

Z Katedry Fizyki Ogólnej Wydziału Mat.-Fiz.-Chem. UMCS
Kierownik: doc. dr Armin Teske

Jadwiga SKIERCZYŃSKA

Kilka uwag na temat pomiarów oporu właściwego Ge.

Несколько замечаний относительно измерений удельного сопротивления Ge

Some Remarks on Resistivity Measurements of Germanium

Konstrukcja przyrządów półprzewodnikowych wymaga znajomości szeregu parametrów półprzewodników. Wiele z tych parametrów wiąże się bezpośrednio lub pośrednio z oporem elektrycznym, stąd też wynika konieczność możliwie dokładnego mierzenia tej wielkości. Głównym źródłem błędów przy pomiarze oporu właściwego są opory na kontaktach. Wyeliminowanie tych oporów osiąga się bądź (a) mierząc kompensacyjnie różnicę potencjałów między dwiema elektrodami, umieszczonymi na próbce, wzdłuż której przepływa prąd, bądź też (b) stosując metodę bezelektrodową (prądy wytwarza się pod działaniem zmiennego pola elektrycznego), (4).

Powszechnie stosowaną metodą pomiaru oporu właściwego Ge jest metoda wymieniona w punkcie (a), przy czym w przypadku próbek o regularnych kształtach występuje ona w dwu wariantach:

1. Opór właściwy ρ określa się z wzoru $\rho = \frac{V \cdot P}{J \cdot L}$ gdzie P — przekrój próbki, L — odległość między elektrodami (ponieważ we wzorze występuje odległość tylko między dwiema środkowymi elektrodami, w dalszej części pracy metoda ta będzie nazywana dwuelektrodową).

2. Pomiar ρ przeprowadza się w sposób, przy którym należy uwzględnić rozstawienie wszystkich czterech elektrod (metoda czteroelektrodowa). Przy tej metodzie (teorię jej podaje Uhlir (6)) jako elektrody stosowane są cztery metalowe ostrza umieszczone na powierzchni próbki

wzdłuż linii prostej. Jeżeli odstęp między ostrzami s jest mały w porównaniu z odległością od krawędzi płytki, opór właściwy próbki określa się ze wzoru:

$$\rho = \frac{2 \Pi s V}{I \cdot G\left(\frac{a}{s}\right)}$$

gdzie $G\left(\frac{a}{s}\right)$ — funkcja grubości płytki a i rozstawienia elektrod s (tabele i wykresy tej funkcji podane są w pracach Valdesa (7) i Uhlira (6)).

Ponieważ dokładność pomiarów otrzymywanych każdą z tych metod oraz zgodność wyników tych pomiarów są rozmaicie oceniane, przeprowadzono szereg eksperymentów, których celem było porównanie obu metod oraz określenie ich przydatności.

POMIARY EKSPERYMENTALNE¹

Pomiary przeprowadzono na płytkach monokrystalicznego germanu o wymiarach 10 x 5 x 0,5 mm.

Przy pomiarze ρ metodą dwuelektrodową używano miedzianych elektrod przylutowanych do germanu na cynę; cynę wtapiano w german w piecu próżnionym². (Przeprowadzone później próby przytapiania elektrod w powietrzu — w piecu o temp. 500°C ew. za pomocą lutownicy — dawały zupełnie dobre wyniki, pod warunkiem, że powierzchnia germanu była świeżo wytrawiona³).

Do pomiaru ρ metodą czterech elektrod skonstruowano powszechnie stosowany do pomiaru oporności tą metodą zestaw, w którym cztery sprężynujące ostrza wolframowe dociskane są do badanej powierzchni za pomocą śruby. Aby uzyskać dobry kontakt należało ostrza bardzo silnie dociskać, co ze względu na kruchość germanu nie pozwalało stosować zbyt cienkich próbek. (Stosowane początkowo do pomiaru ρ próbki grubości 0,05 mm z reguły pękały).

Pomiary ρ metodą czterech elektrod — ze względu na bardzo małe odległości między elektrodami pomiarowymi — są niezwykle wrażliwe na zakłócenia spowodowane mniejszościowymi nośnikami, przenikającymi do próbki z elektrod. Aby usunąć wpływ tych nośników należy — jak to już podkreślał Valdes (7, 8) — wykonywać pomiary na powierzchniach

¹ Część pomiarów eksperymentalnych wykonana była wspólnie ze stud. Alfredem Pastuchą.

² Wtopienia te zostały wykonane przez pracowników zakładu Elektroniki I. P. P. T.

³ Próby przylutowywania elektrod w powietrzu z braku czystej cyny przeprowadzono na ind ew. cynę z antymonem.

matowych, ponieważ na nich prędkość rekombinacji jest kilkadziesiąt razy większa aniżeli na powierzchniach wytrawionych lub specjalnie wypolerowanych (5, s. 336).

Przeprowadzone przez nas doświadczenia wykazały, że zanurzenie zmatowanej powierzchni do trawiącego roztworu nawet na tak krótką chwilę, że zostają wygładzone tylko mikroskopowe nierówności, zmienia wynik pomiaru o kilkadziesiąt procent. Po dłuższym trawieniu zmiana ρ przewyższa 100%. Tabela 1 ilustruje wynik jednego z pomiarów.

Tabela 1

Rodzaj powierzchni	Wartość ρ (Ω cm) (met. czterech elektrod)	Wartość ρ (Ω cm) (met. dwu elektrod)	Błąd pomiaru*
Wytrawiona w CP 4**	9,9		103%
Wytrawiona w H ₂ O ₂	6,7	3,4 ± 0,4	94%
Mechanicznie zmatowana i prze- myta w wodzie destylowanej	3,6		5%

Pomiary ρ tych samych próbek przeprowadzone metodą dwu i czterech elektrod wykazywały przy powierzchniach dokładnie matowych różnice rzędu kilku, kilkunastu a czasem nawet kilkadziesiąciu procent (przy wypolerowanych znacznie wyższe).

Ponieważ wymienione wyżej pomiary wykonywane były w różnych warunkach oświetleniowych, co niewątpliwie w pewnej mierze wpływało na wartość ρ , przebadano (jakościowo) wpływ fotoefektu na przewodnictwo elektryczne. Wartość oporu właściwego próbek Ge oświetlonych z odległości około 1 m żarówkami różnej mocy przedstawia tabela 2.

Tabela 2

Oświetlenie	Wartość ρ (Ω cm) (met. czterech elektrod)	Wartość ρ (Ω cm) (met. dwu elektrod)
Ciemność	15,51	14,81
Żarówka 25 w	15,50	14,63
Żarówka 60 w	15,50	14,50
Żarówka 100 w	15,49	14,21

* Błąd określono w stosunku do wartości 3,4 Ω cm.

** Roztwór o składzie objętościowym; 45,5% HNO₃; 27% CH₃COOH; 27% HF, 0,5% Br.

Pomiary wykazały, że fotoefekt nie odgrywał przy pomiarach oporu właściwego decydującej roli. Stwierdzono przy tym, że wartość ρ określona metodą czterech elektrod ulegała tylko minimalnym zmianom pod wpływem oświetlenia żarówką: zmiany ρ zawarte były w granicach błędu pomiaru, natomiast przy pomiarach metodą dwu elektrod ρ zmieniało się o kilka procent (różnica w wartości $\Delta\rho$ spowodowana została przypuszczalnie m. in. częściowym przesłonięciem — przy metodzie czterech elektrod — naświetlanej powierzchni przez elektrody pomiarowe).

Każdą z dwu metod przebadano ponadto zależność oporu właściwego od temperatury w zakresie temperatur sięgającym około 200°C. Przy metodzie czterech elektrod przy pomiarach ρ w temperaturach niższych od 0°C napotymano przy tym na duże trudności ze względu na puszczenie się kontaktów w punktach zetknięcia ostrzy z płytką.

Ponieważ w okresie wykonywania pomiarów oporności dysponowano stosunkowo silnym preparatem promieniotwórczym (Po 210 o aktywności 100 mC), wykonano również — każdą z badanych metod — pomiary ρ próbek naświetlanych cząstkami α . Cząstki polonu posiadają w germanie zasięg 10^{-3} cm (6), to też pod wpływem naświetlania ulegają zmianie właściwości germanu jedynie w cieniutkiej warstewce, grubości ułamka milimetra. Pomiary metodą dwuelektrodową wykazały w przypadku próbek samoistnych, naświetlonych polonem przez 30—45 min. zmiany oporności sięgające 40% (w próbkach typu *p* zmiany te były najwyższej rzędu procenta, próbki typu *n* tą metodą nie były badane). Metoda czterech elektrod wykazywała dużo większe zmiany ρ (dla próbek *n* dochodziły one do 800%). Jednak przeprowadzane przy tej metodzie obliczenia wartości ρ próbek naświetlanych budzą poważne zastrzeżenia, ponieważ próbka naświetlona nie jest jednorodna na całej grubości.

Warto zauważyć, że zmiany oporu właściwego przy metodzie cztero-elektrodowej można było stwierdzać tylko po umieszczeniu elektrod pomiarowych na naświetlanej stronie próbki. Pomiary po ustawieniu elektrod na nie naświetlonej stronie nie wykazywały żadnych zmian przewodnictwa.

DYSKUSJA BŁĘDU

Przy określaniu oporu właściwego metodą dwu elektrod dokładność pomiaru bezwzględnej wartości napięcia, mimo dużej czułości kompensatora (reagował na 0,01 mV), nie była większa od 0,5 mV, ponieważ zmiany prądu podłużnego mniejsze niż 0,005 mA (niedostrzegalne na stosowanym przyrządzie pomiarowym) powodowały zmiany wskazań galwanometru o kilka dziesiątych mV.

Z dyskusji stosowanego wzoru

$$\rho = \frac{VP}{IL} = \frac{V_{ab}}{IL} \quad (A)$$

przy	$V = 350 \text{ mV}$	$\Delta V = 0,5 \text{ mV}$
	$J = 1 \text{ mA}$	$\Delta J = 0,005 \text{ mA}$
	$a = 0,5 \text{ mm}$	$\Delta a = 0,01 \text{ mm}$
	$b = 5 \text{ mm}$	$\Delta b = 0,01 \text{ mm}$
	$L = 6 \text{ mm}$	$\Delta L = 0,5 \text{ mm}$

otrzymujemy maksymalny błąd względny 11%, w tym 2% stanowi błąd spowodowany zbyt małą dokładnością pomiaru grubości płytki i 8,3% — niedokładnym określeniem odległości między wtopionymi elektrodami ze względu na niepunktowność tych wtopień. (Przy pomiarach zmian ρ tą metodą błąd jest mniejszy od 1%).

Ażeby otrzymać wartość oporu właściwego określoną tą metodą z dokładnością o cały rząd większą, należałoby sporządzać specjalne próbki, których grubość można byłoby określać z dokładnością większą aniżeli 0,01 mm i które posiadałyby wtopienia o rozmiarach nie większych od paru dziesiątych milimetra. (Technicznie jest to oczywiście dosyć trudne). Stosowanie zamiast elektrod wtopionych dociskanych elektrod ostrzowych niewątpliwie znacznie zwiększa dokładność pomiaru.

W przypadku określania oporu właściwego metodą czterech elektrod, opór na kontaktach, przy silnym dociśnięciu elektrod maleje do $\sim 1 \text{ k}\Omega$ (czułość kompensatora wynosiła 0,5 mV).

Z dyskusji wzoru:

$$\rho = \frac{2\Pi sV}{IG\left(\frac{a}{s}\right)} \quad (B)$$

gdzie $\frac{1}{s} = \frac{1}{s_1} + \frac{1}{s_3} - \frac{1}{s_1+s_2} - \frac{1}{s_2+s_3}$ s_1, s_2, s_3 — odległości między elektrodami

— przyjmując, że wzór ten dokładnie określa wartość ρ —

jeżeli	$V = 70 \text{ mV}$	$\Delta V = 0,5 \text{ mV}$
	$J = 1 \text{ mA}$	$\Delta J = 0,005 \text{ mA}$
	$a = 0,5 \text{ mm}$	$\Delta a = 0,01 \text{ mm}$
	$s_1 = s_2 = s_3 = 1 \text{ mm}$	$\Delta s_1 = \Delta s_2 = \Delta s_3 = 0,1 \text{ mm}$

maksymalny błąd wynosi 53%(!),

w tym pięćdziesiąt procent błędu stanowi błąd spowodowany małą dokładnością pomiaru s .

(Przy określaniu zmian ρ — jeżeli położenie elektrod nie uległo zmianie — błąd jest rzędu 1%).

Aby zmniejszyć maksymalny błąd pomiaru do 10% należy odległość między elektrodami mierzyć z dokładnością 0,01 mm. Ponieważ pomiar

ten trzeba przeprowadzać na drodze optycznej, po uprzednim dociśnięciu elektrod do próbki, wprowadza to poważne komplikacje do tej w zasadzie szybkiej i prostej metody określania oporności.

WNIOSKI

1. Przy takiej dokładności pomiaru poszczególnych wielkości, występujących we wzorach (A) i (B), jaka przy określaniu ρ jest najczęściej stosowana, metoda dwuelektrodowa daje wyniki kilkakrotnie bardziej dokładne aniżeli metoda czteroelektrodowa.

2. Spotykane w literaturze dokładności pomiarów oporu właściwego budzą pewne zastrzeżenia. Np. przy określaniu ρ metodą czteroelektrodową Goucher i Prince (3) podają, że przypuszczalny błąd pomiaru wynosił 5%, Creamer (1) błąd popełniany przy metodzie czteroelektrodowej oszacowuje na 7%. Ponieważ — jak wynika z prac tych autorów — odległość międzyelektrodowa nie była przez nich określana z dokładnością większą niż 0,1 mm — podawane oszacowanie dokładności pomiarów wydaje się zbyt optymistyczne.

3. Pomiar zmian oporu właściwego każdą z omawianych metod daje wyniki znacznie bardziej dokładne aniżeli pomiar bezwzględnej wartości tej wielkości (przy metodzie cztero- i dwuelektrodowej błędy pomiaru ρ wynoszą odpowiednio 50% i 10%, natomiast błędy pomiaru $\Delta\rho$ — 10% i 0,5%).

4. Do pomiaru zależności ρ od temperatury w szerszym zakresie temperatur metoda czterech elektrod nie nadaje się ze względu na trudność utrzymania w tych warunkach dobrych kontaktów.

5. Do badania zmian ρ w trakcie naświetlania próbek fotonami ew. cząstkami korpuskularnymi metoda czterech elektrod również nie nadaje się, ponieważ: a) zestaw pomiarowy zawsze częściowo zasłania naświetlaną powierzchnię, b) stosowane wzory teoretyczne przestają być w tym przypadku słuszne.

6. Pomiar oporu właściwego metodą dwuelektrodową daje średnią wartość ρ dla całej próbki; pomiar natomiast ρ z pomocą zestawu czterech elektrod jest bardzo uzależniony od oporności powierzchniowej w miejscu przyłożenia elektrod. Wprowadzając odpowiednie poprawki do wzoru (B) można tą metodą określać oporność powierzchniową badanego ciała (6).

(Metoda ta nadawałaby się szczególnie do badania powierzchniowych stanów powolnych przez określanie np. zmian oporności powierzchniowej uprzednio naświetlonej próbki).

Wymienione wyżej zalety i wady metody czteroelektrodowej całkowicie tłumaczą stosowanie jej na szeroką skalę w przemyśle: chodzi

o łatwe i szybkie pomiary ρ , przy czym nie jest wymagana zbyt duża dokładność pomiaru.

(Ogromnie ważną technicznie zaletą tej metody jest możliwość stosowania jej do pomiaru oporności brył o zupełnie nieregularnych kształtach).

Natomiast do prac naukowych — z uwagi przede wszystkim na wymagania w nich dokładność pomiaru — o wiele bardziej nadaje się metoda dwuelektrodowa.

P I Ś M I E N N I C T W O

1. Creamer R. H.: Brit. J. Appl. Phys. 7, 149 (1956).
2. Fan H., Lark-Horovitz K.: Problemy sowr. fiz. 8, 156 (1957) (tłum).
3. Goucher F. S., Prince M. B.: Phys. Rev. 89, 651 (1953).
4. Joffe A. F.: Połuprowodniki w sowremiennoy fizikie (1956).
5. Shockley W.: Elektryony i dziury w półprzewodnikach (1956), (Electrons and Holes in Semiconductors).
6. Uhler A.: Bell System. Techn. J. 34, 105 (1955).
7. Valdes L. B.: Proc. I.R.E. 42, 420 (1954).
8. Valdes L. B.: Bell. Lab. Record 23, 308 (1955).

Р Е З Ю М Е

Описываются результаты измерений удельного сопротивления пластинок германия по двум методам двухэлектродному и четырехэлектродному ввиду сравнения их точности и пригодности.

S U M M A R Y

With the aim of comparing the two- and the four-electrode method of resistivity determination, a series of resistivity measurements were made on germanium plates.

