распределялись в виде кластеров размером от 2 до 4 нм. В зависимости от режима напыления плёнки имели разную величину удельного и поверхностного электросопротивления. Для получения более точных результатов, было создано пять наборов плёнок с величинами поверхностного электросопротивления 50, 120, 750, 5500 и 16000 Ом. Величина поверхностного электросопротивления предварительно была измерена при помощи установки для измерения удельного электрического сопротивления четырёхзондовым методом ВИК УЭС. Для пересчёта электросопротивления из удельного в поверхностное, измеренное значение умножалось на толщину плёнки, выраженную в сантиметрах. Пластины имели вид прямоугольных полосок со сторонами 5 и 50 мм. Благодаря этому есть возможность измерять величину поверхностного электросопротивления в нескольких точках. Для измерения брались точки, которые отходили от края на 10 мм, и середина пластины. Данные измерения записывались в массив, из которого потом вычислялись средние значения и величины среднеквадратичного отклонения. Также измерялось распределение поверхностного электросопротивления по поверхности образца.

Для выяснения зависимости чувствительности прибора от параметров детектора, таких как рабочая частота и геометрические размеры, было собрано две установки с рабочими частотами соответственно 2,5 и 5,0 ГГц. Было проведено последовательно две серии измерений,

когда каждый из образцов был промерен при помощи каждой из установок. На рисунке 4.7 представлены калибровочные зависимости по всем сериям кремний-углеродных плёнок со структурой нанокompозита для каждой установки. По оси абсцисс отложена величина выходного сигнала, снимаемая с АЦП. Минимальное значение регистрируемого сигнала составляет 10 условных единиц. По логарифмической оси ординат отложено значение величины поверхностного сопротивления в омах.

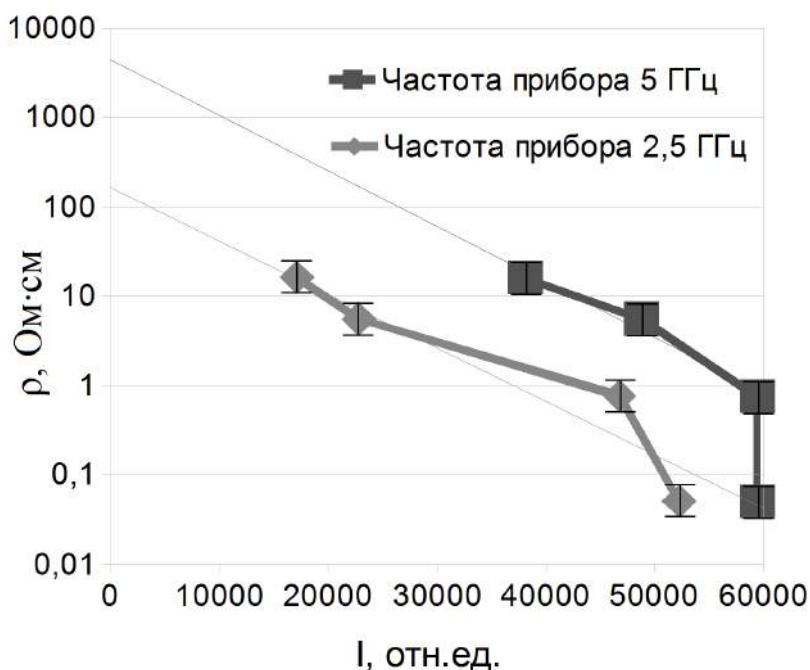


Рисунок 4.7. Соотношение выходного сигнала и поверхностного электросопротивления измеряемых образцов

Как видно из рис. 4.7, увеличение несущей частоты приводит к увеличению пределов измерения: при повышении рабочей частоты вдвое, верхний предел измерения увеличивается на порядок. Вместе с тем резко падает чувствительность в низкоомной области: на образцы с поверхностным сопротивлением 50 Ом чувствительности уже не хватает, поэтому они исключены из интерполяции. В табл. 4.2 приведены результаты измерения статистической погрешности для установки с рабочей частотой 2,5 ГГц.

Таблица 4.2 — величина статистической погрешности измерений в интервале значений поверхностного электросопротивления 50 – 16000 Ом

ПЭС, Ом	16000	5500	750	120	50
СКО, %	1.19	1.16	0.85	1.34	0.85

Как видно из табл. 4.2, величина статистической погрешности во всех изученных интервалах измерений не превышает 2%. Наибольшую чувствительность при данной толщине слоя установка имеет при значениях поверхностного сопротивления выше 1000 Ом. Экстраполяция калибровочной кривой на нижнюю границу измеряемого сигнала показывает, что возможно измерение образцов со значениями поверхностного электросопротивления до 100 кОм для установки с рабочей частотой 2,5 ГГц и до 1 МОм для установки с рабочей частотой 5 ГГц. Измерения величины поверхностного электросопротивления кремний-углеродных плёнок со структурой нанокompозита показали, что разработанный и используемый в данной работе метод является универсальным, и позволяет измерять даже тонкие плёнки с высокими сопротивлениями. Это особенно полезно, так как измерения образцов с величинами

поверхностного электросопротивления более 10 кОм крайне затруднительно, а часто используемый в настоящее время бесконтактный метод измерения основанный на эффекте генерации вихревых токов, не позволяет измерять плёнки с толщиной менее 0,1 мм.

Результаты калибровки образцов кремний-углеродных плёнок со структурой нанокompозита были использованы при определении равномерности напыления кремний-углеродной матрицы на подложку в процессе её изготовления. Для этого каждый из образцов кремний-углеродных плёнок был последовательно изучен в трёх точках: на расстоянии 10 мм от каждого из краёв и в центре. По результатам измерений были составлены таблицы и графики, отображающие распределение величины поверхностного электросопротивления. Карты распределения представлены на рисунках 4.8-4.12. На графиках по оси абсцисс отложены координат точки, а именно — расстояние от края полосы образца до точки измерения. По оси ординат отложена относительная величина отклонения измеренных значений электросопротивления от среднего по пластине в процентах. Линии не обозначают реальное распределение свойств по поверхности в промежутках между измеренными точками, но служат для упрощения визуального определения уровня каждой точки.

Каждой строке соответствует определённая пластина. Полученные величины отклонений ЭС превышали определенные ранее величины статистической погрешности на соответствующих номиналах ЭС, что позволяет считать наблюдаемые отклонения значимыми и характеризующими неоднородность слоев нанокompозитов по этому параметру. Каждой плёнке соответствовал свой процесс напыления. На основании полученных данных был проведен анализ технологических параметров процесса нанесения нанокompозита для определения оптимальных параметров, позволяющих получить наиболее однородные слои.

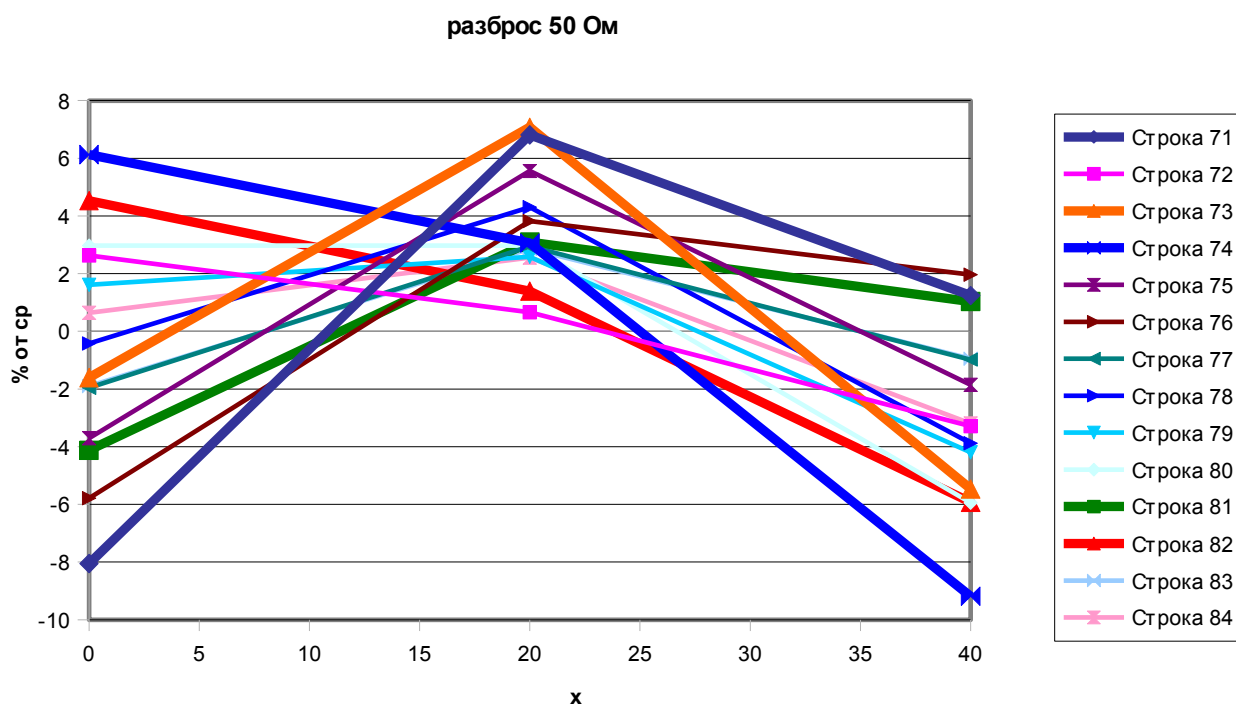


Рисунок 4.8. Распределение поверхностного ЭС по пластинам со средним значением сопротивления 50 Ом

Из данного рисунка видно, что при напылении низкоомных плёнок разброс значений составляет 8 %. Вероятно, это происходит вследствие большой концентрации нанокластеров металла, которые начинают слипаться в более крупные кластеры, меняя значение электросопротивления.



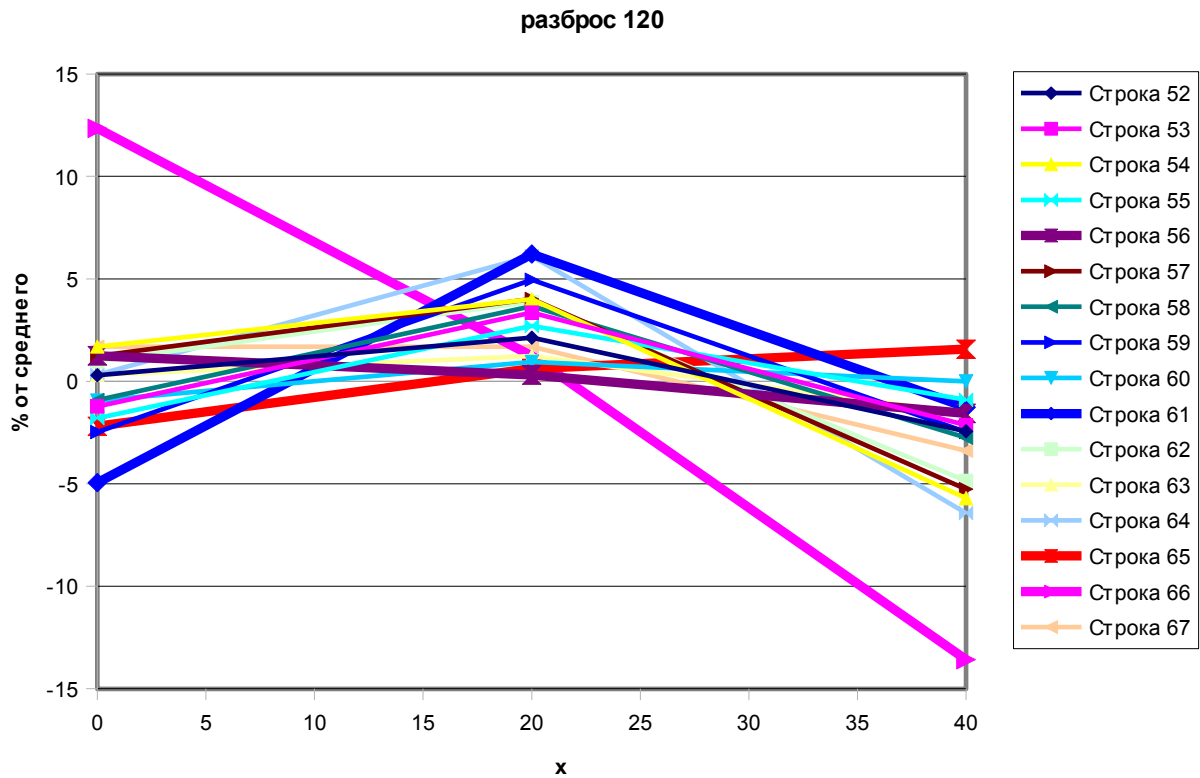


Рисунок 4.9. Распределение поверхностного ЭС по пластинам со средним значением сопротивления 120 Ом

Из данного рисунка видно, что при напылении низкоомных плёнок разброс значений составляет 6 %, за исключением образца № 66, разброс значений удельного электросопротивления которого оказался достаточно большим. Вероятно, это связано с тем, что стандартная методика напыления пластин подразумевает под собой вращение подложкодержателя с тем чтобы напыление происходило более равномерно. Образец № 66 оставался неподвижным на протяжении всего процесса напыления, в результате возник градиент концентрации металлической фазы. Это подтверждает необходимость вращения подложкодержателя в процессе напыления кремний-углеродных плёнок со структурой нанокompозита.

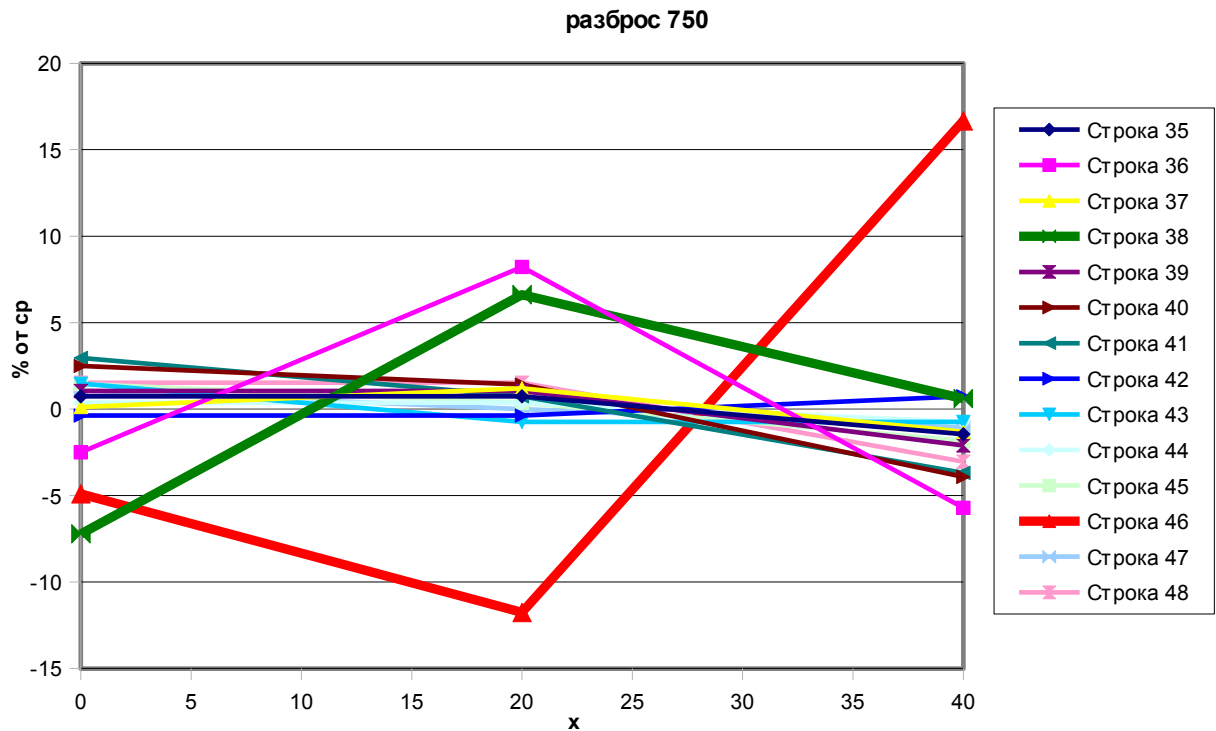


Рисунок 4.10. Распределение поверхностного ЭС по пластинам со средним значением сопротивления 750 Ом

Из данного рисунка видно, что большинство образцов имеют равномерное распределение величины поверхностного электросопротивления с отклонениями не более 4 %, что сравнимо с собственной погрешностью технологии измерения. Сопротивление порядка 1 кОм являются наиболее оптимальными в смысле распределения нанокластеров металла. Тем не менее три образца (№ 36, № 38 и № 46) имеют достаточно большой разброс по величинам поверхностного электросопротивления. Это связано с тем, что для напыления данных подложек использовались уже отработанные источники металла (мишени) и подтверждает выводы о том, что мишени для напыления металлической фазы в магнетроне имеют пределы времени использования.

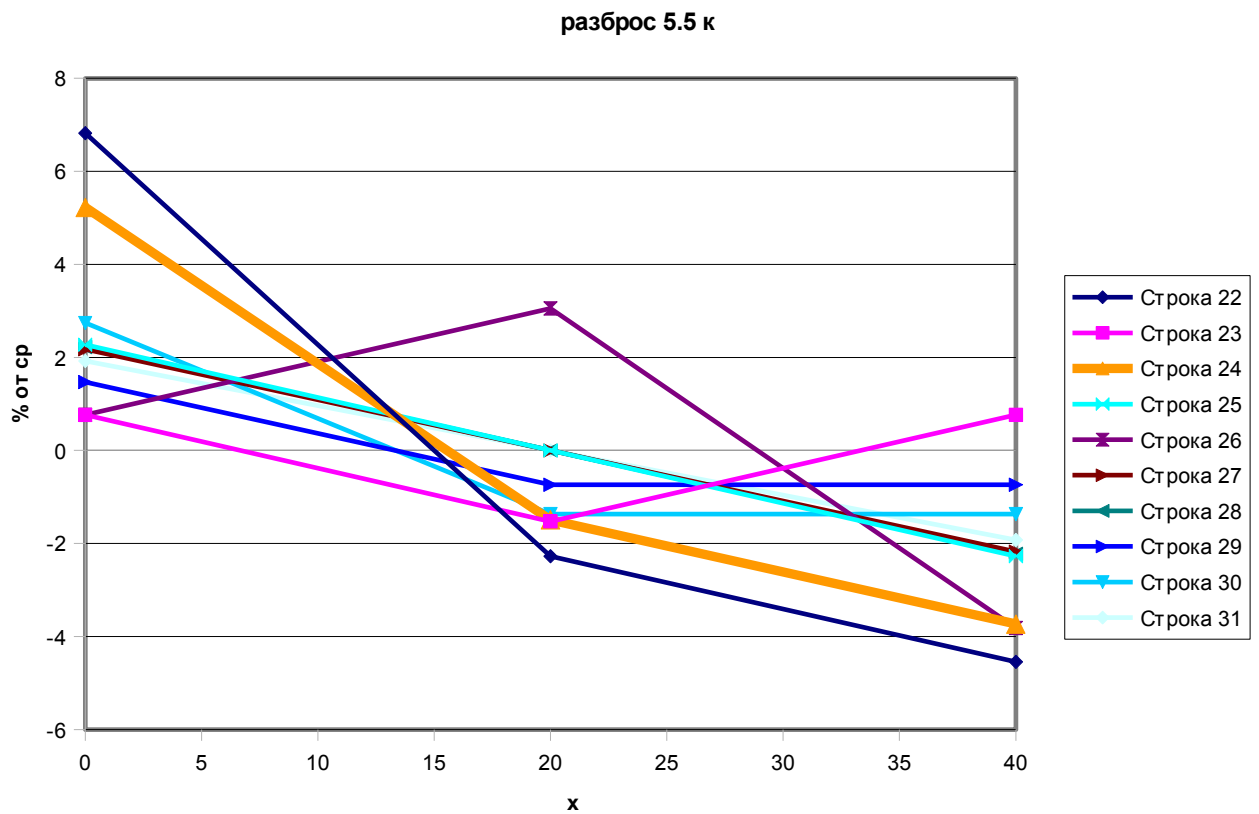


Рисунок 4.11. Распределение поверхностного ЭС по пластинам со средним значением сопротивления 5500 Ом

Из данного рисунка видно, что большинство образцов с поверхностным сопротивлением 5500 Ом имеют равномерность распределения величины поверхностного электросопротивления в пределах 2 %. Из общей статистики выпадают пластины, напыляемые при помощи старых мишеней (№ 24 и № 26) и изготовленные при помощи неподвижного подложкодержателя (№ 22 и № 24). Для высокоомных подложек ресурс мишеней истощается гораздо медленнее.

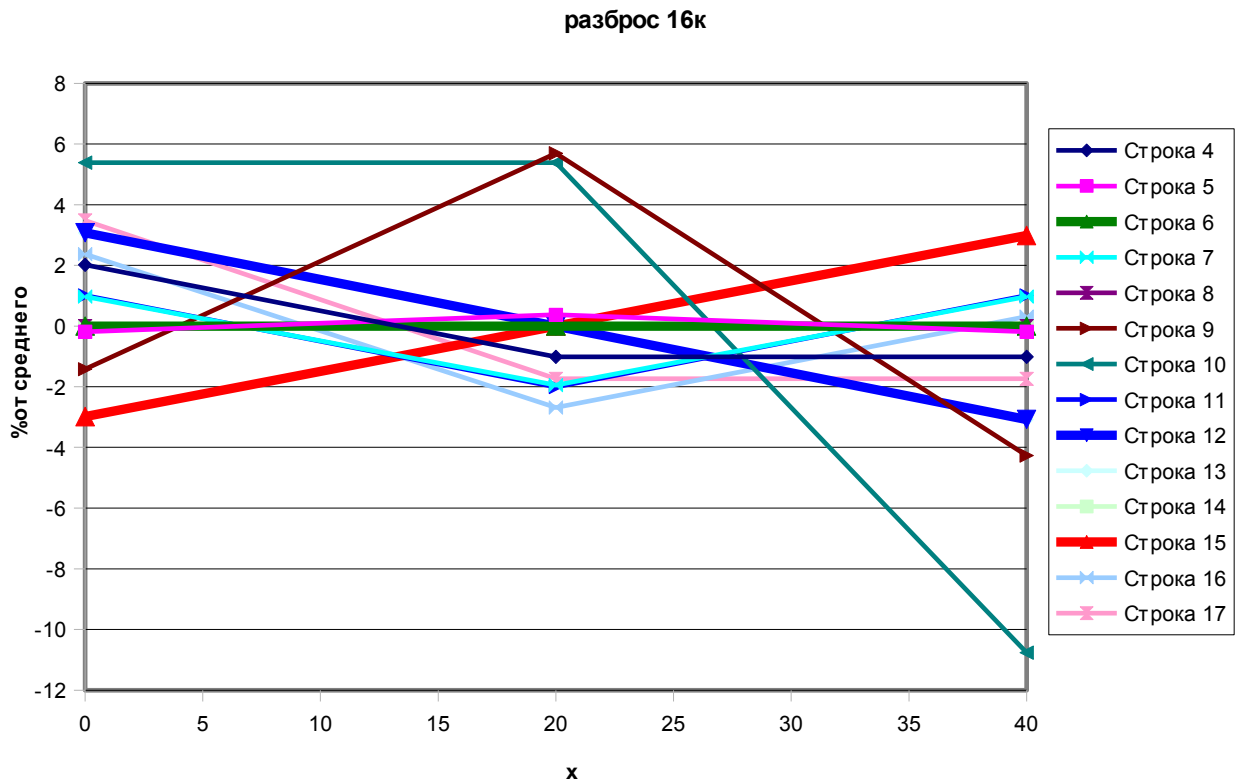


Рисунок 4.12. Распределение поверхностного ЭС по пластинам со средним значением сопротивления 16000 Ом

Из данного рисунка видно, что большинство образцов имеют неравномерность распределения величины поверхностного электросопротивления в пределах 3 %. Это говорит о том, что с увеличением поверхностного сопротивления растёт точность метода измерения и повторяемость метода напыления.

Данные анализа были использованы для оптимизации процесса напыления кремний-углеродных структур, с целью получить наиболее однородные слои. Проведённые исследования показывают возможность использования устройства измерения величины удельного электросопротивления материала бесконтактным СВЧ методом для исследования кремний-углеродных матриц, процессов изготовления различных материалов и контроля на производстве полупроводниковых материалов, в том числе и на производстве высокоомных полупроводников и силовой электроники.

#### 4.4. Схема измерения и обработка результата

##### 4.4.1. Схема преобразования сигнала и его анализ при помощи микроконтроллера PIC18

Для работы с прибором, требуется создать управляющую программу. При этом, во-первых, программа должна обеспечивать работу микросхемы. Во-вторых, в процессе измерения необходимо в непрерывном режиме принимать данные, поступающие с СВЧ генератора. В-третьих, необходимо анализировать и преобразовывать получаемый сигнал в нужную форму. Так как зависимость сигнала от величины удельного электросопротивления не является определённой легко рассчитываемой функцией, требуется создание калибровочного массива, при занесении в память которого программа найдёт требуемые значения по величине получаемого сигнала. Всё это было учтено при создании управляющей программы. Управляющая программа состояла из нескольких элементов:

- управляющая программа для микроконтроллера MCX52-3;
- управляющая программа для жидкокристаллического монитора;

- программа, обрабатывающая прерывания в результате нажатия кнопок;
- программа, позволяющая осуществлять связь между компьютером и прибором. В качестве неё использовалась программа PIC18 terminal, поставляемая с оборудованием фирмы «Fractal», которая позволяет следить за ресурсами контроллеров (находящихся в системе с RS2-4.5х), и менять ячейки SFR, RAM, EEPROM, FLASH вручную, без знания команд ModBUS;
- предусмотрена подпрограмма, осуществляющая отрисовку шрифтов на мониторе устройства при его наличии

Передача данных на персональный компьютер осуществляется при помощи USB порта. При этом, USB-порт представляет из себя эмулятор последовательного терминала на микросхеме sp2101 фирмы «Silicon Laboratoris». Вся работа ведётся в соответствии со спецификацией микросхемы, на скорости 115200 бод, 8 бит, нет чётности, 1 стоп-бит.

Обмен ведётся по протоколу modbus. Элементами протокола являются пакеты байт (до 255), посылаемые в последовательный порт в ограниченное время (разница по времени между соседними байтами не должна превосходить 2-х кратного времени посылки одного байта), с временным разделителем между пакетами как минимум 3.5 единиц времени посылки одного байта.

Структура пакета:

байт 1: addr -- адрес устройства. В данном случае всегда 0x0B  
 байт 2: cmd -- команда  
 байт 3..n-2: аргументы команды  
 байт n-1,n: CRC-16. Контрольная сумма предыдущих байтов пакета, с полиномом 0xA001 и инициализатором 0xFFFF. Первым посылается младший байт CRC.

Пример вычисления и записи для отправки CRC:

```
crc = 0xFFFF;
for(i=0; i<num_bytes; i++) {
    crc = (crc ^ bytes[i]);
    for(j=0; j<8; j++) {
        carry = crc & 1;
        crc = (crc >> 1) & 0xFFFF;
        if (carry) crc = crc ^ 0xA001;
    };
};
bytes[i++] = (crc & 0xFF);
bytes[i++] = (crc >> 8) & 0xFF;
```

Управляющий компьютер посылает пакеты запроса, на каждый из которых должен приходить ответ. Ответ также является пакетом modbus, в котором либо addr и cmd совпадают с исходными в случае успеха операции (остальные байты данных зависят от команды), либо адрес совпадает с исходным, а в значении команды установлен старший бит (т.е. добавлено 128).

Для начала работы от компьютера необходимо получить управление прибором. Для этого необходимо посылать команды 0x15 до успешного ответа. Доступные команды:

0x15 – получить контроль над шиной или вернуть его прибору.  
 запрос:  
 байт 3: 0 – контроль отдаётся прибору  
 1 – контроль берётся компьютером

ответ:

байт 3:        1 – контроль получен компьютером  
                   0 – контроль отдан прибору либо ещё не получен компьютером.

0x21 -- получить состояние переменных прибора.

запрос:

байт 3:        0x01 – получить состояние экрана. В байтах 3 и 4 ответа – состояние.

                  0x03 – получить измеренное значение 0 (минимума). В байтах 3 и 4 ответа – значение, старший байт идёт первым.

                  0x04 – получить введенное пользователем значение минимума. В байтах 3 и 4 ответа – значение, старший байт идёт первым.

                  0x05 – получить измеренное значение опорного сопротивления. В байтах 3 и 4 ответа – значение, старший байт идёт первым.

                  0x07 – получить введенное пользователем значение опорного сопротивления. В байтах 3 и 4 ответа – значение, старший байт идёт первым.

                  0x08 – получить последнее измеренное значение в условных единицах. В байтах 3 и 4 ответа – значение, старший байт идёт первым.

                  0x09 – получить последнее вычисленное значение сопротивления. В байтах 3 и 4 ответа – значение, старший байт идёт первым.

ответ: см. описание запроса

0x22 – изменить состояние переменных прибора

запрос:

байт 3:        0x01 – изменить состояние экрана. В байтах 4 и 5 запроса -- состояние

                  0x03 – установить измеренное значение 0 (минимума). В байтах 4 и 5 запроса -- значение, старший байт идёт первым.

                  0x04 – установить введенное пользователем значение минимума. В байтах 4 и 5 запроса – значение, старший байт идёт первым.

                  0x05 – установить измеренное значение опорного сопротивления. В байтах 4 и 5 запроса – значение, старший байт идёт первым.

                  0x07 – установить введенное пользователем значение опорного сопротивления. В байтах 4 и 5 запроса – значение., старший байт идёт первым.

0x40 – запустить одно измерение

запрос:

байт 3 – адрес устройства, которое необходимо уведомить после проведения измерения.

ответ:

байт 3 > 0 – измерение запущено. В этом байте находится значение в мс, которое ориентировочно займёт это измерение. После измерения на адрес, указанный в запросе, посылается modbus-пакет с командой 0x41.

байт 3 = 0 – измерение уже проводится. Подождите окончания.

Программное обеспечение устройства было записано в память соответствующих микроконтроллеров. При помощи программы PIC18 terminal все аппаратные ресурсы фирмы Fractal получили адреса Modbus и RAM. За счёт указания этих адресов осуществляется связь между элементами устройства.

#### 4.4.2. Управляющая программа

Управляющая программа, записанная на микроконтроллере MCX 52-3 реализует непрерывное измерение выходного сигнала. Управляющая программа запускается при включении питания на управляющем процессоре. В процессе дальнейшей работы она запускает остальные программы. Программы были написаны на языке «С», так как при достаточной мощности он имеет достаточно простую и понятную структуру. Фрагмент управляющей программы для микроконтроллера:

```

#define adc_spi(cmdcount, cmd) local_spi(cmdcount, cmd)
void local_spi(char cmdcount, char *cmd) {
    spi_cs = 1;
    spi_count = cmdcount;
    __asm
        CLRWDI
        MOVFF    _FSR2H,    POSTDEC1
        MOVFF    _FSR2L,    POSTDEC1
    __endasm;
    FSR2H = (((int)cmd) >> 8) & 0xFF;
    FSR2L = ((int)cmd) & 0xFF;
    __asm
        call     0x1E10
        MOVFF    PREINC1,    _FSR2L
        MOVFF    PREINC1,    _FSR2H
    __endasm;
}

void adc_wait() {
    static unsigned int limit;
    spicmd[1] = 0x00;
    limit = 0;
    while (!(spicmd[1] & 0x80) && ++limit < 10000) {
        spicmd[0] = 0x40;
        spicmd[1] = 0x00;
        adc_spi(2, spicmd);
    };
}

void adc_calibrate(unsigned char range, unsigned char channel,
                   unsigned char bipolar, unsigned char filter,
                   unsigned char chop)
{
    global_chop_bits = ((!chop) << 7);
    spicmd[0] = 0x01;
    spicmd[1] = global_chop_bits | 0x11; // take to idle to write filter register
    adc_spi(2, spicmd);
    spicmd[0] = 0x02;
    spicmd[1] = ( (channel) << 4 ) | ( (!bipolar) << 3 ) | (range);
    adc_spi(2, spicmd);
    adc_wait();
    spicmd[0] = 0x03;
    spicmd[1] = filter;
    adc_spi(2, spicmd);

    spicmd[0] = 0x01;
    spicmd[1] = global_chop_bits | 0x14;
    adc_spi(2, spicmd);
    adc_wait();

    spicmd[0] = 0x01;
    spicmd[1] = global_chop_bits | 0x15;
    adc_spi(2, spicmd);
    adc_wait();

    spicmd[0] = 0x01;
    spicmd[1] = global_chop_bits | 0x13;
    adc_spi(2, spicmd);
    return;
}

adcval get_adc_value() {
    spicmd[0] = 0x01;
    spicmd[1] = global_chop_bits | 0x12;
}

```

```

adc_spi(2, spicmd);
adc_wait();
spicmd[0] = 0x44;
spicmd[1] = 0x00;
spicmd[2] = 0x00;
spicmd[3] = 0x00;
adc_spi(4, spicmd);
return (int)((((adcval)spicmd[1])*256) + spicmd[2]);
}
....

```

Микроконтроллер настроен так, чтобы измерять сигнал с постоянным смещением равным 2,5 В. Это сделано для того чтобы увеличить точность измерения малых величин сигнала (микроконтроллер не позволяет измерять напряжение в районе  $\pm 0.1$  В). Один цикл измерения занимает порядка 30 мс, результатом работы программы является величина выходного сигнала в вольтах в форме десятичной дроби с знаком и двенадцатью значащими цифрами (тип данных float, вещественное).

#### 4.4.3. Аналитическая программа

Результаты измерения преобразованные управляющей программой при помощи USB-интерфейса приходят на ПК и поступают в аналитическую программу. Аналитическая программа была написана на языке “tcl”, который позволяет производить вычисления на высокой скорости при этом практически не загружая память компьютера. Кроме того визуальный набор языка “Tk” может исполняться из-под большого количества других языков. При этом синтаксис данного языка очень прост и в то же время позволяет писать программы, обладающие большим функционалом и при этом достаточно лёгкие для понимания.

Основой графического интерфейса пользователя является таблица, в которую вписываются результаты измерений, а также статистическая погрешность измерений и время измерения. Управление программой должно осуществляться кнопками, должна иметься возможность сохранения таблицы измеренных значений. Исходя из этих требований был создан пользовательский интерфейс, представленный на рисунке 4.13. При нажатии кнопки «Start» запускается процесс измерения, заложенный в микроконтроллере. На USB приходят данные, которые интерпретируются и записываются в память устройства.

Аналитическая программа пересчитывает эти данные в значения напряжения, после чего добавляет в таблицу новое измерение. Таким образом появляется возможность сравнения результатов измерения.



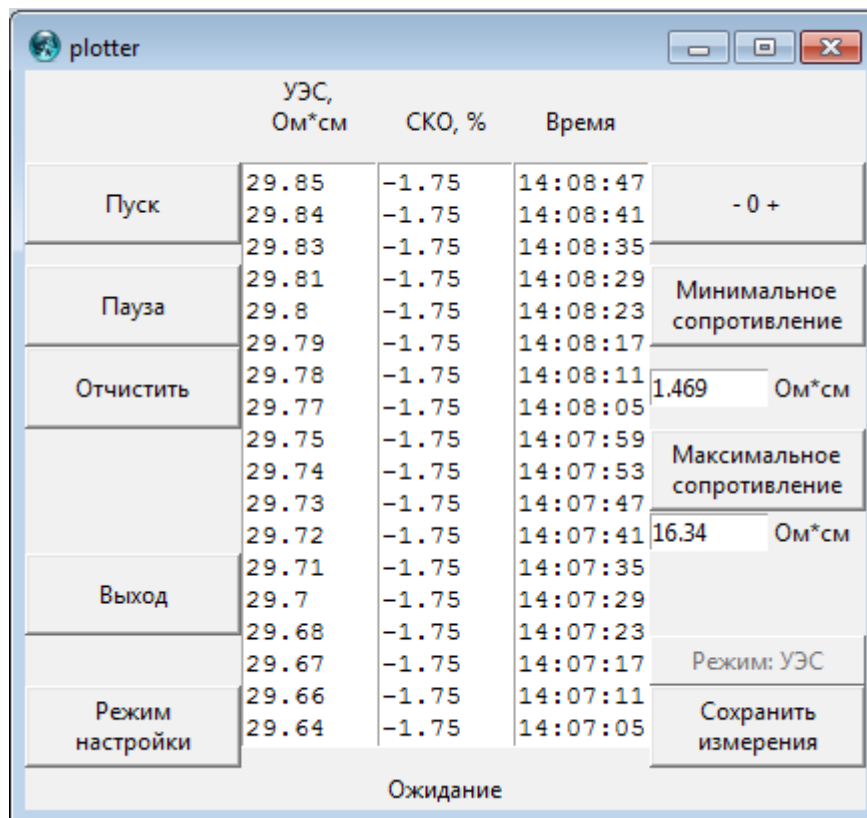


Рисунок 4.13. Интерфейс аналитической программы

Наличие графического пользовательского интерфейса позволяет провести более тонкую подстройку детектора. Так, схема детектора имеет достаточно мало возможностей для принятия наводок и генерации шумов. Практически единственным путём, по которому шумы проходят в выходящий сигнал, являются конденсатор С5 с резистором R5 и провода, которые фактически представляют из себя антенну. Для устранения этих погрешностей было решено переместить конденсатор с выхода детектора и переместить его на вход усилителя. Так как усилитель и детектор значительно разделены между собой, то изменение сигнала никак не повлияет на схемотехнику. Помимо этого, для устранения наводки с частотой 50 Гц, которая улавливается соединительными проводами, на разъёмах установлены дополнительные конденсаторы ёмкостью 22 мкФ.

После каждой из операций (создание программы, исправление схемотехнических ошибок в генераторе, исправление схемотехнических ошибок в детекторе) проводилась серия измерений. Схема измерения была следующей: вначале проводились измерения «воздуха», то есть детектор измерял относительно бесконечное сопротивление воздуха. Затем на детектор устанавливался образец монокристаллического кремния, после чего производилась следующая серия измерений. После этого кремний убирался, и измерения производились заново. Теоретически должна была получиться зависимость, имеющая вид прямоугольных импульсов. Искажения формы — признак наличия шумов и статистической погрешности. Все три серии измерений (до начала отработки схемы и после каждого из её этапов) были наложены на единый график, представленный на рисунке 4.14.

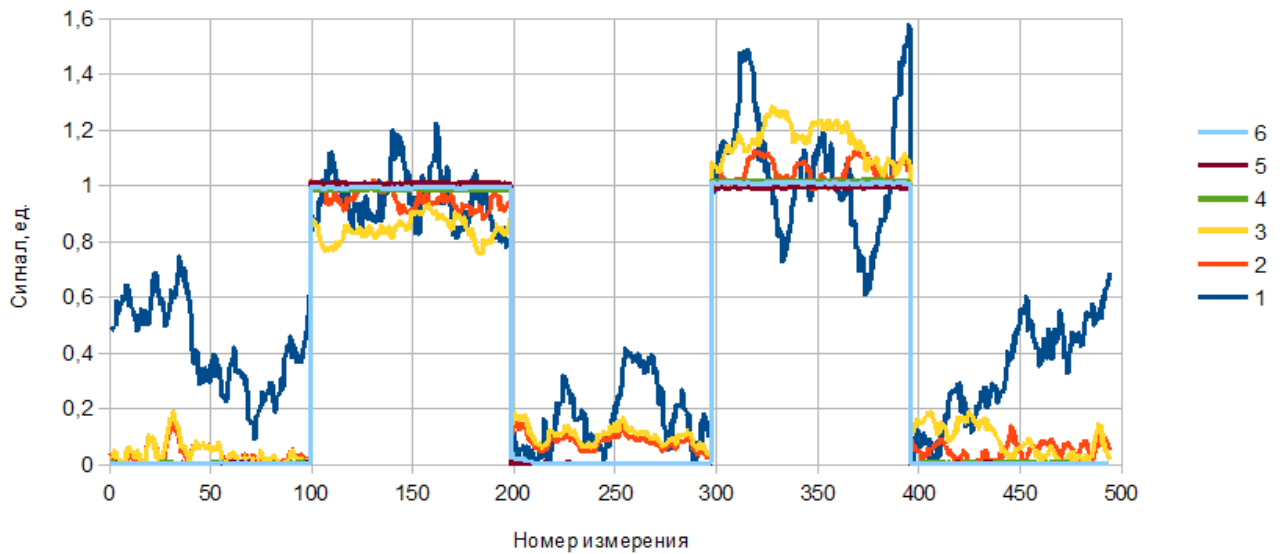


Рисунок 4.14. Изменение точности измерения

Здесь измерение №1 — до начала работы над этапом. 2 и 3 — после экранирования генератора и замены многочисленных подвижных гибких проводов, находящихся около генератора, на множество неподвижных, припаянных к разъёму. 4, 5 и 6 — результаты после удаления конденсатора из схемы и переустановки его на вход усилителя, после установки конденсаторов на входах в разъёмы и после включения усреднения.

Очевидно, что точность и повторяемость измерения значительно улучшены. Определение наилучшей частоты колебательного контура производилась регулировка переменного резистора RV1 в разных интервалах сопротивлений. Три образца с разными величинами УЭС были измерены несколько раз. Результат измерения записывался на единой осциллограмме. Набор кривых для разных значений переменного сопротивления RV1 приведён на рис. 4.15.

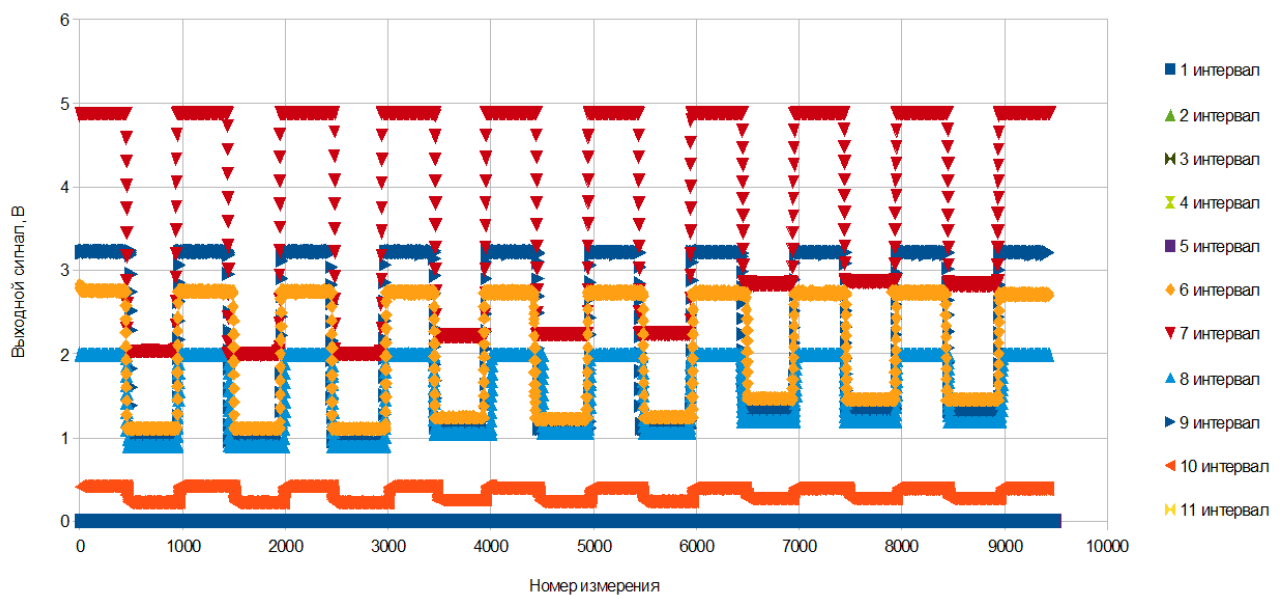


Рисунок 4.15. Изменение амплитуды сигнала в зависимости от переменного сопротивления

Очевидно, что результаты измерений устойчивы и точность меняется в зависимости от интервала.

#### 4.5. Анализ работы измерителя УЭС

Результаты измерений образцов КУП НК показали, что зависимость между измеряемым поверхностным электросопротивлением (ПЭ) и выходным сигналом не является строго линейной, а более близка логарифмической. Примерные результаты измерений были приведены на рисунке 4.7. Результаты измерений близки к достоверным, так как повторялись на протяжении нескольких циклов измерений. В качестве выходного сигнала было решено использовать не прямо измеряемый сигнал в вольтах, а величину этого сигнала в единицах отношения к максимальному. Таким образом, результат можно вычислить по формуле

$$X = (U - U_{\min}) / (U_{\max} - U_{\min}) \quad (4.1)$$

Соответственно, выходной сигнал в вольтах можно получить, обратив формулу (4.1):

$$U = X(U_{\max} - U_{\min}) + U_{\min} \quad (4.2)$$

Зависимость не является точно логарифмической (линия тренда на рис. 4.7), поэтому чтобы избежать значительной погрешности (до 90% в области выходного сигнала 0,8 ед) необходимо проводить линейную аппроксимацию результата по образцам с наиболее близкими параметрами. Общий вид зависимости, построенный по набору известных сопротивлений представлен на рис. 4.16.

Аппроксимация по образцам с наиболее близким параметрам позволяет получить значение поверхностного электросопротивления с точностью более 5% в центре и не менее 30% по краям кривой.

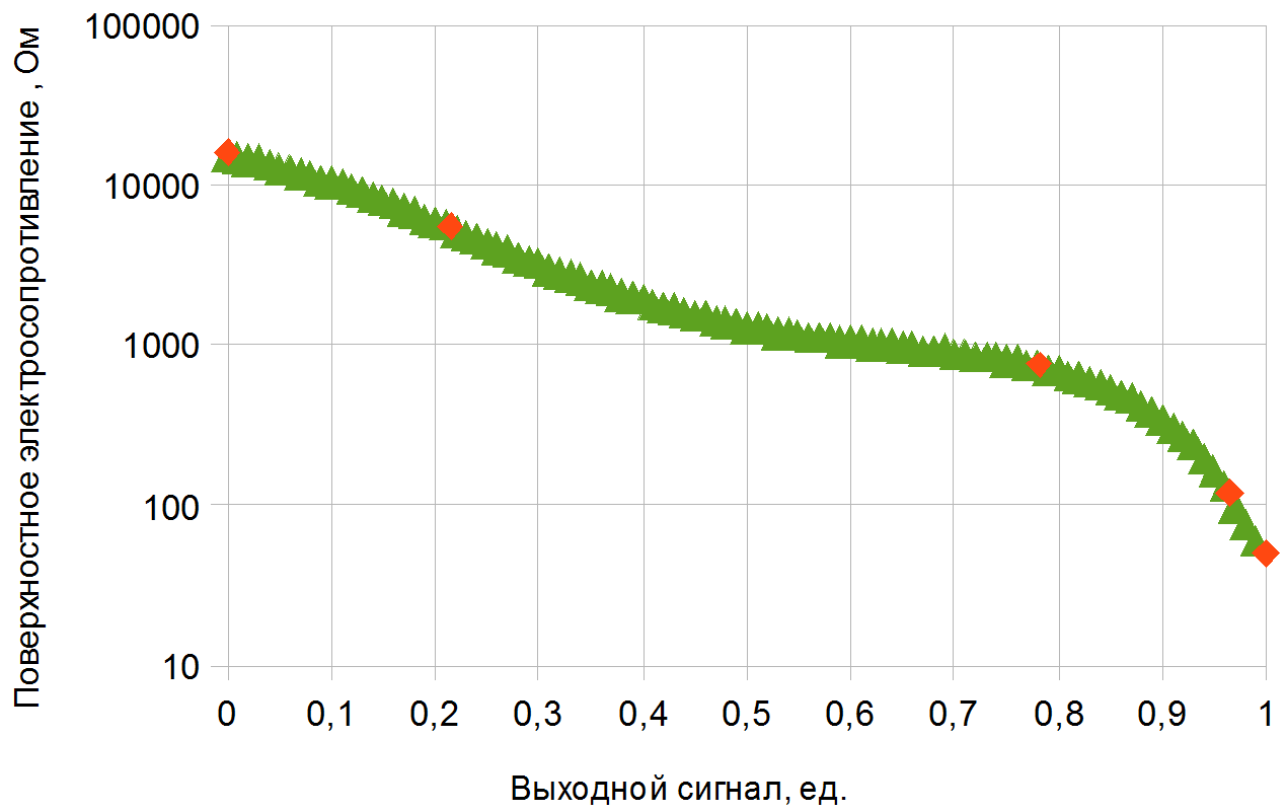


Рисунок 4.16. Калибровочная кривая при измерении образцов КУП НК

Измерения образцов монокристаллического кремния проводились подобным образом. Для калибровки был использован набор из девяти образцов, сопротивлениями от 1,5 до 2900 Ом·см. На рисунке 4.17 представлены результаты измерения как корреляция между выходным сигналом в единицах и величиной удельного электросопротивления. Также на рисунке указана калибровочная кривая, построенная по тому же принципу, что и калибровочная кривая для образцов КУП НК.

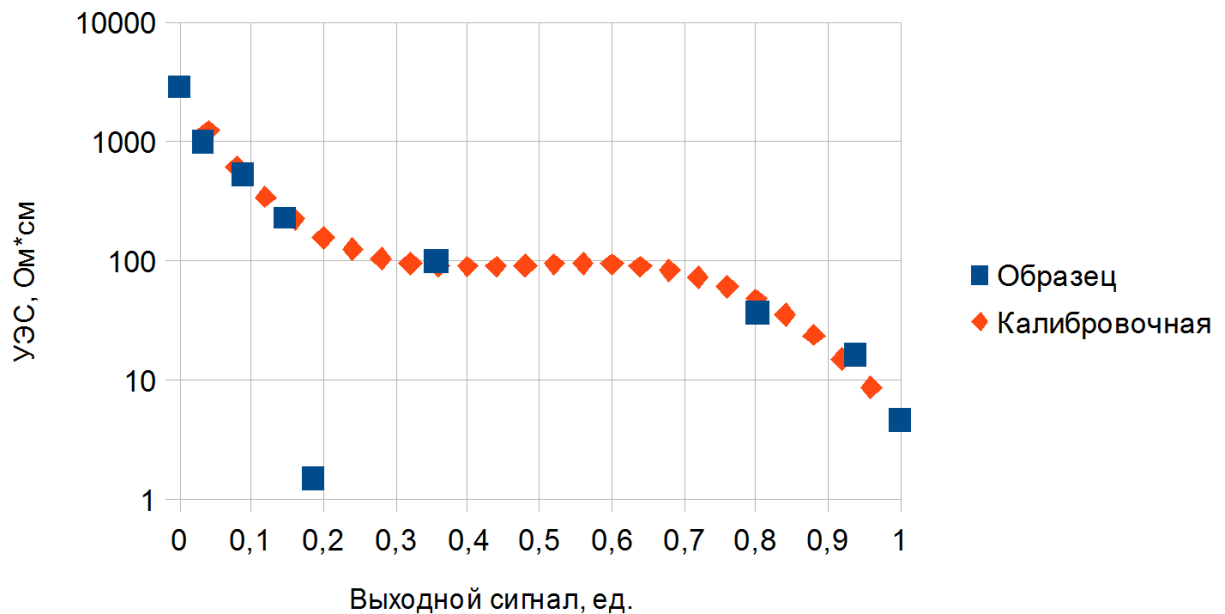


Рисунок 4.17. Корреляция между выходным сигналом и величиной удельного электросопротивления образца

Как видно, из результатов измерения выпадает значение для первого образца (1,469 Ом·см). Данное значение сильно выбивается из общей зависимости. Это может означать, что чувствительности прибора при рабочей частоте 5 ГГц недостаточно для определения величины УЭС менее 4 Ом·см. Уменьшение рабочей частоты вдвое (до 2,5 ГГц) позволило бы измерять образцы с удельным сопротивлением менее 0,5 Ом·см.

Вместе с тем, калибровочная кривая может иметь более сложный «S»-образный вид, однако это приведёт к резкому усложнению работы с прибором при достаточно редкой вероятности возникновения необходимости в данных результатах.

Данная калибровка позволяет получать необходимые значения с погрешностью до 10% в центре кривой и не более 30% на краях. В дальнейшем предполагается получение нового, более совершенного алгоритма расчёта, который позволит получить более точную калибровочную кривую.

Для выяснения точности работы прибора были проведены измерения величины электросопротивления по калибровочным кривым. Для этого к программе была добавлена процедура, позволяющая пересчитывать выходной сигнал в единицы электросопротивления. Результаты измерений представлены в табл. 4.3.

Таблица 4.3. Результаты измерений образцов КУП НК

Эталон, Ом	Результат измерения, Ом	Отклонение от эталона, %	Ст.откл. От среднего, %
50	833	1500	0,6
120	165	38	9
750	643	14	1
5500	5020	8	2
16000	17603	10	3

Как видно, близко к границам диапазона (100 Ом на квадрат для поверхностного электросопротивления) отклонение от эталона достаточно высокое (почти 40%). При этом ближе к центру калибровочной кривой отклонение уменьшается до 10%, что уже сравнимо по точности с контактными методами.

Образец 50 Ом имеет значительную погрешность, что по-видимому означает малую чувствительность прибора в области поверхностного электросопротивления менее 100 Ом на квадрат. Вместе с тем, уменьшение рабочей частоты вдвое даст возможность измерять образцы с поверхностным сопротивлением не ниже 10 Ом на квадрат, при этом верхняя граница чувствительности также опустится на порядок.

Стандартное отклонение в большинстве измерений лежит в пределах 5%. Высокое значение погрешности для образца 120 Ом на квадрат вызвано по-видимому неравномерностью распределения ПЭ по поверхности.

Для исследования зависимости точностных характеристик в зависимости от типа антенны были выбраны образцы монокристаллического кремния. Это связано с тем, что диапазон величин удельного электросопротивления таких образцов больше, а значит измерения будут более показательными. Для измерений был подготовлен комплект из пяти образцов с сопротивлениями 1, 10, 100, 1000 и 3000 Ом·см. Каждый из образцов был трижды измерен каждой антенной, после чего результаты были собраны и проанализированы.

Первое измерение было произведено при отсутствующей антенне. Таким образом, высокочастотный сигнал из волновода выпускался непосредственно по всей площади выходного отверстия, что, теоретически, должно было дать большее поглощение. Однако, как видно из табл. 4.4, погрешность была слишком велика для каких-либо измерений. Это объясняется тем, что за пределы волновода излучение практически не выходило, а выходящее не имело определённого направления из-за чего попадало на поверхность образца под большим телесным углом, после чего рассеивалось, практически не попадая на детектор. Таким образом, можно сказать, что чувствительность измерителя без выводной антенны минимальна.

Таблица 4.4. Измерение без антенны

Сопротивление	1 Ом·см	10 Ом·см	100 Ом·см	1000 Ом·см	3000 Ом·см
Полезный сигнал, В	0,00425	0,00271	0,00425	0,00172	0,00131
Погрешность, %	237	307	224	181	537

Второе измерение было произведено при помощи несимметричной антенны. Данная антенна имела вид вытянутого цилиндра, установленного несимметрично относительно выходного отверстия. Антенна располагалась не в центре выходного отверстия, а у одного из краёв. При этом угол наклона антенны к плоскости измеряемого образца был менее 90°. Результаты измерения приведены в таблице 4.5. Как предполагалось, точность подобного измерителя оказалась выше, чем у измерителя без антенны, однако значение погрешности остаётся большим. Это связано с тем, что из-за наклона антенны по отношению к нормали к плоскости измеряемого образца, отражённая СВЧ мощность по пути к выходному отверстию проходит больший путь и успевает рассеяться. Помимо этого, возможно, на чувствительность влиял также угол наклона падающей и отражённой СВЧ волны. Чтобы проверить это было проведено измерение с симметричной укороченной антенной.

Таблица 4.5. Измерение при несимметричной антенне.

Сопротивление	1 Ом·см	10 Ом·см	100 Ом·см	1000 Ом·см	3000 Ом·см
Полезный сигнал, В	0,0308	0,0294	0,0239	0,0238	0,0231

Погрешность, %	3,33	3,57	4,64	4,31	5,15
----------------	------	------	------	------	------

Третье измерение было произведено при помощи симметричной укороченной антенны. Такая антенна была расположена перпендикулярно плоской поверхности измеряемого образца и при этом располагалась точно в центре выходного отверстия. При этом укороченная антенна имела такую длину, чтобы её конец находился в пяти миллиметрах от поверхности измеряемого образца. Предполагалось, что симметричная антенна будет иметь большую чувствительность, нежели несимметричная. В то же время из-за большого расстояния от антенны до образца рассеяние будет настолько большим, что точность измерения будет очень мала. Из таблицы 4.6 видно, что предположения подтвердились. Также можно сделать вывод, что значительное рассеяние СВЧ мощности в воздухе существенно влияет на долю полезного сигнала по сравнению с разностью углов наклона между падающим и отражённым СВЧ излучением.

Таблица 4.6. Измерение при симметричной укороченной антенне.

Сопротивление	1 Ом·см	10 Ом·см	100 Ом·см	1000 Ом·см	3000 Ом·см
Полезный сигнал, В	0,000105	0,0000903	0,000138	0,0000709	0,0000821
Погрешность, %	372	435	296	491	493

Четвёртое измерение проводилось с антенной такой длины, чтобы при установке измеряемого образца на выходное отверстие расстояние между концом антенны и поверхностью образца было минимальным. Как видно из таблицы 4.7, величина полезного сигнала в таком случае максимальна, а погрешность незначительна.

Таблица 4.7. Измерение удлинённой антенной.

Сопротивление	1 Ом·см	10 Ом·см	100 Ом·см	1000 Ом·см	3000 Ом·см
Полезный сигнал, В	2,38	2,32	2,08	1,82	1,76
Погрешность, %	0,66	1,72	1,49	0,87	0,71

Пятое измерение было произведено при помощи экранированной антенны. Как видно из таблицы 4.8, точность измерения уменьшилась, выходной сигнал также стал меньше. Это может означать, что экранированная антенна испускает меньшую мощность СВЧ излучения по сравнению с неэкранированной антенной. Таким образом можно заключить, что СВЧ мощность собирается антенной и выводится наружу, излучаясь с торца антенны. Логично предположить, что именно за счёт этого удлинённая антенна показала такую высокую точность.

Таблица 4.8. Измерение при экранированной антенне.

Сопротивление	1 Ом·см	10 Ом·см	100 Ом·см	1000 Ом·см	3000 Ом·см
Полезный сигнал, В	0,727	0,716	0,626	0,558	0,521
Погрешность, %	1,79	0,689	1,62	2,42	4,41

Таким образом на основе произведённых измерений было выведено, что наилучшие результаты показало измерение симметрично расположенной в выходном отверстии антенной. Угол наклона антенны к плоскости измеряемого образца должен быть близок к  $90^\circ$ , а расстояние между антенной и поверхностью образца должно быть минимальным.

Чтобы проверить правильность выводов аналогичные измерения были проведены для образцов КУП НК. Для измерений был взят набор образцов с величинами поверхностного

электросопротивления от 50 до 16000 Ом на квадрат. Были произведены измерения симметричной удлинённой, укороченной и изолированной антеннами. Результаты измерений приведены в таблице 4.9.

Таблица 4.9. Измерение при несимметричной антенне.

Сопротивление, Ом на квадрат	Удлинённая антенна		Изолированная антенна		Укороченная антенна	
	Полезный сигнал, В	Погреш- ность, %	Полезный сигнал, В	Погреш- ность, %	Полезный сигнал, В	Погреш- ность, %
50	0,561	1,17	0,0261	8,21	0,0056	217
120	0,521	2,31	0,0249	9,94	0,0106	110
750	0,463	4,26	0,0186	19,9	0,0083	147
5500	0,344	2,48	0,0179	15,4	0,0051	227
16000	0,387	3,68	0,0011	1100	0,0046	242

Как видно из табл. 4.9, погрешность измерения при помощи удлинённой антенны минимальна, а при измерении укороченной антенны — максимальна. Это подтверждает сделанные ранее выводы.

Вместе с тем можно отметить, что точность измерения меняется в зависимости от величины сопротивления и максимальна на границах интервала чувствительности, в центре же интервала минимальна. Это позволяет говорить о том, что измерения дают устойчивые результаты. Изменение параметров выводной антенны влияет на величину полезного сигнала и устойчивость измерения. В ходе работы было установлено, что максимальный уровень сигнала можно получить при установке в детектор прямой удлинённой антенны, имеющей вид вытянутого цилиндра диаметром около 1 мм и длиной, подобранной так, чтобы при измерении расстояние между антенной и поверхностью измеряемого образца было минимальным. Подобные параметры антенны позволяют получить наиболее устойчивые результаты и потому могут считаться оптимальными.

Вместе с тем можно предположить, что создание полости внутри антенны никаким образом не повлияет на результаты измерения, так как толщина скин-слоя меди составляет менее 5 мкм. Таким образом, вглубь медного проводника, который и представляет из себя антенна, электромагнитное излучение не проникает.

После проведения многочисленных испытаний, был сформирован единый массив результатов измерений, в которых каждому набору входных данных соответствовал некоторый выходной сигнал. В частности среди входных параметров присутствовали: уровень воздуха, проводимость эталонного образца, толщина образца. По этим данным было составлено семейство кривых зависимости выходного сигнала от проводимости образца. Фрагмент семейства кривых приведён на рис. 4.18.

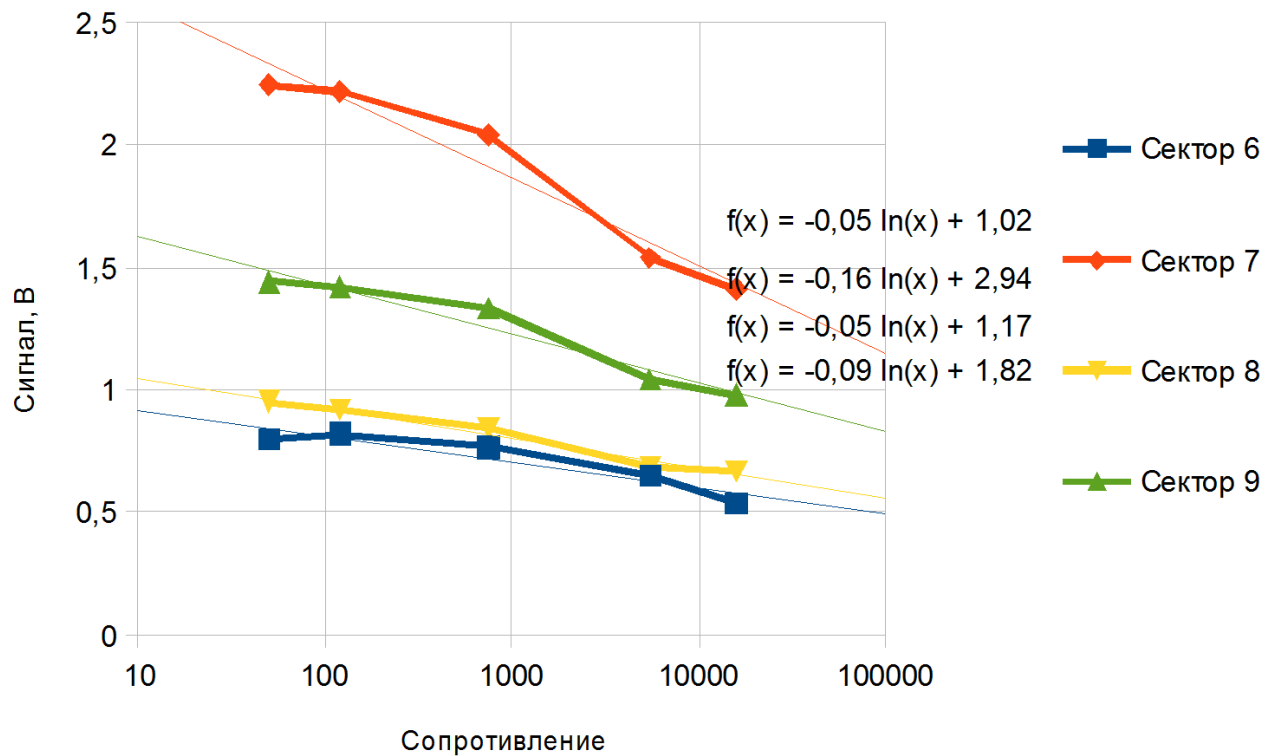


Рисунок 4.18. Семейство калибровочных кривых

Анализ показал, что зависимость выходного сигнала от электросопротивления полупроводникового материала имеет нелинейный вид. Это связано с тем, что зависимость добротности СВЧ контура нелинейно зависит от проводимости измеряемого материала. Такая зависимость для образцов монокристаллического кремния представлена на рис. 4.19. В дальнейшем можно будет использовать такую кривую для непосредственного пересчёта выходного сигнала в единицы электросопротивления без дополнительных калибровок, однако в таком случае необходимо будет рассчитывать набор кривых для каждой толщины измеряемого образца, а также для каждого типа материала, что на данный момент трудновыполнимо. Таким образом, на данный момент СВЧ метод измерения является калибровочным, то есть для измерения образца необходимо иметь два образца с близкими параметрами и известным сопротивлением, после чего проводится линейная аппроксимация данных.



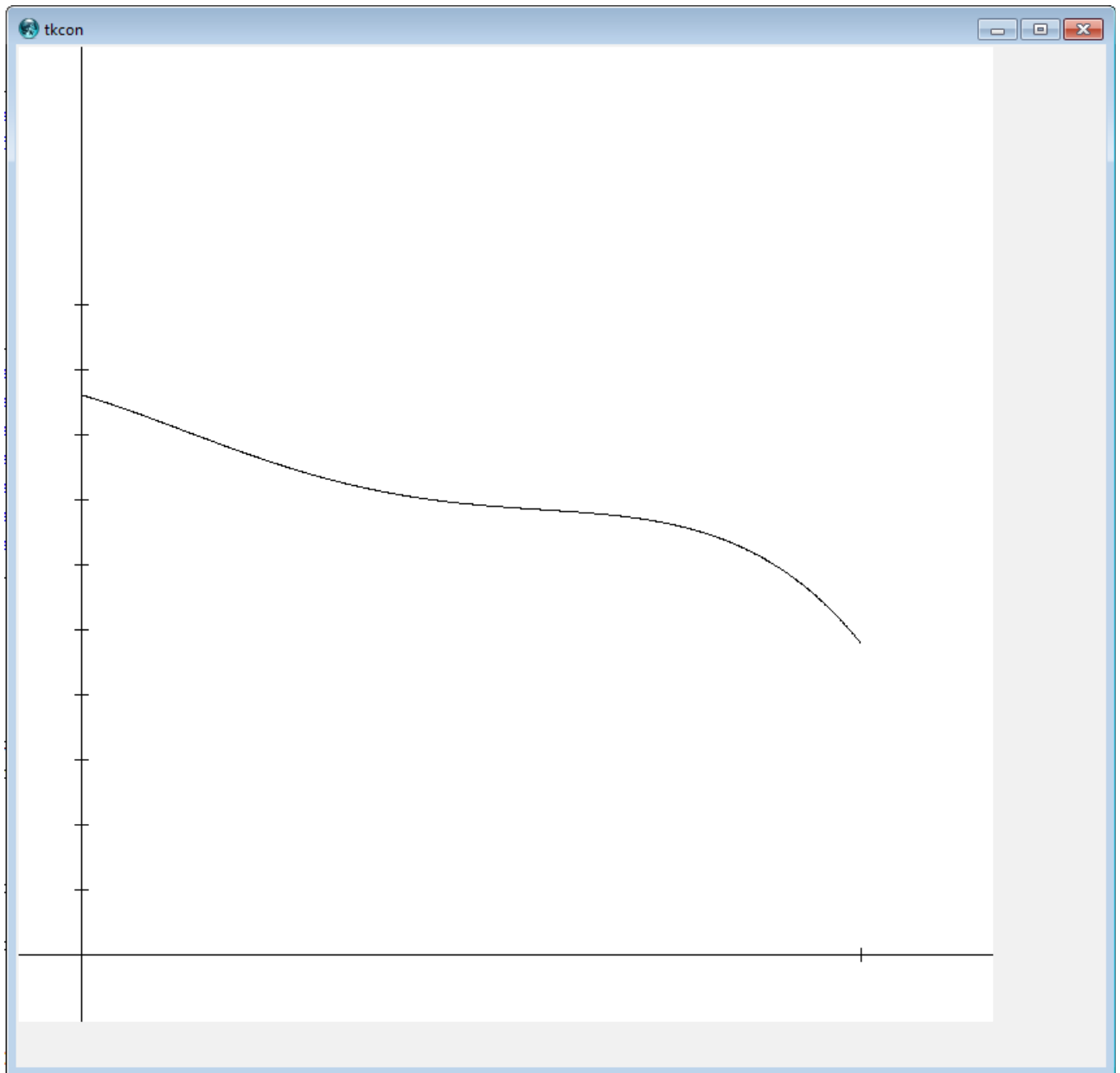


Рисунок 4.19. Графическое представление калибровочной кривой.

Здесь по оси абсцисс указан выходной сигнал в условных единицах (определяется из максимума и минимума отдельных сигналов при измерении), а по оси ординат — натуральный логарифм удельного электросопротивления в Ом·см.

Полученная кривая была занесена в память программы. Обработка выходного сигнала теперь происходит по следующим шагам:

- измеряется минимальный сигнал серии;
- измеряется максимальный сигнал серии;
- расстояние по выходному сигналу приводится к условному в соответствии с параметрами выходных сигналов, записанными в память программы;
- расстояние по сопротивлениям является характеристикой растяжения кривой по вертикали;
- производится измерение, сигнал записывается в переменную «xx»;
- программа вычисляет значение сопротивления «Rsurf» по переменной «xx» аппроксимируя зависимость УЭС от выходного сигнала по двум известным образцам.

В дальнейшем переменная  $R_{surf}$ , являющаяся результатом измерения, может либо выводиться на экран, либо записываться в память для дальнейшей обработки. Для работы с калибровочной кривой используется интерфейс предварительной калибровки по максимальному и минимальному сопротивлению. Интерфейс программы с активированным интерфейсом подстройки уровней сопротивлений представлен на рис. 4.20.

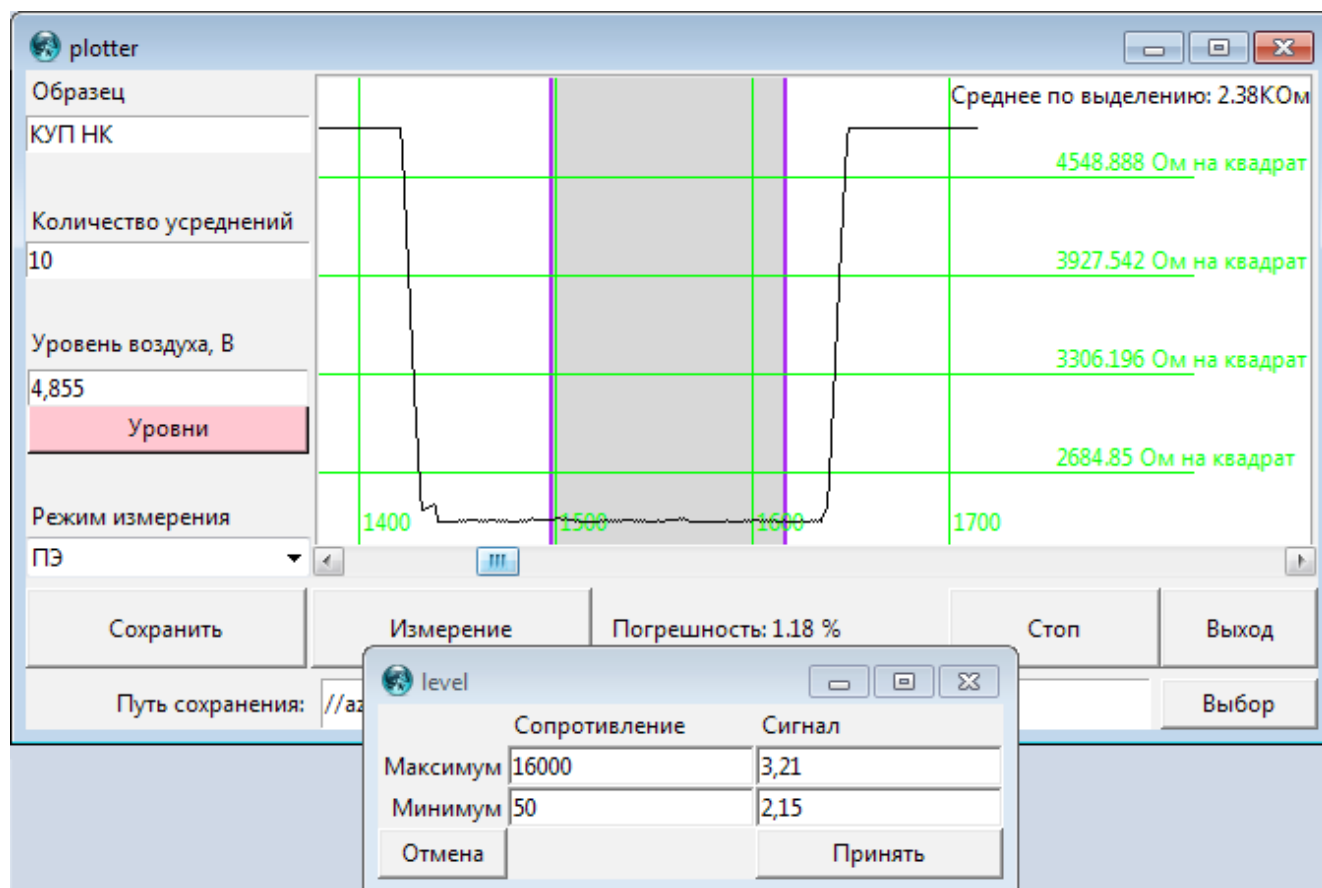


Рисунок 4.20. Интерфейс подстройки уровней в интерфейсе настройки программы для измерения УЭС и ПЭ полупроводниковых материалов.

На рис. 4.20 показаны окно с графическим представлением измерений, окно для ввода комментария («Образец»), окно для ввода количества усреднений, которое говорит об уровне сглаживания получаемой кривой, выбор режима измерений как типа калибровочной кривой и коэффициентов («УЭС», «ПЭ» и просто измерение выходного сигнала в вольтах), а также дополнительное окно, вызываемое по кнопке «Уровни», в котором можно ввести значения минимального и максимального сопротивлений, и окна «Уровень воздуха», которое желательно обновлять с каждым измерением. При нажатии на кнопку «Сохранить» набор точек с нужными коэффициентами сохраняется в указанный файл в формате двумерного массива, где координатами являются время и выходной сигнал, а имеющиеся коэффициенты позволяют интерпретировать выходные данные без помощи программы. При выделении участка кривой в правом верхнем углу отображается значение среднего по выделению электросопротивления, а под окном графического представления серии измерений — величина статистической погрешности измерения.

Для определения точности прибора было проведено калибровочное измерение образцов КУП НК. Были взяты образцы из четырёх различных серий, и измерены. Выходной сигнал сразу преобразовывался в величину поверхностного сопротивления. Результаты измерения приведены в таблице 4.10.

Таблица 4.10. Результаты измерений.

Номер измерения	Измеренное сопротивление, Ом	Номер измерения	Измеренное сопротивление, Ом	Номер измерения	Измеренное сопротивление, Ом
Первая серия измерений		Вторая серия измерений		Третья серия измерений	
Образец с ПЭ 50 Ом					
1	3618	1	40	1	30
2	3666	2	35	2	24
3	3742	3	38	3	29
4	3500	4	53	4	58
5	3706	5	45	5	38
Образец с ПЭ 120 Ом					
1	142	1	116	1	79
2	139	2	129	2	75
3	124	3	130	3	68
4	135	4	119	4	78
5	123	5	124	5	87
Образец с ПЭ 750 Ом					
1	720	1	463	1	912
2	731	2	509	2	908
3	735	3	465	3	941
4	749	4	576	4	911
5	740	5	481	5	938
Образец с ПЭ 16000 Ом					
1	14772	1	12468	1	11312
2	15031	2	12066	2	11601
3	14206	3	12530	3	11811
4	14955	4	12529	4	10863
5	14460	5	11680	5	11124

Согласно методике калибровки, составленной аналогично методике для монокристаллического кремния [1], результаты измерений усредняются, отбрасываются результаты, слишком сильно выделяющиеся из общего набора. Вычисляется среднеквадратичное отклонение. Результаты этой обработки представлены в табл. 4.11.

Таблица 4.11. Обработка результатов измерений

Номинал, Ом		1 серия измерений	2 серия измерений	3 серия измерений	Среднее значение
50	Измеренное значение, Ом	3600	42	36	39

	Отклонение от среднего, Ом	94	7	14	10
	Отклонение от среднего, %	2,6	17	37	26
	Отклонение от номинала, %	7000	16	28	22
120	Измеренное значение, Ом	132	124	77	128
	Отклонение от среднего, Ом	8,7	6	6,9	7,4
	Отклонение от среднего, %	6,5	4,9	8,9	5,8
	Отклонение от номинала, %	10	3	35	6,7
750	Измеренное значение, Ом	735	499	922	718
	Отклонение от среднего, Ом	10	47	16	25
	Отклонение от среднего, %	1,5	9,4	1,8	3,4
	Отклонение от номинала, %	2	33	23	4,2
16000	Измеренное значение, Ом	14700	12300	11300	12762
	Отклонение от среднего, Ом	354	375	375	368
	Отклонение от среднего, %	2,4	3,0	3,3	2,9
	Отклонение от номинала, %	8,2	23	29	20

Измерения показали, что калибровочная кривая достаточно точна для того, чтобы проводить оценочные измерения. Точность большинства измерений лежит в пределах 30%, что достаточно для оценки величин сопротивления, так как тонкие плёнки вообще не поддаются измерениям другими бесконтактными методами, а измерение зондовыми технологиями сопротивления выше 10 кОм крайне затруднительно.

В память прибора была занесена калибровочная кривая. Измерения показывают, что данная кривая имеет одинаковый характер для всех типов образцов, потому возможно её использование для измерения любого типа материала.

Прибор для измерения удельного электросопротивления полностью собран и откалиброван. Измерения показали его работоспособность. Была разработана программа для подключения прибора к ПК, есть возможность подсоединения собственного экрана, есть возможность систематизировать и анализировать результаты измерений непосредственно в процессе измерения.

Точностные характеристики находятся на уровне 30%, что сравнимо с показателями прочих бесконтактных методов и достаточно для проведения оценочных измерений. Прибор подключается к ПК, и взаимодействует с аналитической программой. Измерение происходит непосредственно, в экспресс-режиме. Скорость передачи данных между прибором и ПК — 30 результатов измерений в секунду. Таким образом, имеется возможность накапливать значительные объёмы статистически значимых данных за короткое время.

## Глава 5. Работа комбинированной установки

Так как детекторы для измерения времени жизни неравновесных носителей заряда и для измерения удельного электросопротивления достаточно схожи (в основе конструкции лежит волновод, СВЧ генератор и детекторный диод), появляется возможность объединить оба измерителя таким образом что управляющая программа сможет самостоятельно или под управлением оператора выбирать режим измерения УЭС или ВЖ, что сделает установку универсальной и позволит увеличить локальность измерений за счёт того что ВЖ и УЭС можно будет определять в одной и той же точке.

### 5.1. Схема объединения детекторов УЭС и ВЖ

Анализ показал, что имеется возможность одновременного измерения величины времени жизни неравновесных носителей заряда и удельного электросопротивления монокристаллического кремния и образцов кремний-углеродных плёнок со структурой нанокompозита. Для этого необходимо:

- установить в качестве антенны полый цилиндр;
- в полости антенны установить светодиод или лазер с необходимой для данного материала длиной волны;
- измерить постоянную составляющую выходного сигнала, преобразовав её в величину удельного электросопротивления по калибровочной кривой;
- измерить переменную составляющую выходного сигнала, пересчитав из неё величину времени жизни неравновесных носителей заряда, активировав при этом лазер.

Эти выходные сигналы необходимо снимать и оцифровывать по возможности более точно. Так как выходной сигнал постоянной своей частью говорит о УЭС образца, а переменной составляющей — о ВЖ, то их предполагается разделить конденсатором, который представляет из себя разрыв для постоянного тока, однако проводит переменный. Аналогично для выделения постоянной составляющей используется катушка индуктивности. Принципиальная система разделения сигнала представлена на рис. 5.1.

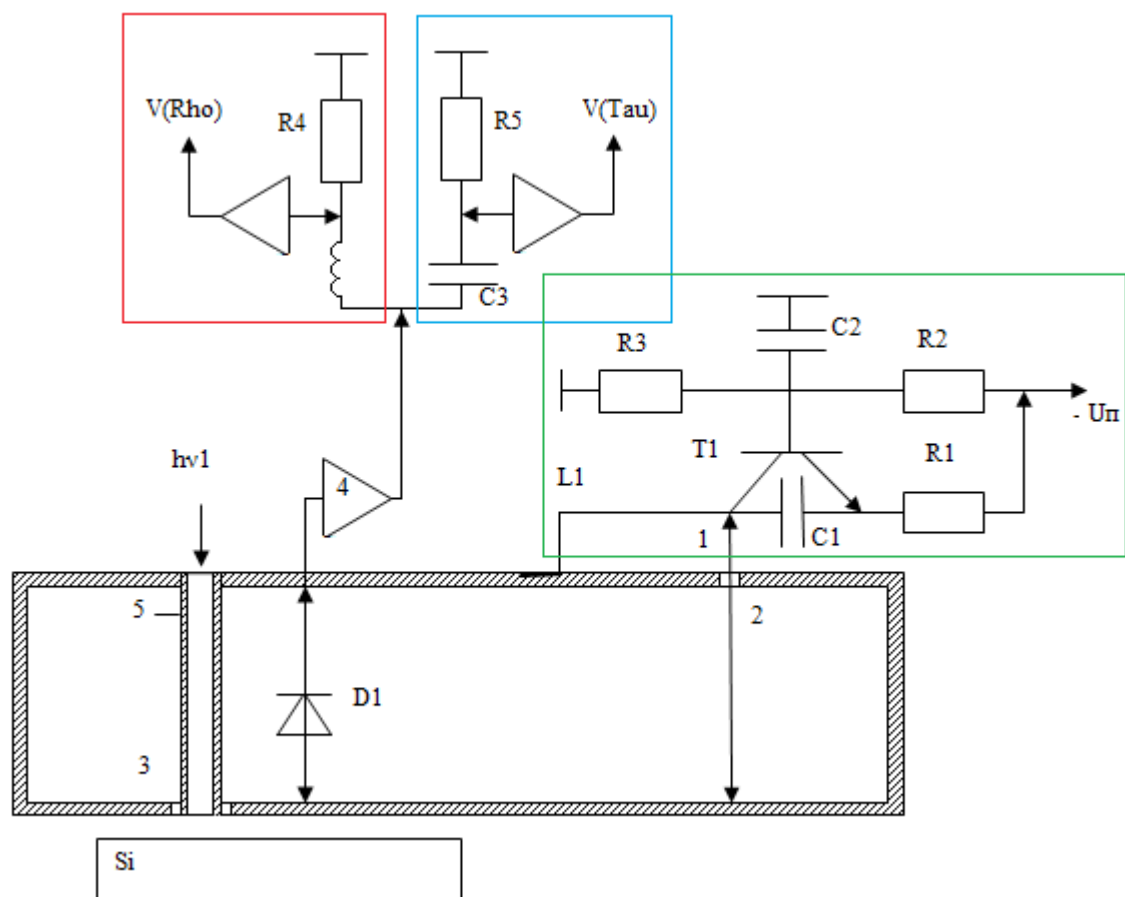


Рисунок 5.1. Принципиальная схема разделения сигнала. Здесь синим обведена часть отвечающая за измерение времени жизни, красным — за измерение УЭС. Зеленым цветом выделена генераторная часть установки

В идеальном случае сопротивление вольтметра бесконечно, и конденсатор проводит переменное напряжение, а индуктивность — постоянное без потерь. Реально выходной сигнал несколько искажается из-за неидеальности элементной базы. Для уменьшения этого влияния желательно использовать не два разных вольтметра, а объединённые общей землёй или лучше единый многоходовой измерительный модуль. В качестве такого модуля был выбран используемый для измерителя ВЖ контроллер MCU32 на базе микропроцессора STM32. Выходной сигнал также усиливается для более удобного анализа. Схема разделения сигнала имеет вид, представленный на рис. 5.2.

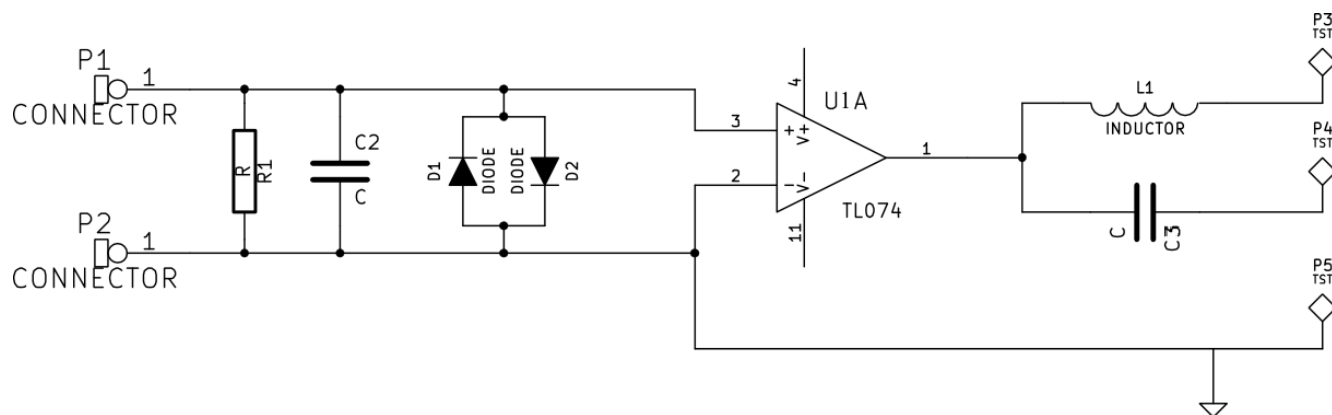


Рисунок 5.2. Схема разделения сигнала

На рис. 5.2 коннекторы P1 и P2 подсоединены к выходам СВЧ детектора. Сопротивление R1 достаточно велико (200 кОм), конденсатор C2 служит для уменьшения наводок, диоды D1 и D2 ограничивают слишком высокие скачки сигнала, которые могут испортить схему усиления или детектирования. Усилитель U1 представляет из себя широкополосный измерительный усилитель, полная схема которого представлена на рис. 4.5. Выход P5 — общая земля, выход P3 — постоянная составляющая СВЧ сигнала, которая зависит от УЭС образца, выход P4 — переменная составляющая СВЧ сигнала, которая зависит от ВЖ ННЗ. Выходные сигналы подаются на разные входы измерительного модуля MCU-32 и там оцифровываются и пересчитываются. Конденсатор C3 выбирается из соображений наименьшего импеданса.

Управление током светодиода осуществляется при помощи схемы с глубокой отрицательной обратной связью на операционном усилителе AD797, управляющем n-канальным полевым транзистором IRF3710. Операционный усилитель сравнивает напряжение на токоизмерительном резисторе и напряжение ЦАП микроконтроллера, и за счёт обратной связи устанавливает ток на светодиоде.

## 5.2. Управление отдельными элементами устройства

Измерение удельного электросопротивления непосредственно в процессе измерения времени жизни бессмысленно. Это связано с тем, что в ходе измерения времени жизни электросопротивление образца меняется из-за освещения, таким образом измеренные при интенсивном освещении данные могут говорить разве что о фотопроводимости, но не об УЭС. Для точного измерения УЭС образец не должен быть дополнительно освещён, что говорит о необходимости разделения во времени процессов измерения УЭС и ВЖ ННЗ пусть на небольшой, но всё-таки достаточный для установления квазистационарного равновесия промежуток времени. Для разделения процессов измерения УЭС и ВЖ ННЗ необходимо разнести во времени процесс измерения параметров образца и процесс облучения его ИК светодиодом. Для этого запускающий сигнал для ИК светодиода посылается не всё время, а только после того как начнётся процесс измерения ВЖ ННЗ. Так величина УЭС будет измерена не в момент облучения ИК светодиодом, а только после того как оператор получит результаты измерения ВЖ ННЗ, благодаря чему все неравновесные носители успеют релаксировать. В то же время продолжительность одной операции ограничена продолжительностью манипуляций с управляющей программой, так как запуск детектора и пересчёт значений происходят автоматически. Это означает что время измерения параметров образца значительно сокращается.

Исходя из приведённых требований можно выделить четыре основных канала на управляющем модуле.

- 1 — общая земля, относительно которой проводятся измерения.
- 2 — выход для управления током светодиода. Смещение производится относительно общей земли для упрощения определения нежелательных наводок, связанных с большими токами лазера, и устранения их из расчёта численными методами.
- 3 — DC вход регистрирующий сигнал в промежутке времени пока измерение ВЖ не производится.
- 4 — AC вход для регистрации сигнала спада фотопроводимости.

Строго говоря, сигнал спада фотопроводимости можно было бы регистрировать и DC входом, однако в этом случае помимо слабой переменной составляющей в сигнале также будет значительная постоянная составляющая, зависящая от питания операционного усилителя и уровня нулевого смещения сигнала, которые меняются при изменении элементной базы. На фоне этого сигнала слабые колебания спада фотопроводимости будут менее заметны и их определение будет затруднено, а вычитание постоянной составляющей этого сигнала невозможно из-за его приборной обусловленности.

Такой набор входных каналов удовлетворяет возможностям модуля MCU-32.

Управляющая программа, занесённая в память микроконтроллера, написана на модификации fractal-BASIC, изменённый для удобства оперирования ЦАП и АЦП. Процедура чтения сигнала с аналогового входа выглядит следующим образом:

```
; Сброс AD7718 посылкой 32 единичных бит подряд
; и запуск преобразования: 01 43
;   Фильтр включен
;   Режим небуферированного AINCOM
;   опора от AD780
;   5/10 входов
;   осциллятор не выключен
;   режим циклического преобразования: 02 07
;   IN+ => AIN1, IN- => AINCOM; биполярный режим; диапазон +-2.56В
1000 spi#ad=0FFh,0FFh,0FFh,0FFh,1,43h,2,7
1010 time=0 : do : while time<0.25
; запрос результата:
1020 spi=44h
; чтение SPI
1030 xh=spi
1040 xm=spi
1050 xl=spi
1060 return
```

Здесь колебания входного сигнала достаточно малы чтобы входить в диапазон  $\pm 2,5$  В, в случае если такое ограничение станет серьёзной помехой для точных измерений можно будет изменить диапазон при помощи подтяжки дополнительных 2,5 В или за счёт увеличения диапазона до [0 ... 10 В].

Полученные данные переводятся в единицы напряжения при помощи процедуры:

```
; Обращение к процедуре измерения сигнала
500 ad=6 : gosub 1000
; перевод в HEX-формат
510 print " ADC1(CS->P1.0) -> ", : phb xh, xm, xl, : print "h ",
; приведение к единицам напряжения, здесь  $32768 = 2^{15}$ 
520 u= (xh*65536+xm*256+xl)/3276800-2.56
; вывод
530 print u, "v"
```

Такая процедура позволяет выводить на экран результат единичного измерения, что хорошо в тестовом режиме. Для получения кривой фотопроводимости необходимо вносить в память набор таких данных, и уже после этого оцифровывать и анализировать. Это позволит значительно ускорить единичное измерение, так как уменьшается количество операций и снижается нагрузка на вычислительные мощности микроконтроллера. Это очень важно, так как в итоге время единичного измерения (учитывая время работы АЦП и запоминания результата) не должно превышать 1 мкс, а в идеале — 0,5 мкс, что сопоставимо с частотой работы микропроцессора (76 МГц).

Так как внутреннее сопротивление измерителей велико, но тем не менее не бесконечно, то часть входного сигнала при измерении теряется. Чтобы уменьшить воздействие одного измерителя на другой, разнесённые параллельно ветви сигнала можно разрывать при помощи реле, по умолчанию установленного на измерение УЭС. Управление реле может производиться при помощи модуля MCU32: для этого используется дискретный выход на +3.3 В без подключения ограничительного резистора. Реле выбирается с тем чтобы его переключающее напряжение находилось в районе +3В, а внутреннее сопротивление при этом было минимальным. Скорость переключения в данном случае роли не играет, так как переключение между режимами измерения УЭС и ВЖ ННЗ производится оператором



Вместе с тем стоит помнить, что даже несмотря на переключение часть выходного сигнала будет необратимо теряться в контактах реле, потому величина выходного сигнала универсального прибора будет ощутимо меньше, нежели величина выходного сигнала отдельного измерительного прибора.

Так как амплитуда полезного сигнала 0,5 мВ проявляется на фоне постоянного смещения составляющего 160 мВ, то при усилении в 34 раза при помощи дифференциального усилителя полезный сигнал составляющий 20 мВ будет проявляться на фоне постоянного смещения равного 5,4 В. Чтобы нивелировать вклад неизменной составляющей большого уровня шума был добавлен стабилизирующий источник постоянного напряжения +5 В, относительно которых и будут проводиться дальнейшие измерения, что уменьшит вклад неизменной составляющей на порядок, тем самым значительно повысив точность. Чтобы уменьшить влияние помех на выходной сигнал блок питания собран на мощном стабилизаторе напряжения типа 17805, а также использованы дополнительные фильтры на основе электролитических конденсаторов ёмкостью 22 000 мкФ. Земля источника соединена с общей для всего устройства землёй. При таком подключении снимаемый с усилителя сигнал необходимо отсчитывать от потенциальных 5В, а не от общей земли, т. к. ноль последнего операционного усилителя совпадает с уровнем 5В.

### 5.3. Калибровочные измерения ВЖ и УЭС

Для определения уровня потерь в полезном сигнале были проведены испытания комбинированного прибора. Кривая нарастания и спада фотопроводимости измеренная и усреднённая 30 раз представлена на рис. 5.3.



Рисунок 5.3. Кривая нарастания и спада фотопроводимости. Характерное время 430 мкс.

Как видно из рисунка, точность измерения повысилась за счёт увеличенной амплитуды и уменьшения синфазной составляющей шума. Всплески при включении и выключении ИК светодиода связаны с неидеальной изоляцией светодиода от колебательного контура. В то же время согласно рекомендациям стандарта [10] для измерения ВЖ служит отрезок кривой от 45 до 5% от максимума, т.е. участок кривой со всплеском не учитывается в итоговых расчётах. Также не учитывается непродолжительная область колебаний около нуля, которая вносила бы значительные искажения в результаты измерений. Для сравнения с предыдущими результатами было произведено измерение образца №8, имеющего вид тонкой пластины (толщина 760 мкм), измерение которой было затруднено из-за чрезвычайно малой амплитуды выходного сигнала (см. рис. 3.14). Осциллограмма спада ФП представлена на рис. 5.4.

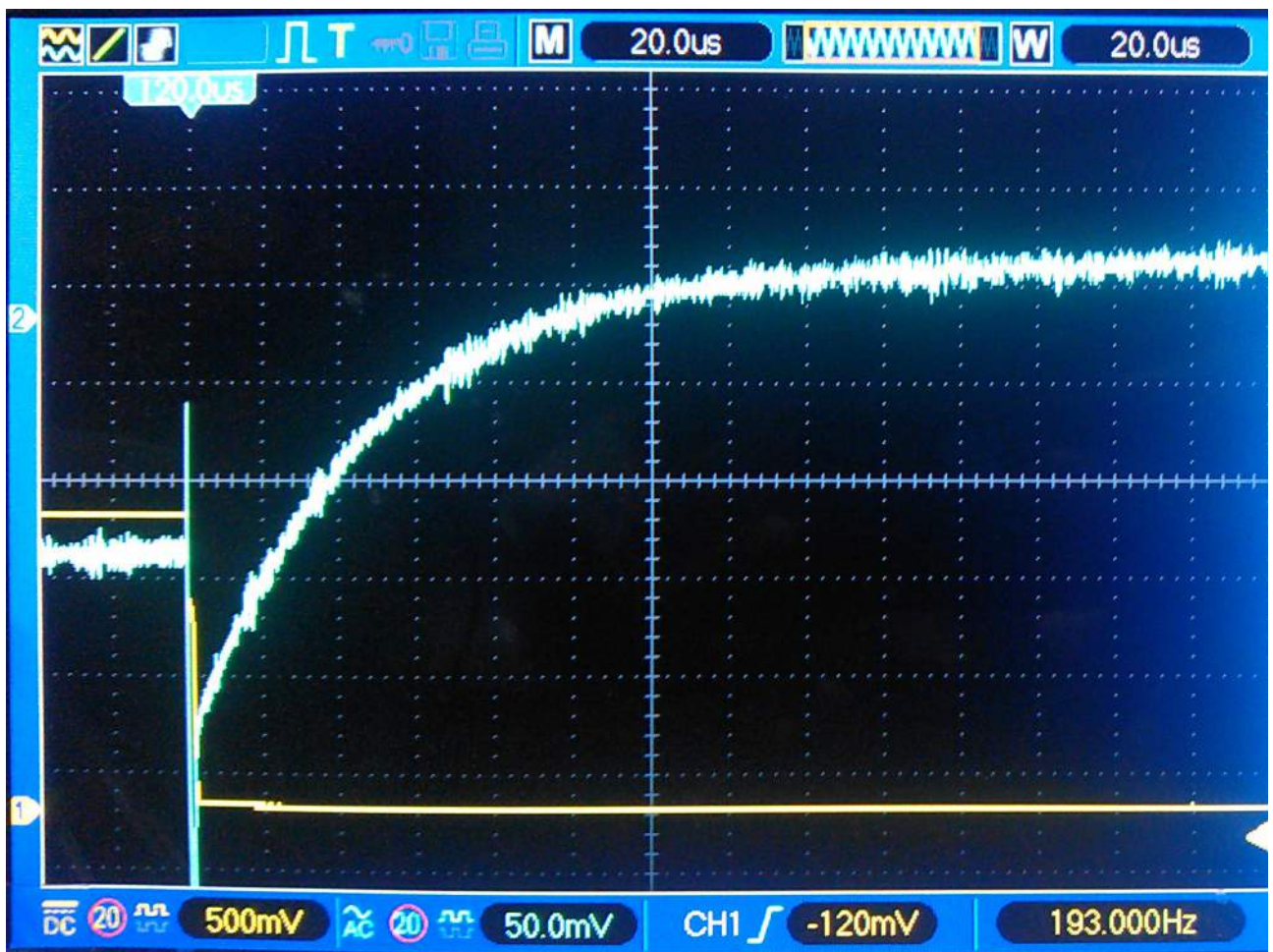


Рисунок 5.4. Кривая спада ФП для образца №8. ВЖ образца 52 мкс.

Как видно из рис. 5.4, амплитуда выросла значительно, что позволяет говорить об увеличении точности измерений. Контрольные измерения это подтверждают. Благодаря этому точность измерений стала достаточной для измерения ВЖ до 11 мкс, которое достигается за счёт уменьшения толщины пластины до 350 мкм. На пластинах такой толщины неусиленный сигнал настолько мал, что невидим на фоне шумов. Однако после очищения и усиления сигнал становится достаточно большим для расчётов. Таким образом, в дальнейшем можно использовать аналитическую программу, описанную в п. 3.3. На рис. 5.5 приведен интерфейс программы измерения ВЖ по спаду фотопроводимости. На рис. 5.6 показана зависимость логарифма сигнала фотопроводимости от времени. Синим выделен участок от 45% до 5% от

максимума выходного сигнала, на котором и производится расчёт времени жизни по рекомендациям стандарта ASTM. При расчёте строится линейная регрессия логарифма спада ФП и по тангенсу угла наклона определяется ВЖ в полупроводнике.

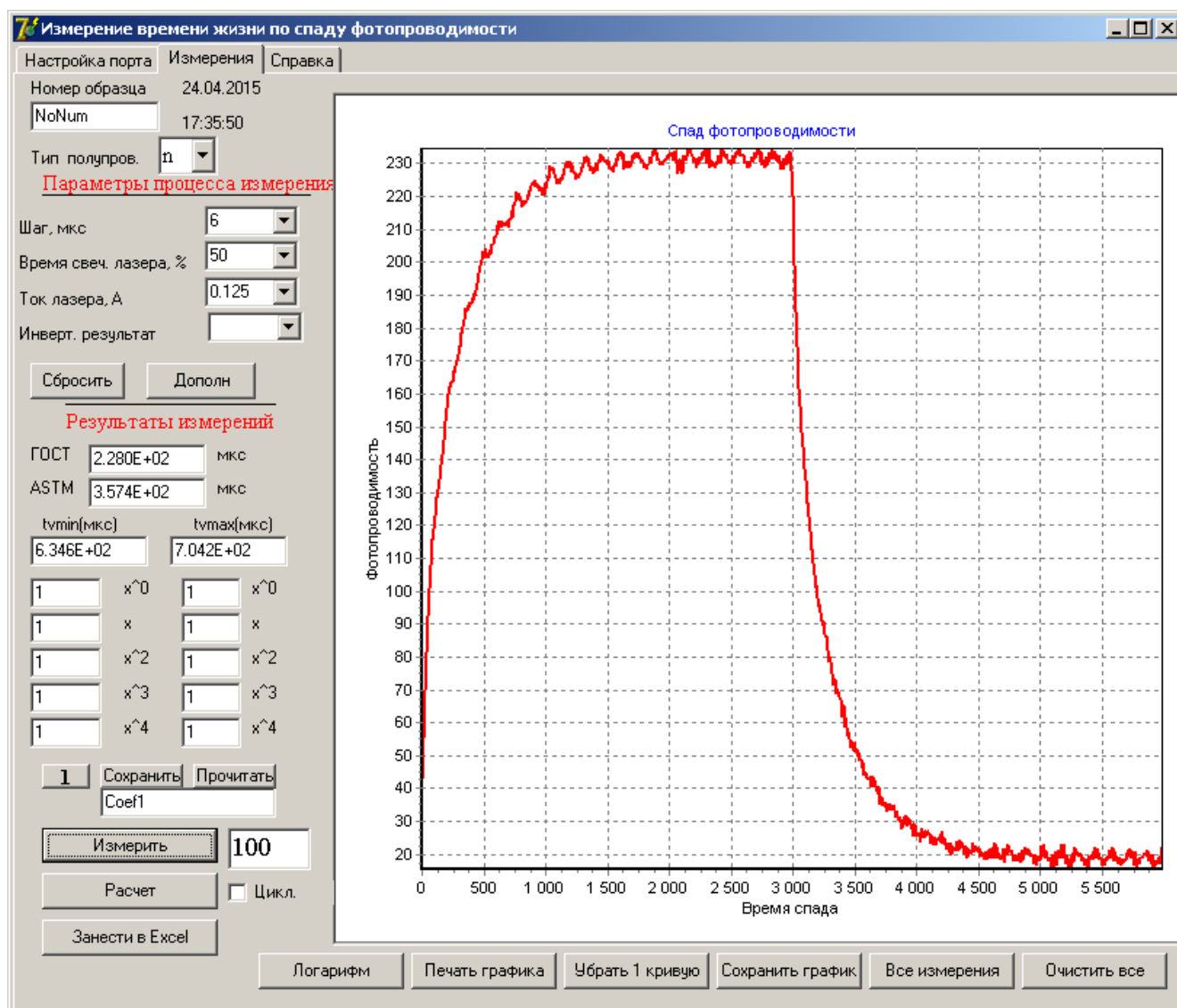


Рисунок 5.5. Кривая нарастания и спада ФП.



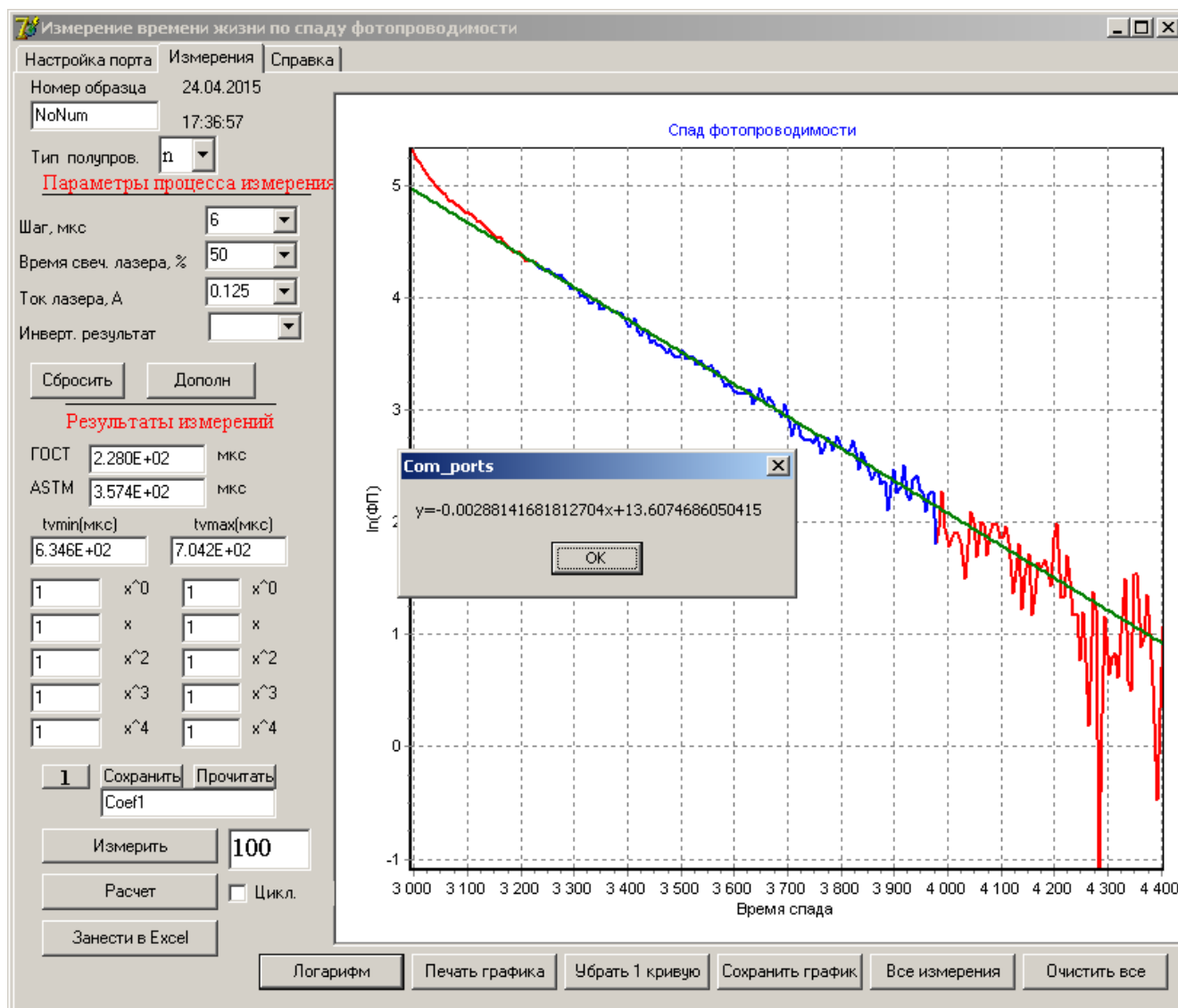


Рисунок 5.6. Логарифм кривой спада фотопроводимости.

Результаты измерений времени жизни стандартных образцов в сравнении с результатами измерений ВЧ и СВЧ методом на калиброванной установке представлены в табл. 5.1. и на рис. 5.6.

Таблица 5.1. Сравнение результатов измерения ВЧ и СВЧ методами с результатами измерения калиброванной установкой.

Образец	1	2	3	4	5	6	7	8	9
ВЖ измеренное ВЧ методом (паспорт), мкс	1588	650	470	300	170	106	73	45	17
ВЖ измеренное калиброванной СВЧ установкой, мкс	1020	804	494	350	257	177	93,7	52,9	10,7
ВЖ измеренное комбинированной установкой, мкс	1080	790	600	355	270	140	145	41	11

Откл. изм. от пасп., %	-30	21	27	18	56	35	99	-9,8	-33
Откл. изм. от калибр. СВЧ, %	6	-2	21	1,5	3,7	-19	55	-23	5,6

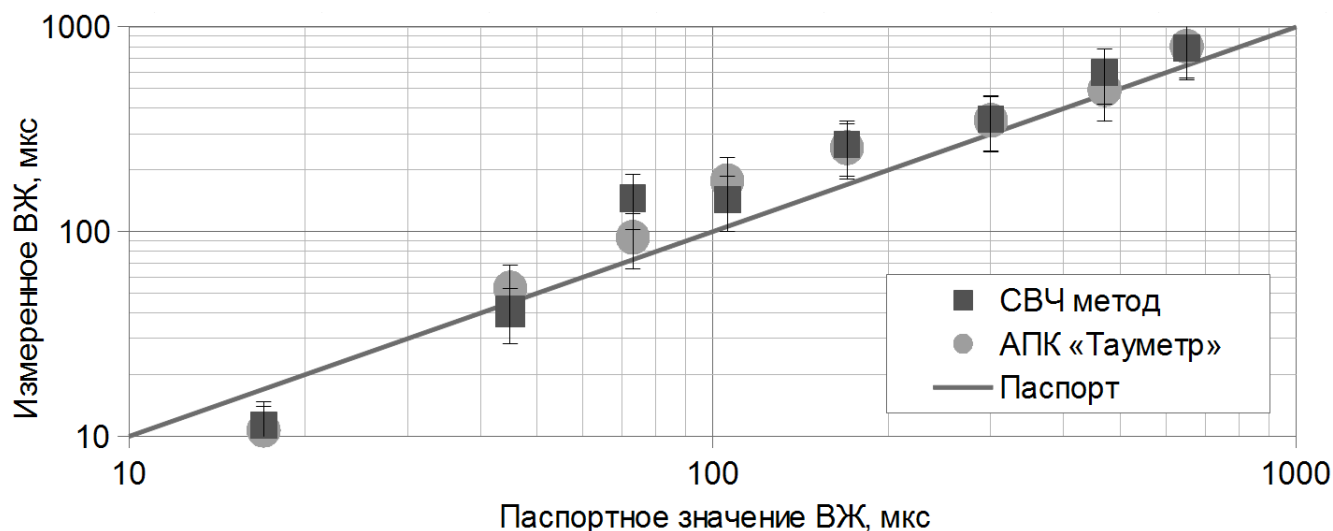


Рисунок 5.7. Сравнение результатов измерения созданной установки (■) и калиброванной СВЧ установки (●) с паспортными значениями.

Как видно из табл. 1 и рис. 5.6, результаты измерений комбинированной установкой по-прежнему ближе к измерениям СВЧ моноблоком для измерения ВЖ, однако точность измерения несколько упала. Это связано прежде всего неидеальностью детекторной системы измерителя УЭС, которая влияет на измеритель ВЖ и устранить которую невозможно. Вместе с тем, отклонение результатов измерения комбинированной установкой от СВЧ моноблока лежат в пределах 30%. Результаты измерений стандартных образцов описаны в [77].

Для испытательных измерений УЭС были использованы образцы из набора СОП 48-0572-258(1-9). Результаты измерения даны в табл. 5.2.

Таблица 5.2. Результаты измерений удельного электросопротивления стандартных образцов

№ образца	1	2	3	4	5	6	7
УЭС образца, Ом·см	1,469	4,611	16,34	36,92	98,0	228,8	527,4
Сигнал воздуха, В	10,2	10,3	10,2	10,2	10,0	10,0	10,1
log(УЭС)	0,167	0,664	1,21	1,57	1,99	2,36	2,72
Сигнал образца, В	3,68	3,92	4,40	5,84	6,96	8,08	9,22
Сигнал воздуха, В	10,1	10,2	10,2	10,1	10,2	10,1	10,2
Сигнал образца, В	3,38	4,52	4,40	5,80	7,08	8,12	9,18
Сигнал воздуха, В	10,1	10,2	10,2	10,2	10,2	10,1	10,2
Сигнал образца, В	5,20	3,51	4,52	5,88	7,10	8,24	9,12
Сигнал воздуха, В	10,0	10,2	10,2	10,1	10,1	10,1	10,2
Разница в сигналах, В	6,57	6,24	5,76	4,31	3,08	1,93	1,00

Отклонение от среднего, %	6,0	12	1,6	0,7	1,0	1,0	0,5
Отн. Выходной сигнал, ед.	1	0,95	0,88	0,66	0,47	0,29	0,15
Расчётный $\log(Y_{ЭС})$	0,159	0,708	1,26	1,86	2,02	2,38	2,86
Расчётное УЭС, Ом·см	1,4	5,1	18	73	104	240	730
Отклонение от номинала, %	-2	11	12	97	6	4	38

Графически результаты измерений с результатами расчетов по имеющейся калибровочной кривой представлены на рис. 5.8. Сравнение измеренных и номинальных значений сопротивлений представлены на рис. 5.9. Экстраполяция выходного сигнала на нижнюю границу чувствительности прибора говорит о возможности измерять образцы с УЭС более 5 кОм·см.

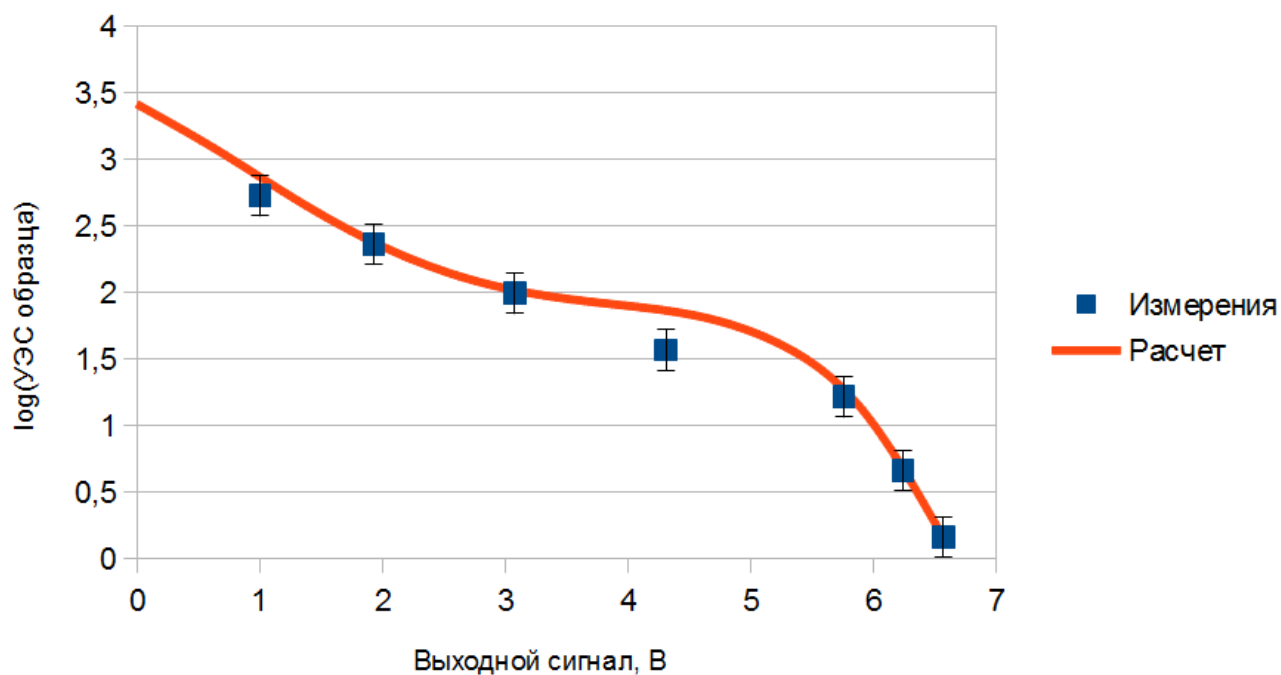


Рисунок 5.8. Калибровочная кривая комбинированного прибора.

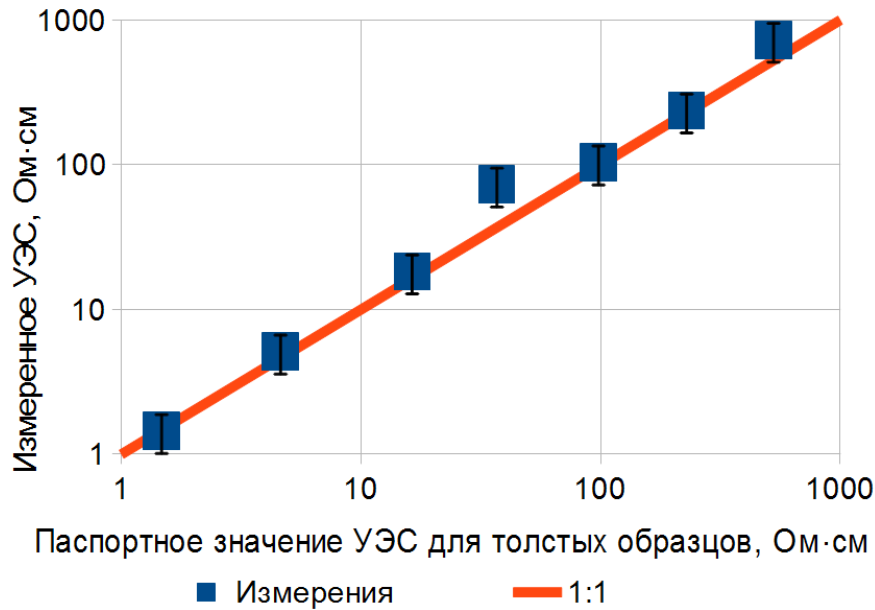


Рисунок 5.9. Соотношение между измеренными и номинальными УЭС толстых образцов.

Как видно из рисунков, результаты измерений достаточно хорошо сходятся с теоретическими данными. Однако из табл. 5.2 можно увидеть значительное (до 100%) отклонение рассчитанных сопротивлений от значений эталона. Это связано с тем что выходной сигнал зависит от УЭС измеряемого образца по логарифмическому закону, а значит незначительное изменение выходного сигнала экспоненциально влияет на результат. Так, отклонение в логарифме для образца №4 на 18% привело к изменению результата почти в два раза. Это является существенным недостатком разработанной методики, однако на данный момент говорить о наиболее эффективных путях разрешения данной проблемы пока рано. Вероятно, для этого потребуются производить автоматическое удаление антенны или закрытие выходного отверстия на СВЧ волноводе с частотой 10 Гц, чтобы непосредственно в ходе измерения проводить калибровку прибора по уровню воздуха и сразу устранять возникающие погрешности.

Комбинированный прибор был использован для определения равномерности распределения поверхностного электросопротивления в гетероструктурах AlGaIn/GaN на сапфире. Определение равномерности зондовыми методами на таких структурах практически невозможно, так как толщина плёнок гетероструктур составляет десятки микрон и потому переходные сопротивления на контактах с зондами слишком велики для точного определения параметров образцов, а сам материал слишком мягкий и после измерения уже не может быть использован в дальнейшем производстве.

Область анализа измерителя составляет 3 мм, поэтому выходной сигнал соответствует не поверхностному сопротивлению какого-то из слоёв, а некой интегральной величине, характеризующей поверхностное сопротивление каждого из слоёв, включая область пространственно заряда, а также толщину плёнки. Подложка, изготовленная из сапфира, имеет относительную диэлектрическую проницаемость в районе 10 и УЭС в районе  $10^{16}$  Ом·см, поэтому можно считать, что она не вносит никаких искажений в выходной сигнал. Однако при достаточно большой толщине измерение желательно проводить непосредственно в контакте с гетероструктурой, а не через подложку, так как последняя значительно ослабляет выходной сигнал.

В ходе эксперимента была измерена гетероструктура AlGaIn/GaN, верхний слой имел толщину 40 мкм, нижний — 320 мкм. Измерение проводилось параллельно базовому срезу вдоль диаметра пластины, равного 50 мм. Было сделано 9 измерений с шагом 5 мм. В каждой

точке электросопротивление измерялось 50 раз, после чего определялось среднее значение и величина статистической погрешности. Поверхность была измерена трижды. Результаты измерения приведены на рис. 5.10.

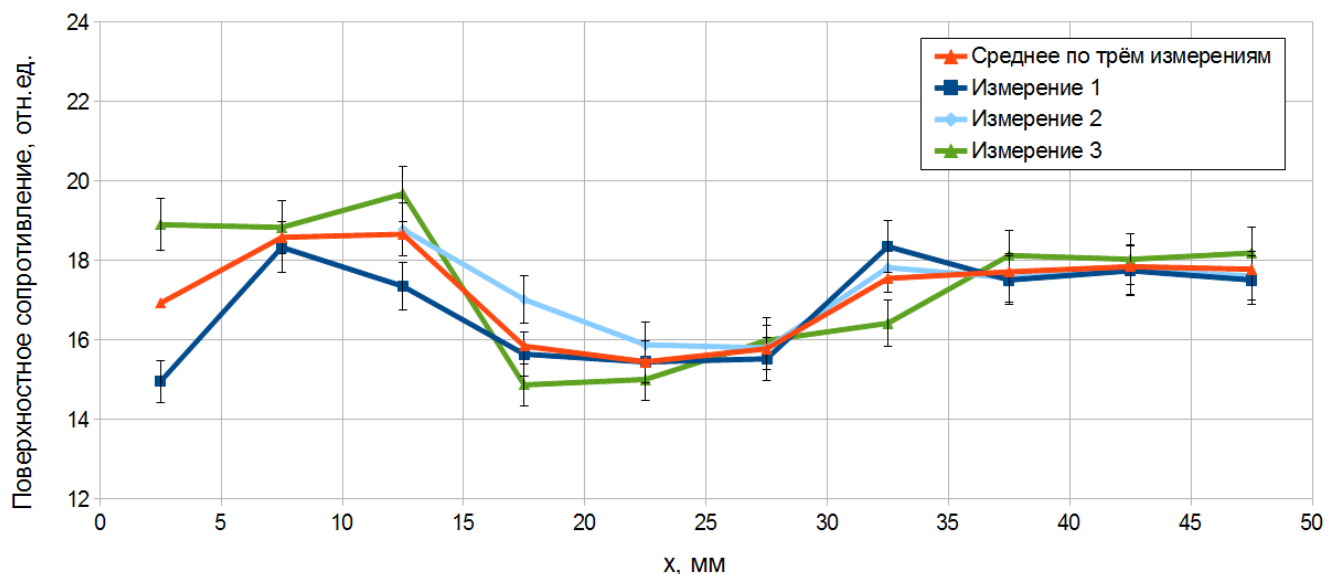


Рисунок 5.10. Распределение ПЭ по диаметру пластины.

Как видно, все измерения показывают достаточно характерный профиль с некоторым падением величины в центре и у левого края пластины, если взять базовый срез за верх. Величина СКО для всех измерений находится в районе 3,5%. Таким образом, можно говорить о возможности измерения тонких гетероструктур AlGaIn/GaN на сапфире бесконтактным СВЧ методом. Подобная же неравномерность профиля может быть вызвана как неравномерностью распределения легирующей примеси, так и неравномерной толщиной гетероструктуры.

#### 5.4. Обсуждение результатов

На данном этапе можно сказать, что точность прибора несколько снизилась: в то время как для моноблока измеряющего УЭС бесконтактным СВЧ методом точность большинства измерений лежала в пределах 30% (см. табл. 4.11), то для универсального измерителя точность в области высоких сопротивлений (сотни и тысячи Ом) несколько превышает 30%. Такой вывод вполне соответствует предположениям об уменьшении точности при создании универсального измерителя.

Вместе с тем стоит отметить, что при регулярной калибровке точность прибора значительно увеличивается, а для разбраковки пластин, что является основным назначением экспресс-измерителя УЭС имеющейся точности вполне достаточно. Более точные измерения можно проводить после разбраковки при помощи описанных в стандартах методик, вроде четырёхзондового метода [27].

Точность измерителя ВЖ увеличена по сравнению с описанной во второй части данной работы установкой, однако достигается это не за счёт схемотехнических или изменений конструкции детектора, а исключительно обработкой выходного сигнала. Обработка большого количества измерений позволяет говорить о том что измеритель ВЖ ННЗ в составе комбинированной установки несколько снижает свои измерительные качества. Это значит, что, при отсутствии необходимости в измерении УЭС полупроводникового материала, отдельная СВЧ установка для измерения ВЖ оказывается эффективнее комбинированной.

Комбинированная установка для измерения ВЖ ННЗ и УЭС полупроводникового материала позволяет добиться высокой локальности измерения при достаточно высокой точности измерения ВЖ ННЗ и достаточной для оценки точности измерения УЭС.



Конструктивно комбинированная установка проще двух установок работающих отдельно, так как самая сложная часть конструкции — генератор СВЧ импульсов — не дублируется. В целом же комбинированный прибор для измерения УЭС и ВЖ ННЗ полупроводниковых материалов бесконтактным СВЧ методом показал свою работоспособность.

## Заключение

В диссертационной работе описано создание комбинированной установки для измерения удельного электросопротивления и времени жизни неравновесных носителей заряда в полупроводниковом материале бесконтактным СВЧ методом. В результате работы был построен работоспособный макет установки, проведены калибровочные измерения и показана возможность проводить измерения с точностью достаточных для оценки параметра.

Основные результаты работы:

1. Создан рабочий макет аппаратуры, реализующий бесконтактный СВЧ метод измерения электрофизических параметров полупроводников. Аппаратура позволяет измерять:

- удельное электросопротивление монокристаллического кремния в пределах от 5 до 5000 Ом·см,
- поверхностное электросопротивление тонких проводящих плёнок от 100 Ом/□ до сотен кОм/□,
- время жизни неравновесных носителей заряда в пределах от 0,1 микросекунды до миллисекунд.

Статистическая погрешность измерений УЭС и ВЖ не превышает 30%.

2. Апробация измерителя удельного электросопротивления проведена на кафедре МППиД при определении равномерности напыления кремний-углеродной матрицы на подложку. Аппаратура для измерения времени жизни используется для контроля параметров монокристаллического кремния в цехе по производству кремниевой продукции ФГУП «НИИП», а также для контроля параметров ядерно-легированного монокристаллического кремния на технологической линии, действующей в реакторе ВВР-ц в филиале АО «НИФХИ им. Л.Я. Карпова.

3. Установлено, что при измерении времени жизни неравновесных носителей заряда на установках с кольцевым зазором на образцах с диффузионной длиной носителей заряда, превышающей диаметр кольцевого зазора, диффузия носителей приводит к уменьшению регистрируемого эффективного времени жизни. Рассчитаны величины поправок для определения времени жизни в объёме по измеренному эффективному с учетом этого эффекта.

4. Показано, что при толщине образца, превышающей диффузионную длину, на непассивированных поверхностях скорость поверхностной рекомбинации можно принять бесконечной. При этом, если толщина образца в пять и более раз превышает диффузионную длину носителей заряда, то при расчёте времени жизни в объёме по измеренному эффективному требуется введение дополнительных поправок, связанных с граничными эффектами.

### Публикации по теме диссертации

Всего по теме диссертации опубликована 21 научная работа, в том числе:

#### **Публикации в журналах, рекомендованных перечнем ВАК РФ**

1. Механизмы электропроводности кремний-углеродных нанокомпозитов с наноразмерными включениями вольфрама в интервале температур 20 – 200°C / Кобелева С.П., Малинкович М.Д., Щемеров И.В. и др. // Известия ВУЗов, серия "Материалы электронной техники". - 2012. - №2. - С.58-60

2. Применение бесконтактного СВЧ метода для анализа однородности поверхностного электросопротивления слоёв кремний-углеродных плёнок со структурой нанокомпозита / Анфимов И.М., Кобелева С.П., Малинкович М.Д., Щемеров И.В. // Заводская лаборатория. Серия "Диагностика материалов. - 2013. - Т.79, №4. - С.37-40

3. О возможности разработки ГСО времени жизни неравновесных носителей заряда монокристаллического кремния / Кобелева С.П., Лагов П.Б., Щемеров И.В. // Стандартные образцы. - 2013. - №3. - С.10-15

4. Измерение времени жизни неравновесных носителей заряда в монокристаллическом кремнии / Анфимов И.М., Кобелева С.П., Щемеров И.В. // Заводская лаборатория. Серия "Диагностика материалов. - 2014. - Т.80, №1. - С.41-45

#### **Публикации в других научных изданиях**

5. On the Applicability of HF and  $\mu$ -PCD Methods for Determination of Carrier Recombination Lifetime in the Non-passivated Single-crystal Silicon Samples / Anfimov I.M., Kobeleva S.P., Schemerov I.V., Orlova M.N. // Journal of nano- and electronic physics. - 2014. - №3. - P. 03018-1-03018-3

6. Mechanisms of electroconductivity in silicon-carbon nanocomposites with nanosized tungsten inclusions within a temperature range of 20-200 °C / Kobeleva S.P., Malinkovich M.D., Shchemerov I.V. etc. // Russian Microelectronics. - 2013. - V.42, I.8. - P.488-491

#### **Ноу-хау**

7. Устройство для бесконтактного измерения удельного объемного и поверхностного электросопротивления проводящих материалов при помощи СВЧ детектора. № 26-035-2010 в ОИС НИТУ «МИСиС» от 24 ноября 2010 года. Авторы: Анфимов И.М., Кобелева С.П., Щемеров И.В.

#### **Публикации в трудах конференций**

8. О возможности измерения поверхностного электросопротивления кремний-углеродных пленок со структурой нанокомпозита бесконтактным СВЧ методом / Анфимов И.М., Кобелева С.П., Щемеров И.В. // Материалы 2-й международной конференции/молодёжной школы-семинара «Современные нанотехнологии и нанофотоника для науки и производства». Владимир, 2009, с. 101-102.

9. Влияние частотных характеристик СВЧ-детектора на чувствительность установки для бесконтактного измерения удельного электросопротивления нанокомпозитных слоёв / Анфимов И.М., Кобелева С.П., Щемеров И.В. // Владимир. 17-19 ноября 2010. Материалы 3-й международной молодёжной школы-семинара «Современные нанотехнологии и нанофотоника для науки и производства». Владимир, 2010, с. 35-36

10. О возможности измерения удельного электросопротивления нанокомпозитных слоёв на основе кремний-углеродной матрицы бесконтактным СВЧ методом / Анфимов И.М., Кобелева С.П., Малинкович М.Д., Щемеров И.В. // Тезисы докладов 7-й международной конференции и 6-й школы учёных и молодых специалистов по актуальным проблемам физики, материаловедения, технологии и диагностики кремния, наноразмерных структур и приборов на его основе. Нижний Новгород, 2010, с. 247

11. Анализ однородности слоёв кремний-углеродных плёнок со структурой нанокомпозита бесконтактным СВЧ методом / Анфимов И.М., Кобелева С.П., Малинкович М.Д., Щемеров И.В.

// Микро- и нанотехнологии в электронике. Материалы IV международной научно-технической конференции. Нальчик, 2011

12. Комплекс оборудования для измерения параметров полупроводниковых материалов бесконтактным СВЧ методом / Анфимов И.М., Кобелева С.П., Щемеров И.В. // Перспективные технологии, оборудование и аналитические системы для материаловедения и наноматериалов. Труды VIII международной конференции. Алма-Аты, 2011, с. 573-579

13. Зависимость пределов чувствительности установки для бесконтактного измерения удельного электросопротивления монокристаллического кремния от геометрических размеров СВЧ детектора / Анфимов И.М., Кобелева С.П., Щемеров И.В. // Тезисы докладов 8-й международной конференции и 7-й школы учёных и молодых специалистов по актуальным проблемам физики, материаловедения, технологии и диагностики кремния, наноразмерных структур и приборов на его основе. Москва, 2011, с. 197

14. Механизмы электропроводности кремний-углеродных нанокомпозитов при температурах выше комнатной / Анфимов И.М., Кобелева С.П., Малинкович М.Д., Щемеров И.В. // Тезисы докладов 8-й международной конференции и 7-й школы учёных и молодых специалистов по актуальным проблемам физики, материаловедения, технологии и диагностики кремния, наноразмерных структур и приборов на его основе. Москва, 2011, с. 152

15. О возможности измерения однородности распределения по поверхности электрофизических свойств нанокомпозитных плёнок бесконтактным СВЧ методом / Анфимов И.М., Кобелева С.П., Малинкович М.Д., Щемеров И.В. // Труды международной молодёжной конференции в рамках фестиваля науки "Перспективные технологии, оборудование и аналитические системы для материаловедения и наноматериалов". Астрахань, 2012, с.142-146

16. Температурная зависимость электропроводности кремний-углеродных нанокомпозитов при температурах выше комнатной / Соловьева Ю.С., Анфимов И.М., Кобелева С.П., Щемеров И.В., Малинкович М.Д. // Сборник материалов III всероссийской молодёжной конференции с элементами научной школы "Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества". Москва, 2012, с.540-541.

17. Измерение удельного электросопротивления нанокомпозитных плёнок бесконтактным СВЧ методом / Анфимов И.М., Кобелева С.П., Механошин Е.В., Щемеров И.В. // Сборник материалов III всероссийской молодёжной конференции с элементами научной школы "Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества". Москва, 2012, с.647-648.

18. Установка для измерения удельного электросопротивления бесконтактным СВЧ методом / Анфимов И.М., Кобелева С.П., Щемеров И.В. // Материалы I международной конференции «Актуальные проблемы прикладной физики 2012». Севастополь, 2012, с. 82-83

19. Механизмы электропроводности кремний-углеродных нанокомпозитов при температурах выше комнатной / Анфимов И.М., Кобелева С.П., Малинкович М.Д., Щемеров И.В. // Научная сессия НИЯУ МИФИ-2013. Аннотации докладов научной сессии. Москва, 2013, т.1, с.169

20. Бесконтактные измерения электропроводности нанокомпозитных материалов / Анфимов И.М., Кобелева С.П., Малинкович М.Д., Механошин Е.В., Щемеров И.В. // Метрология и стандартизация в нанотехнологиях и nanoиндустрии. Тезисы лекций и докладов Екатеринбург, 2013, с. 63-64

21. О возможности разработки ГСО времени жизни неравновесных носителей заряда монокристаллического кремния / Кобелева С.П., Щемеров И.В. // I-я международная научная конференция «Стандартные образцы в измерениях и технологиях». Сборник трудов конференции. Екатеринбург, 2013, с. 195

## Библиографический список

1. SEMI MF43 "Test methods for resistivity of semiconductor materials"
2. SEMI MF26 "Standard Test Methods for Determining the Orientation of a Semiconductive Single Crystal"
3. SEMI MF42 "Standard Test Methods for Conductivity Type of Extrinsic Semiconducting Materials"
4. SEMI MF95 "Standard Test Method for Thickness of Lightly Doped Silicon Epitaxial Layers on Heavily Doped Silicon Substrates Using an Infrared Dispersive Spectrophotometer"
5. SEMI MF110 "Standard Test Method for Thickness of Epitaxial or Diffused Layers in Silicon by the Angle Lapping and Staining Technique"
6. SEMI MF525 "Test method for measuring resistivity of silicon wafers using a spreading resistance probe"
7. ГОСТ 19658 "Кремний монокристаллический в слитках»
8. Анфимов И.М., Кобелева С.П., Малинкович М.Д., Щемеров И.В. Применение бесконтактного СВЧ метода для анализа однородности поверхностного электросопротивления слоёв кремний-углеродных плёнок со структурой нанокompозита. - "Заводская лаборатория. Диагностика материалов", 2013. - № 4, том 79. - с.37-40
9. Кобелева С.П. Методы измерения электрофизических параметров монокристаллического кремния. Часть 1. Методы измерения удельного электросопротивления монокристаллического кремния. - Комментарии к стандартам. - 2013, №1. - с.14-23
10. SEMI MF1535 "Standard Test Method for Carrier Recombination Lifetime in Silicon Wafers by Noncontact Measurement of Photoconductivity Decay by Microwave Reflectance "
11. Kireev P.S. Semiconductor physics. — Moscow: Mir Publishers, 1968. — 580 p.
12. Шалимова К.В. Физика полупроводников. Издание 4. - М.: "Лань", 2010.
13. Л.П.Павлов «Методы измерения параметров полупроводниковых материалов», М., «Высшая школа», 1987.
14. И.Н. Воловичев, Ю.Г. Гуревич. "Генерационно-рекомбинационные процессы в полупроводниках" // Физика и техника полупроводников. 2001, Т. 35, вып. 3. с.321-329
15. Brody J., Rohatgi A., Ristow A. Review and comparison of equations relating bulk lifetime and surface recombination velocity to effective lifetime measured under flash lamp illumination. Solar Energy Materials & Solar Cells. - 2003, №77. - p. 293–301
16. SEMI MF673 "Standard Test Methods for Measuring Resistivity of Semiconductor Slices or Sheet Resistance of Semiconductor Films with a Noncontact Eddy-Current Gage"
17. Анфимов И.М., Кобелева С.П., Щемеров И.В. Измерение времени жизни неравновесных носителей заряда в монокристаллическом кремнии. "Заводская лаборатория. Диагностика материалов". № 1, том 80, 2014 г, с.41-45
18. Анфимов И.М., Кобелева С.П., Малинкович М.Д., Пархоменко Ю.Н., Торопова О.В., Щемеров И.В. Механизмы электропроводности кремний-углеродных нанокompозитов с наноразмерными включениями вольфрама в интервале температур 20 — 200 С // Известия ВУЗов, серия "Материалы электронной техники", № 2(58), 2012 , с.58-60
19. Кобелева С.П., Лагов П.Б., Щемеров И.В. О возможности разработки ГСО времени жизни неравновесных носителей заряда монокристаллического кремния. "Стандартные образцы". №3, 2013 г. с.10-15
20. Анфимов И.М., Кобелева С.П., Щемеров И.В. Свидетельство о регистрации ноу-хау "Устройство для бесконтактного измерения удельного объёмного и поверхностного сопротивления проводящих материалов при помощи СВЧ детектора". №26-035-2010, 24 декабря 2010 г.
21. Stevenson D. T., Keyes R. J. Measurement of carrier lifetimes in germanium and silicon / J. Appl. Phys. 1955. Vol. 26. N 2. P. 190 – 195.
22. Schroder D. K. Carrier lifetimes in silicon / IEEE transactions on electron devices. 1997. Vol. 44.

N 1. P. 160 – 170.

23. Luke K. L., Cheng L.-J. Analysis of the interaction of a laser pulse with a silicon wafer: Determination of bulk lifetime and surface recombination velocity / J. Appl. Phys. 1987. Vol. 61. P. 2282 – 2293.
24. DIN 50431, Testing of Inorganic Semiconductor Materials: Measurement of the Specific Electrical Resistance of Monocrystals of Silicon or Germanium by the Four-Point Direct-Current Technique with Linearly Arranged Probes, is a similar, but not equivalent, method that is equivalent to the four probe method of SEMI MF43. It is the responsibility of DIN Committee NMP 221 and is available in both German and English editions from Beuth Verlag GmbH, Burggrafenstrasse 6, 10787 Berlin, Germany, Telephone: 49.30.2601-0; Fax: 49.30.2601.1263; Website: <http://www.beuth.de>.
25. Smits, F. M., "Measurement of Sheet Resistivities with the Four-Point Probe" Bell System Tech. J. 37, 711–718 (1958); Swartzendruber, L. J., "Correction Factor Tables for Four-Point Probe Resistivity Measurements on Thin, Circular Semiconductor Samples." NBS Technical Note 199, National Bureau of Standards, April 15, 1964. Available as AD 683 408 from National Technical Information Service, Springfield, Va. 22161.
26. Ehrstein, J. R., Brewer, F. H., Ricks, D. R., and Bullis, W. M., "Effects of Current, Probe, Force and Wafer Surface Condition on Measurement of Resistivity of Bulk Silicon Wafers by the Four-Probe Method," Appendix E, Methods of Measurement for Semiconductor Materials, Process Control, and Devices, Quarterly Report, October 1 to December 31, 1972, NBS Technical Note 773, National Bureau of Standards, June 1973, pp. 43–49. Available as COM 73-50534 from National Technical Information Service, Springfield, Va. 22161.
27. SEMI MF84 "Test method for measuring resistivity of silicon wafers with an in-line four-point probe"
28. Bullis, W. M., Brewer, F. H., Kolstad, C. D., and Swartzendruber, L. J., "Temperature Coefficient of Resistivity of Silicon and Germanium Near Room Temperature," Solid-State Electron. 11, 639–646 (1968).
29. SEMI MF1527 "Guide for application of certified reference materials and reference wafers for calibration and control of instruments for measuring resistivity of silicon"
30. SEMI MF374 "Test method for sheet resistance of silicon epitaxial, diffused, polysilicon, and ion-implanted layers using an in-line four-point probe with the single-configuration procedure"
31. Dickey, J. H., "Two-Point Probe Correction Factors," in Semiconductor Measurement Technology: Spreading Resistance Symposium, NBS Special Publication 400-10, December 1974, Ehrstein, J. R., Ed., pp. 45-50. Available from the Superintendent of Documents, U. S. Government Printing Office, Washington, DC 20402. SD Catalog Number C13.10:400-10.
32. D'Avonzo, D. L., Rung, R. D., and Dutton, R. W., " Spreading Resistance for Impurity Profiles," Stanford University Technical Report No. 5013-2, February 1977.
33. Dickey, D. H., and Ehrstein, J. R., Semiconductor Measurement Technology: Spreading Resistance Analysis for Silicon Layers with Nonuniform Resistivity, NBS Special Publication 400-48, May 1979.
34. Morris, G. L., Langer, P. H., and White, J. C., "SRPROF, a Fast and Simple Program for Analyzing Spreading Resistance Profile Data," Semiconductor Measurement Technology: Spreading Resistance Symposium, op. cit., pp. 63–74.
35. Mayer, A., and Schwartzman, S., "The Preparation of Bevelled Surfaces for Spreading Resistance Probing by Diamond Grinding and Laser Measurement of Bevel Angles," Spreading Resistance Symposium, op. cit., pp. 123–136.
36. SEMI MF397 "Standard Test Method for Resistivity of Silicon Bars Using a Two-Point Probe "
37. DIN 50430 "Testing of semi-conducting inorganic materials; measurement of the electrical resistivity of silicon or germanium single crystals in bars by means of the two-point-probe direct current method"
38. Bernini R., Cutolo A., Irace A. etc. Contactless characterization of the recombination process in silicon wafers: Separation between bulk and surface contribution. - Solid-State Electronics, 1996. -

V.39, I.8. - P.1165–1172

39. Zoth G., Bergholz W. / A fast, preparation-free method to detect iron in silicon // *Journal of Applied Physics*, 1990. V.67, p.6764-6771

40. ГОСТ 15133-77. Приборы полупроводниковые. Термины и определения.

41. ГОСТ 4.64-80 "Система показателей качества продукции. Полупроводниковые материалы. Номенклатура показателей"

42. SEMI MF2074 "Standard Guide for Measuring Diameter of Silicon and Other Semiconductor Wafers "

43. SEMI MF1392 "Standard Test Method for Determining Net Carrier Density Profiles in Silicon Wafers by Capacitance-Voltage Measurements With a Mercury Probe "

44. Kirino Y., Buczkowski A., Radzimski Z. J., Rozgonyi G. A., and Shimura F, "Noncontact Energy Level Analysis of Metallic Impurities in Silicon Crystals," *Appl. Phys. Lett.* 57, 2832–2834 (1990)

45. Методы измерения электрофизических параметров монокристаллического кремния. Часть 2. Кобелева С.П. Комментарии к стандартам. 2013. № 8. С. 15-26.

46. ASTM F28 "Test Methods for the Minority-Carrier Lifetime in Bulk Germanium and Silicon by Measurement of Photoconductivity Decay"

47. Saritas, M., and McKell, H. D., "Comparison of Minority-Carrier Diffusion Length Measurements in Silicon by the Photoconductive Decay and Surface Photovoltage Methods," *J. Appl. Phys.* 63, 4562–4567 (1988).

48. SEMI MF391 "Standard Test Methods for Minority Carrier Diffusion Length in Extrinsic Semiconductors by Measurement of Steady-State Surface Photovoltage"

49. Blakemore, J. S., *Semiconductor Statistics* (Dover Publications, New York, 1987) § 10.4.

50. Graff K., Piefer H., Goldbach G. Carrier Lifetime Doping of p-Type Silicon by Annealing Processes, *Semiconductor Silicon*, 1973

51. Horanyi, T. S., Pavelka, T., and Tutto, P., "In Situ Bulk Lifetime Measurement on Silicon with Chemically Passivated Surface," *Applied Surface Science*, 63, 306–311 (1993)

52. Yablonovitch, E., Allara, D. L., Chang, C. C., Gmitter, T., and Bright, T. B., "Unusually Low Surface-Recombination Velocity on Silicon and Germanium Surfaces," *Phys. Rev. Lett.* 57, 249–252 (1986)

53. Diamond-like nanocomposites (DLN) / Dorfman V.F. // *Thin Solid Films*. Volume 212, Issues 1–2, 15 May 1992, Pages 267–273

54. Малинкович М., Шупегин М., Сагалова Т. и др // VI Международная конференция «Опто, наноэлектроника, нанотехнологии и микросистемы». Ульяновск – Сочи, 2004.

55. Механизм формирования алмазного нанокompозита в процессе превращения фуллерита C60 при высоком давлении / Бражкин В.В., Ляпин А.Г., Волошин Р.Н., Попова С.В., Ключев Ю.А., Налетов А.М., Бейлисс С.К., Сапелкин А.В. // *Письма в ЖЭТФ*, том 69, вып. 11, стр.822-827

56. Технология получения, структура и свойства металлсодержащих нанокompозитов с кремний-углеродной матрицей / Малинкович М.А., Пархоменко Ю.Н., Скрылева Е.А. и др. // *Изв. ВУЗов. Материалы электронной техники.* – 2005. – №3. – С. 12–16.

57. Концевой Ю.А. Алмазоподобные плёнки – технология, свойства, применения // Сб. *Фундаментальные проблемы российской металлургии на пороге XXI века.* – Т. 4. –Под ред. М.Г. Мильвидского, В.Б. Уфимцева. М.: Издательство Наука, 1998. –С. 193.

58. Anfimov, I.M., Kobleleva, S.P., Malinkovich, M.D., Shchemerov, I.V., Toporova, O.V., Parkhomenko, Y.N. Mechanisms of electroconductivity in silicon-carbon nanocomposites with nanosized tungsten inclusions within a temperature range of 20-200 C // *Russian Microelectronics*. Volume 42, Issue 8, December 2013, Pages 488-491

59. Применение бесконтактного СВЧ метода для анализа однородности поверхностного электросопротивления слоёв кремний-углеродных плёнок со структурой нанокompозита / Анфимов И.М., Кобелева С.П., Малинкович М.Д., Щемеров И.В. // *Заводская лаборатория. Диагностика материалов.* - 2013. - № 4. - т. 79. - С.37-40.

60. O. Ambacher, J. Smart, J.R. Shealy, N.G. Weimann, K. Chu, M. Murhy, W.J. Schaff and L.F. Eastman "Two-dimensional electron gases induced by spontaneous and piezoelectric polarization charges in N- and Ga- gace AlGa<sub>N</sub>/ GaN heterostructures"/ Journal of applied physics. V. 85, No6, 15 march 1999, p. 3222-3233.
61. J.P. Ibbetson, P.T. Fini, K.D. Ness, S.P. DenBaars, J.S. Speck and U.K. Mishra " Polarization effects, surface states, and the sourface of electrons in AlGa<sub>N</sub>/GaN heterostructure field effect transistor"/Applied Physics Letters, v.77, N2, 10 July 2000, pp.250-252
62. E.T. Yu, X.Z. Dang, P.M. Asbeck, S.S. Lau " Spontaneous and piezoelectric polarization effects in III-V nitride heterostructures".J. Vac. Sci. Technol. B17(4), Jul/Aug 1999, p.1742-1749.
63. Лютцау А.В., Крымко М.М., Енишерлова К.Л., Темпер Э.М. Разгуляев И.И. / Исследование гетероструктур методом рентгеновской однокристалльной дифрактометрии // «Известия ВУЗов, Материалы электронной техники», № 3 (59), 2012, с. 72-78.
64. Khanna V. K. Physical understanding and technological control of carrier lifetimes in semiconductor materials and devices: A critique of conceptual development, state of the art and applications / Progress in Quantum Electronics. 2005. N 29. P. 59 – 163.
65. Schroder D. K., Choi B. D., Kang S. G., Ohashi W., Kitahara K., Opposits G., Pavelka T., Benton J. Silicon Epitaxial Layer Recombination and Generation Lifetime Characterization / IEEE transactions on electron devices. 2003. Vol. 50. N 4. P. 906 – 912.
66. Кобелева С. П., Юрчук С. Ю., Ярыничак М. В., Калинин В. В. Влияние поверхностной рекомбинации на измерение времени жизни в слитках монокристаллического кремния. «Известия ВУЗов, Материалы электронной техники», № 4, 2006, с. 17-20.
67. Горюнов Н.Н., Кобелева С.П., Чарыков Н.А., Лукашов Н.В., Слесарев В.Н. Установка для измерения времени жизни носителей заряда монокристаллического кремния. Заводская лаборатория, т.20, № 5 , 2004, с. 27-30
68. Schroder D. K. Semiconductor Material and Device Characterization. — New Jersey: IEEE PRESS, 2006. — 790 p.
69. Khanna V.K. Carrier lifetimes and recombination–generation mechanisms in semiconductor device physics. - European journal of physics, 25 (2004). - p.221–237
70. Shockley W., Read W.T., Statistics of the Recombination of Holes and Electrons, Phys. Rev. 87, 835–842 (1952)
71. С.П. Кобелева, Н.Н.Горюнов, В.В.Калинин, А.Н.Слесарев, С.Ю.Юрчук, А.Н.Чиякин Определение объемного времени жизни неосновных носителей заряда на неактивированных поверхностях монокристаллического кремния. Заводская лаборатория, т.20, № 6 , 2004, с.23-28
72. Runyan W. R., Shaffner T. J. Semiconductor Measurements & Instrumentation. — New York: McGraw-Hill, 1997. — 454 p.
73. SEMI MF723 "Standard Practice for Conversion Between Resistivity and Dopant Density for Boron-Doped, Phosphorus-Doped, and Arsenic-Doped Silicon"
74. Schroder D. K. Some recent advances in contactless silicon characterization. - Cancun; Mexico: ECS Transactions, 2006. - V.3, I.4, P. 321-337
75. K. Lauer, A. Laades, H. Ubensee etc. Detailed analysis of the microwave-detected photoconductance decay in crystalline silicon. - J. Appl. Phys. 104. - p.104503-1-104503-9
76. Karazhanov S.Zh. Methods for determining deep defect concentration from dependence of excess carrier density and lifetime on illumination intensity. - Semicond. Sci. Technol. - 2001, №16. - p.276–2807
77. Стандартные образцы времени жизни неравновесных носителей заряда в монокристаллическом кремнии / Кобелева С.П., Анфимов И.М., Щемеров И.В., Холодный Л.П., Борzych И.В., Пташинский В.В. // Стандартные образцы. - 2015. - №1. - С.16-22