

ICS 29.045
H 80



中华人民共和国国家标准

GB/T 1551—2009
代替 GB/T 1551—1995、GB/T 1552—1995

硅单晶电阻率测定方法

Test method for measuring resistivity of monocrystal silicon

2009-10-30 发布

2010-06-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会发布

前　　言

本标准修改采用 SEMI MF 84-1105《硅片电阻率测定四探针法》和 SEMI MF 397-1106《硅棒电阻率测定两探针法》。

本标准与 SEMI MF 84-1105 和 SEMI MF 397-1106 相比,主要变化如下:

- 中厚度修正系数 F(W/S)表格范围增加;
- 按中文格式分直排四探针法、直流两探针法进行编排。

本标准代替 GB/T 1551—1995《硅、锗单晶电阻率测定直流两探针法》和 GB/T 1552—1995《硅、锗单晶电阻率测定直排四探针法》。

本标准与 GB/T 1551—1995 和 GB/T 1552—1995 相比,主要有如下变化:

- 删除了锗单晶测定的相关内容;
- 用文字描述代替了原标准 GB/T 1551—1995 和 GB/T 1552—1995 中的若干记录测试数据的表格;
- 修改了直排四探针法中计算公式;
- 补充了干扰因素。

本标准由全国半导体设备和材料标准化技术委员会提出。

本标准由全国半导体设备和材料标准化技术委员会材料分技术委员会归口。

本标准起草单位:信息产业部专用材料质量监督检验中心、中国电子科技集团公司第四十六研究所。

本标准主要起草人:李静、何秀坤、张继荣、段曙光。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB 1552—1979、GB 1551—1979、GB 5251—1985、GB 5253—1985、GB 6615—1986;
- GB/T 1551—1995、GB/T 1552—1995。

硅单晶电阻率测定方法

方法 1 直排四探针法

1 范围

本方法规定了用直排四探针法测量硅单晶电阻率的方法。

本方法适用于测量试样厚度和从试样边缘与任一探针端点的最近距离二者均大于探针间距的4倍的硅单晶体电阻率以及测量直径大于探针间距10倍、厚度小于探针间距4倍的硅单晶圆片的电阻率。本方法可测定的硅单晶电阻率范围为 $1 \times 10^{-3} \Omega \cdot \text{cm} \sim 3 \times 10^3 \Omega \cdot \text{cm}$ 。

2 环境要求

环境温度为 $23^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$, 相对湿度不大于 65%。

3 干扰因素

3.1 光照可能严重影响观察电阻率,特别是近似本征材料。因此,所有测试应在暗室进行,除非是待测样品对周围的光不敏感。

3.2 当仪器放置在高频干扰源附近时,测试回路中会引入虚假电流。因此仪器要有电磁屏蔽。

3.3 试样中电场强度不能过大,以避免少数载流子注入。如果使用的电流适当,则用该电流的两倍或一半时,引起电阻率的变化应小于 0.5%。

3.4 由于电阻率受温度影响,一般测试适用温度为 $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

3.5 对于厚度对测试的影响,仲裁测量要求厚度按本方法的 6.3 规定测量,一般测量用户可以根据实际需要确定厚度的要求偏差。

3.6 由于探针压力对测量结果有影响,测量时应选择合适的探针压力。

3.7 仲裁测量时选择探针间距为 1.59 mm, 非仲裁测量可选择其他探针间距。

4 方法提要

排列成一直线的四根探针垂直地压在距离边缘 6 mm 以上的平坦试样表面上, 将直流电流 I 在两外探针间通入试样, 测量内侧两探针间所产生的电势差 V , 根据测得的电流和电势差值, 按式(1)计算电阻率。对圆片试样还应根据几何修正因子进行计算。测量示意图见图 1。

式中：

ρ —电阻率,单位为欧姆厘米($\Omega \cdot \text{cm}$);

V——测得的电势差,单位为毫伏(mV);

I——通入的电流,单位为毫安(mA);

S—探针间距,单位为厘米(cm)。

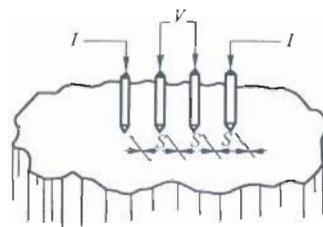


图 1 直排四探针测量示意图

5 测量仪器

5.1 探针装置由以下几部分组成。

5.1.1 探针用钨、碳化钨或高速钢等金属制成,针尖呈圆锥型,夹角为 $45^{\circ}\sim150^{\circ}$,尖端初始标称半径为 $25\text{ }\mu\text{m}\sim50\text{ }\mu\text{m}$ 。

5.1.2 探针压力,每根探针压力为 $1.75\text{ N}\pm0.25\text{ N}$ 或 $4.0\text{ N}\pm0.5\text{ N}$,分别用于硅单晶棒的电阻率测量,也可选择其他合适的探针压力。

5.1.3 绝缘性,一探针(包括连接弹簧和外部引线)与任何其他探针或装置任一部分之间绝缘电阻大于 $10^9\text{ }\Omega$ 。

5.1.4 探针排列和间距,四根探针的尖端应成等间距直线排列。仲裁测量时,探针间距(相邻探针之间的距离)标称值应为 1.59 mm 。其他标称间距如 1.00 mm 和 0.6 mm 用于非仲裁测量,探针间距按 7.2 测定。

5.1.5 探针架,能在针尖几乎无横向移动的情况下使探针下降到试样表面。

5.2 电学测量装置由下列几部分组成。

5.2.1 任何满足 7.1.6 要求的电路均可用来进行电学测量。推荐电路(见图 2)包括下述几部分。



图 2 推荐电路图

5.2.2 恒流源,电流范围为 $10^{-4}\text{ A}\sim10^{-6}\text{ A}$,纹波系数不大于 $\pm0.1\%$,稳定度优于 $\pm0.05\%$ 。

5.2.3 电流换向开关。

5.2.4 标准电阻, $0.01\text{ }\Omega\sim100\,000\text{ }\Omega$, 0.05 级。

5.2.5 双刀双掷电位选择开关,图 2 推荐电路需要这一开关来选择测量标准电阻或试样上电势差。

5.2.6 数字电压表,可用来测量以毫伏为单位的电势差或者连同电流源一起校准到能直接读出电压-电流比值。测量满量程为 $0.2\text{ mV}\sim50\text{ mV}$,分辨率为 $\pm0.05\%$ (3½位有效数字),输入阻抗大于 10^4 倍试样电阻率。如试样电阻率仅限定在某一数值范围内,一个较小满量程范围就足够了。

5.3 样品架/台,用于固定试样的合适夹具。

5.4 散热器,用一直径至少为 100 mm ,厚为 38 mm 的铜块来支撑圆片试样和起散热器作用(图 3)。它应包括一个容纳温度计的小孔,使温度计能放置在离试样 10 mm 范围内的散热器中心区。散热器上放一片 $10\text{ }\mu\text{m}\sim25\text{ }\mu\text{m}$ 厚的云母片,使试样和散热器电绝缘。在云母片和铜块间、温度计孔中填充矿物油活动有机硅散热以减少热阻。散热器安放应能使探针尖端阵列中心在试样中心的 1 mm 以内。散热

器应与电学测量装置的接地端相连接。为了迅速对准试样中心,可在散热器表面加工一个与铜块同心的浅圆环。

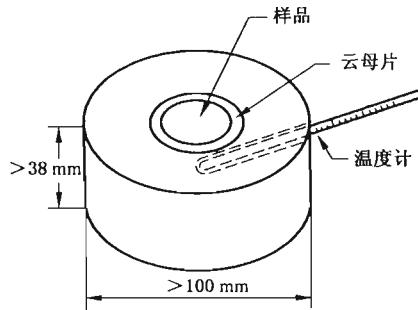


图 3 带有样品、云母片和温度计的散热器

5.5 研磨或喷砂设备,用以提供平坦的试样表面。研磨设备应能将圆片试样研磨到厚度变化不大于试样中心处厚度值的±1.0%。

5.6 机械或电子厚度测量仪,能测量试样不同位置的厚度,精度优于±1.0%。

5.7 千分尺或游标卡尺,分辨率优于±0.05 mm。

5.8 微移动机构,能以0.05 mm~0.10 mm 增量使探针装置或硅表面以垂直于探针尖端连线方向并平行于硅表面移动。

5.9 工具显微镜,分辨率为1 μm。

5.10 显微镜至少放大400倍。

5.11 温度计或其他测温仪器0 °C~40 °C,分度值为0.1 °C。

5.12 欧姆计,能指示大于 $10^8 \Omega$ 绝缘电阻。

5.13 超声波清洗器,具有适当频率(18 kHz~45 kHz)和功率。

5.14 化学实验室器具(如塑料烧杯、量筒、处理和清洗酸及其蒸气所需的设备等)。

6 试样制备

6.1 试样用W14#(粒径为10 μm)金刚砂研磨上下表面,保证无机械损伤、无沾污物。

6.2 在不包括参考面或参考缺口的圆周上测量直径3次,计算试样的平均直径D。试样直径应大于10倍平均探针间距S,直径变化不大于D的D/5S%,记下D值。

6.3 在试样上测量9个点的厚度(见图4)。要求各测量点厚度与试样中心点厚度的偏差不大于±1.0%,记下试样的中心厚度W。

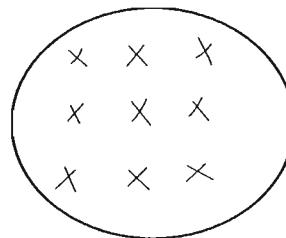


图 4 试样厚度位置测量点示意图

6.4 将试样清洗干净并干燥。

7 操作步骤

7.1 确定电学测量装置的适用性和准确度

7.1.1 将恒流源短路或关闭,断开探针装置与电学测量装置的连接。

7.1.2 按表1选择模拟电路中的标准电阻 r 的阻值。将电流引线(图2中的1和4)接到模拟电路(图5)的电流端,将电压引线(图2中的2和3)接到模拟电路(图5)的电压端。

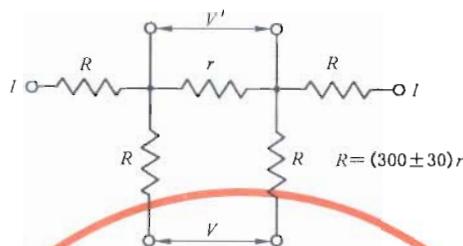


图5 四探针测量模拟电路
表1 标准电阻最小阻值选择

电阻率/ $\Omega \cdot \text{cm}$	电阻/ Ω
<0.0025	0.01
0.0020~0.025	0.1
0.020~0.25	1
0.20~2.5	10
2.0~25	100
20~250	1 000
>200	10 000

7.1.3 如果采用直接测量电阻(电压~电流比值仪器)。开始在任一极性上(正向)测量模拟电路的正向电阻 r_f 。改变连接极性,测量反向电阻 r_r 。继续改变极性进行测量,记录5次每一极性的正向电阻 r_f 和反向电阻 r_r 测量值,然后按6.1.5进行。

7.1.4 如果不是采用直接测量电阻仪器,则让电流在正向,调节电流大小到近似表2推荐圆片的测量电流值,测量正向电流时标准电阻两端的电势差 V_{sf} 或直接测量流过模拟电路的正向电流 I_{sf} ,再测量正向电流时模拟电路的电势差 V_{af} 。将电流换向,测量反向电流时标准电阻两端的电势差 V_{sr} 或模拟电路的反向电流 I_{ar} 和反向电流时模拟电路的电势差 V_{ar} 。继续改变极性重复进行测量,记录5次每一极性的测量值。

7.1.5 按8.2计算平均电阻 r 和标准偏差 σ 。

7.1.6 电学测量装置应满足下述条件:

7.1.6.1 r 值应在已知 r 值的0.3%以内。

7.1.6.2 样品标准偏差 σ 应小于 r 的0.3%。

7.1.6.3 设备应能测量出0.05%电阻的变化。

7.2 确定探针间距与探针尖端状态

7.2.1 将四探针以正常压力压在严格固定的抛光硅片表面上,形成一组压痕。提起探针,在垂直于探针尖连线方向上移动硅片表面或探针0.05 mm~0.10 mm,再将探针压到硅片表面上,重复上述步骤,直到获得10组压痕。建议在两组或三组压痕后,将硅片表面或探针移动上述距离的两倍,以帮助操作者识别压痕属于哪一组。

7.2.2 将硅片表面清洗,用空气干燥。

7.2.3 将此具有压痕的硅片表面置于工具显微镜的载物台上,使 y 轴的读数(图6中的 y_B 和 y_A)相差不大于0.150 mm,记录在工具显微镜中的10组压痕A到H的 x 轴读数,精确到1 μm。
标准分享网 www.bzxw.com 免费下载

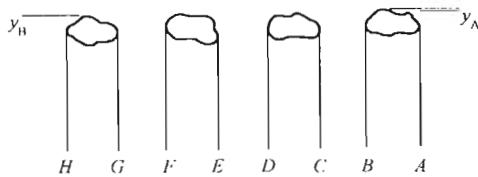


图 6 测量示意图

7.2.4 在放大倍数不小于 400 倍的显微镜下检查压痕。

7.2.5 按 9.1 计算探针间距 S_i , 平均探针间距 \bar{S} , 标准偏差 σ_i 和探针系数 C 。

7.2.6 对于合格的探针, 必须满足下述条件。

7.2.6.1 对于 S_i 来说, 3 组 10 次测量值的每一组样品标准偏差 σ_i 应小于 \bar{S}_i 的 0.30%。

7.2.6.2 \bar{S}_1, \bar{S}_2 和 \bar{S}_3 的差应不大于 2%。

7.2.6.3 每根探针的压痕应只出现一个接触面, 最大直径线度小于 100 μm 。如果有的压痕出现不连续的接触面, 则更换探针并重新测量。

7.2.6.4 在放大倍数为 400 倍的显微镜下检验时, 在与硅片表面的接触面上出现明显的横向移动的探针是不合格的。该探针系统必须重新调整, 以防止上述移动。

7.3 测量

7.3.1 将试样清洗干净, 用空气干燥。

7.3.2 将试样置于样品架/台上。如果是圆片试样, 应将试样置于散热器的云母上, 用欧姆表测量试样与散热器间电阻, 以保证两者是电绝缘的($>10^9 \Omega$)。

7.3.3 测量并记录环境温度 T , 如果是圆片试样应借助置于散热器中的温度计来确定温度。让试样在该温度下保持足够的时间, 以便温度平衡, 准确到 0.1 $^{\circ}\text{C}$ 。

注: 根据试样的质量决定温度平衡时间。对于小的试样需时 30 min~60 min, 而大的试样则需 1 d~2 d 时间。在圆片仲裁测试前, 应将散热器放置在室内 48 h(并且要求室温变化不超过 $\pm 1 ^{\circ}\text{C}$)。

7.3.4 将探针下降到试样表面的待测位置, 每一探针尖离试样边缘的最近距离至少为平均探针间距的 4 倍。如果为圆片试样, 应使探针尖端的阵列中心在试样中心的 0.25 mm 以内。

7.3.5 让电流在正向, 根据试样电阻率大小按表 2 调节电流大小。要求两内探针之间测得的电势差小于 50 mV。不同的测量方法要求记录不同的数据, 如果用标准电路测量记录 $V_{sf}, V_f, V_{sr}, V_R, T$ 要求至少 $3\frac{1}{2}$ 有效数字; 用直接测量电路记录 I_f, V_f, I_r, V_r, T , 要求至少 $3\frac{1}{2}$ 有效数字; 用直接测量电阻记录 $R_f, R_r, R_m, \rho(T), F_{Tp}(23)$ 。

表 2 不同电阻率硅试样所需要的电流值

电阻率/($\Omega \cdot \text{cm}$)	电流/mA	推荐的圆片测量电流值
<0.03	≤ 100	100
0.03~0.30	<100	25
0.3~3	≤ 10	2.5
3~30	≤ 1	0.25
30~300	≤ 0.1	0.025
300~3 000	≤ 0.01	0.0025

7.3.6 改变电流方向, 测量记录 V_{sr} (或 I_r), V_r 值。

7.3.7 短路或关闭电流源。提起探针，将试样或探针移到下一测量位置。如果为晶片试样，则将试样或探针旋转 $15^{\circ}\sim20^{\circ}$ 。

7.3.8 重复 7.3.4~7.3.7 步骤, 直到完成全部预定位置的测量。如果为晶片试样, 应测量 10 组数据。

7.3.9 对于不是圆片的试样,如果选用测量电流 I 在数值上等于 $2\pi C$,则两内探针之间测得的电势差在数值上等于电阻率值,可免于计算。推荐的圆片测量电流是在试样厚度为 0.5 mm,两内探针间为 10 mV 电势差时得到。

8 测量结果计算

8.1 利用 7.2 测量数据计算探针间距 S_i 、平均探针间距 \bar{S} 、标准偏差 σ_i 、探针系数 C 和探针间距修正因子 F_{sp} 。

8.1.1 对十组测量数据中的每一组,用式(2)计算探针间距 S_{1j}, S_{2j}, S_{3j} :

$$\begin{aligned} S_{1j} &= [(C_j + D_j)/2] - [(A_j + B_j)/2] \\ S_{2j} &= [(E_j + F_j)/2] - [(C_j + D_j)/2] \\ S_{3j} &= [(G_j + H_j)/2] - [(E_j + F_j)/2] \end{aligned} \quad \dots \quad (2)$$

式中：

$S_{1i} \sim S_{3i}$ ——探针间距, 单位为厘米(cm);

A~H——探针压痕的点位,见图 6 所示,单位为厘米(cm);

脚标 j —组数, 取 1 到 10。

8.1.2 用式(2)得到的 S_{ij} 计算每一间距平均值 \bar{S}_i , 如式(3):

$$\overline{S_i} = \left(\frac{1}{10}\right) \sum_{j=1}^{10} S_{ij} \quad \dots \dots \dots \quad (3)$$

式中 i 取 1, 2, 3。

8.1.3 将按式(3)计算得到的 S_i 和按式(2)计算得到的 $S_{\bar{y}}$, 利用式(4)分别计算 3 个间距的试样标准偏差 σ_i :

$$\sigma_i = \frac{1}{3} \left[\sum_{j=1}^{10} (S_{ij} - \bar{S}_i)^2 \right]^{\frac{1}{2}} \quad \dots \dots \dots \quad (4)$$

8.1.4 计算平均探针间距 \bar{S} , 如式(5):

$$\bar{S} = \frac{1}{3}(\bar{S}_1 + \bar{S}_2 + \bar{S}_3) \quad \dots \dots \dots \quad (5)$$

8.1.5 计算探针系数 C 和适用于圆片测量时的探针间距修正因子 F_m ，分别如式(6)和式(7)：

8.2 利用 7.1.3~7.1.4 测量的数据计算模拟电路测量的平均电阻 \bar{r} 和标准偏差 s 。

8.2.1 如果采用直接测量电阻,用单个正向和反向电阻(无论是计算结果或是测量结果)均按式(8)计算平均电阻,否则按 8.2.2 计算模拟电路的正向电阻 r_+ 及反向电阻 r_- :

$$\bar{r} = \frac{1}{10} \sum_{i=1}^{10} r_i \quad \dots \dots \dots \quad (8)$$

式中，

r —10个模拟电路的正向电阻 r_+ 及反向电阻 r_- 中的任意一个值。

3.2.2 根据测量值计算模拟电路的正向电阻 r_1 及反向电阻 r_2 , 如式(9):

表 3 厚度修正系数 $F(W/S)$ 为圆片厚度 W 与探针间距 S 之比的函数

<i>W/S</i>	<i>F(W/S)</i>	<i>W/S</i>	<i>F(W/S)</i>	<i>W/S</i>	<i>F(W/S)</i>	<i>W/S</i>	<i>F(W/S)</i>
0.40	0.999 3	0.60	0.992 0	0.80	0.966 4	1.0	0.921
0.41	0.999 2	0.61	0.991 2	0.81	0.964 5	1.2	0.864
0.42	0.999 0	0.62	0.990 3	0.82	0.962 7	1.4	0.803
0.43	0.998 9	0.63	0.989 4	0.83	0.960 8	1.6	0.742
0.44	0.998 7	0.64	0.988 5	0.84	0.958 8	1.8	0.685
0.45	0.998 6	0.65	0.987 5	0.85	0.956 6	2.0	0.634
0.46	0.984	0.66	0.986 5	0.86	0.954 7	2.2	0.587
0.47	0.998 1	0.67	0.985 3	0.87	0.952 6	2.4	0.546
0.48	0.997 8	0.68	0.984 2	0.88	0.950 5	2.6	0.510
0.49	0.997 6	0.69	0.983 0	0.89	0.948 3	2.8	0.477
0.50	0.997 5	0.70	0.981 8	0.90	0.946 0	3.0	0.448
0.51	0.997 1	0.71	0.980 4	0.91	0.943 8	3.2	0.422
0.52	0.996 7	0.72	0.979 1	0.92	0.941 4	3.4	0.399
0.53	0.996 2	0.73	0.977 7	0.93	0.939 1	3.6	0.378
0.54	0.995 8	0.74	0.976 2	0.94	0.936 7	3.8	0.359
0.55	0.995 3	0.75	0.974 7	0.95	0.934 3	4.0	0.342
0.56	0.994 7	0.76	0.973 1	0.96	0.931 8		
0.57	0.994 1	0.77	0.971 5	0.97	0.929 3		
0.58	0.993 4	0.78	0.969 9	0.98	0.926 3		
0.59	0.992 7	0.79	0.968 1	0.99	0.924 2		

8.3.3.2 计算平均探针间距 S 与试样直径 D 的比值,查出修正因子 F_2 :

当 $2.5 \leq W/S < 4$ 时, F_2 取 4.532。

当 $W/S < 2.5$ 时, 用线性内插法从表 4 中查出 F_2 。

表 4 修正系数 F_2 为探针间距 S 与圆片直径 D 之比的函数

<i>S/D</i>	<i>F_z</i>	<i>S/D</i>	<i>F_z</i>	<i>S/D</i>	<i>F_z</i>
0	4.532	0.035	4.485	0.070	4.348
0.005	4.531	0.040	4.470	0.075	4.322
0.010	4.528	0.045	4.454	0.080	4.294
0.015	4.524	0.050	4.436	0.085	4.265
0.020	4.517	0.055	4.417	0.090	4.235
0.025	4.508	0.060	4.395	0.095	4.204
0.030	4.497	0.065	4.372	0.100	4.171

8.3.3.3 计算几何修正因子 F , 如式(15)。

$$F = F(W/S) \times W \times F_{\varepsilon} \times F_{\text{sp}} \quad \dots \dots \dots \quad (15)$$

式中：

F_{sp} ——探针间距修正因子；

- d) 测量电流;
- e) 探针间距和探针压力;
- f) 试样室温电阻率,如必要注明测量位置;
- g) 试样电阻率标准偏差;
- h) 本标准编号和采用的测试方法;
- i) 测量者;
- j) 测量日期。

表 5 18 ℃ ~28 ℃ 范围硅的电阻率温度系数

电阻率/ ($\Omega \cdot \text{cm}$)	温度系数/ [$\Omega \cdot \text{cm}/(\Omega \cdot \text{cm} \cdot ^\circ\text{C})$]		电阻率/ ($\Omega \cdot \text{cm}$)	温度系数/[$\Omega \cdot \text{cm}/(\Omega \cdot \text{cm} \cdot ^\circ\text{C})$]	
	n型	p型		n型	p型
0.000 6	0.002 00	0.001 60	0.050	0.003 09	0.002 08
0.000 8	0.002 00	0.001 60	0.060	0.003 64	0.002 51
			0.080	0.004 39	0.003 20
0.001 0	0.002 00	0.001 58			
0.001 2	0.001 84	0.001 51	0.10	0.004 86	0.003 72
0.001 4	0.001 69	0.001 49	0.12	0.005 17	0.004 12
0.001 6	0.001 61	0.001 48	0.14	0.005 40	0.004 44
0.002 0	0.001 58	0.001 48	0.16	0.005 58	0.004 71
0.002 5	0.001 59	0.001 45	0.20	0.005 85	0.005 12
			0.25	0.006 09	0.005 48
0.003 0	0.001 56	0.001 37			
0.003 5	0.001 46	0.001 27	0.30	0.006 27	0.005 75
0.004 0	0.001 31	0.001 16	0.35	0.006 43	0.005 96
0.005 0	0.000 96	0.000 94	0.40	0.006 56	0.006 13
0.006 0	0.000 60	0.000 74	0.50	0.006 78	0.006 39
0.008 0	0.000 06	0.000 46	0.60	0.006 96	0.006 59
			0.80	0.007 20	0.006 87
0.010	-0.000 22	0.000 31			
0.012	-0.000 31	0.000 25	1.0	0.007 36	0.007 07
0.014	-0.000 26	0.000 25	1.2	0.007 47	0.007 22
0.016	-0.000 13	0.000 29	1.4	0.007 55	0.007 34
0.020	0.000 25	0.000 45	1.6	0.007 61	0.007 44
0.025	0.000 83	0.000 73	2.0	0.007 68	0.007 59
			2.5	0.007 74	0.007 73
0.030	0.001 39	0.001 02			
0.035	0.001 90	0.001 31	3.0	0.007 78	0.007 83
0.040	0.002 35	0.001 58	3.5	0.007 82	0.007 91

表 5 (续)

电阻率/ ($\Omega \cdot \text{cm}$)	温度系数/ [$\Omega \cdot \text{cm}/(\Omega \cdot \text{cm} \cdot ^\circ\text{C})$]		电阻率/ ($\Omega \cdot \text{cm}$)	温度系数/[$\Omega \cdot \text{cm}/(\Omega \cdot \text{cm} \cdot ^\circ\text{C})$]	
	n型	p型		n型	p型
4.0	0.007 85	0.007 97	80	0.008 30	0.008 72
5.0	0.007 91	0.008 05			
6.0	0.007 97	0.008 11	100	0.008 30	0.008 76
8.0	0.008 06	0.008 19	120	0.008 30	0.008 78
			140	0.008 30	0.008 79
10	0.008 13	0.008 25	160	0.008 30	0.008 80
12	0.008 18	0.008 29	200	0.008 30	0.008 82
14	0.008 22	0.008 32	250	0.008 30	0.008 84
16	0.008 24	0.008 35			
20	0.008 26	0.008 40	300	0.008 30	0.008 86
25	0.008 27	0.008 45	350	0.008 30	0.008 88
			400	0.008 30	0.008 91
30	0.008 28	0.008 49	500	0.008 30	0.008 97
35	0.008 29	0.008 53	600	0.008 30	0.009 00
40	0.008 30	0.008 57	800	0.008 30	0.009 00
50	0.008 30	0.008 62			
60	0.008 30	0.008 67	1 000	0.008 30	0.009 00

方法 2 直流两探针法

11 范围

本方法规定了用直流两探针方法测量硅单晶电阻率的方法。

本方法适用于测量截面积均匀的圆形、方形或矩形硅单晶的电阻率。本方法测量硅单晶电阻率的范围为 $10^{-3} \Omega \cdot \text{cm} \sim 10^4 \Omega \cdot \text{cm}$, 试样长度与截面最大尺寸之比应不小于 3 : 1。

12 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款, 凡是注日期的引用文件, 其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准, 然而, 鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件, 其最新版本适用于本标准。

GB/T 1550 非本征半导体材料导电类型测试方法

13 环境要求

环境温度为 $23^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$, 相对湿度不大于 65%。

14 干扰因素

14.1 光照可能严重影响观察电阻率, 特别是近似本征材料。因此, 所有测试应在暗室进行, 除非是待

测样品对周围的光不敏感。

14.2 当仪器放置在高频干扰源附近时,测试回路中会引入虚假电流。因此仪器要有电磁屏蔽。

14.3 试样中电场强度不能过大,以避免少数载流子注入。如果使用的电流适当,则用该电流的两倍或一半时,引起电阻率的变化应小于 0.5%。

14.4 由于电阻率受温度影响,一般测试适用温度为 $23^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 。

14.5 由于探针压力对测量结果有影响,测量时应选择合适的探针压力。

14.6 仲裁测量时选择探针间距为 1.59 mm, 非仲裁测量可选择其他探针间距。

15 方法摘要

让直流电流 I 通过试样两端，并使 A、B 两根探针垂直压在试样侧面，测量 A、B 两根探针间的电位差 V ，见图 7。若试样的横截面积为 A ，探针间距为 S ，则试样的电阻率 ρ 可用式(22)计算：

$$\rho = \frac{A}{S} \times \frac{V}{I} \quad \dots \dots \dots \quad (22)$$

式中：

ρ —电阻率, 单位为欧姆厘米($\Omega \cdot \text{cm}$)。

V——两探针间的电位差,单位为伏(V);

I——通过试样的直流电流,单位为安培(A);

A—试样的截面积,单位为平方厘米(cm^2):

S —两探针间的探针间距,单位为厘米(cm)。

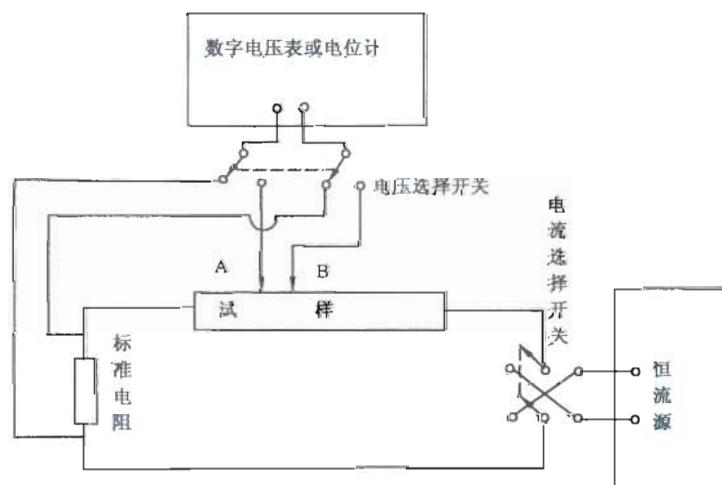


图 7 测量电路示意图

16 试剂

16.1 去离子水, 25 °C时电阻率大于 2 MΩ · cm,

16.2 丙酮(化学纯)。

16.3 乙醇(化学纯)。

16.4 端面欧姆接触材料,可任选一种使用。

16.4.1 胶体石墨液,由 60 g 水与 40 g 22% 的胶体石墨混合而成。

16.4.2 银浆混合液,2份丙酮和1份甲醇及1份导电银浆混合而成。

16.4.3 钨箔

16.4.4 擠搥混合液：称取 30 g 氯化镍 ($\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)、50 g 氯化铵、15 g 次亚磷酸钠 (NaH_2PO_2)、

H_2O)、65 g 柠檬酸二钠($\text{Na}_2\text{HC}_6\text{H}_5\text{O}_7$)溶于烧杯中,然后移入 1 000 mL 容量瓶定容。

16.4.5 镀铜混合液:称 20 g 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)溶解于 90 mL 去离子水中,再加入 15 mL 氢氟酸。

16.4.6 导电橡胶。

16.5 磨料,W14#(10 μm)金刚砂。

17 测量仪器

17.1 制样设备,包括切片机、滚磨及喷砂设备等。

17.2 探针装置由以下几部分组成。

17.2.1 探针架,能保证探针与试样接触位置重复,无横向移动。

17.2.2 探针用钨、铼、碳化钨和合金钢等耐磨硬质材料制成。探针间及探针与其他部分之间的绝缘电阻应大于 $10^9 \Omega$ 。探针间距标称值为 1 mm~4.7 mm 及 10 mm。探针压力应为 $1.75 \text{ N} \pm 0.25 \text{ N}$ 。

17.3 电学测量装置由下列几部分组成。

17.3.1 恒流源,电流量程为 0.01 mA~1 A,稳定性优于 $\pm 0.5\%$ 以内。

17.3.2 电流换向开关。

17.3.3 双刀双掷电位选择开关。

17.3.4 数字电压表或其他相当的仪表,量程为 0.1 mV~1 000 mV,输入阻抗一般大于 $10^9 \Omega$,分辨率
为 $3\frac{1}{2}$ 位有效数字。

17.3.5 标准电阻和模拟电阻,推荐值见表 6。

表 6 与电阻率范围适应的模拟测试电路电阻以及推荐的标准电阻

电阻率/($\Omega \cdot \text{cm}$)	标准电阻 R_s 和模拟电阻 R_a/Ω
0.001	0.001
0.01	0.01
0.1	0.1
1.0	1.0
10	10
100	100
1 000	1 000

17.3.6 模拟电路见方法 1 中图 5。

17.4 导电类型测定设备。

17.5 工具显微镜,分辨率 1 μm 。

17.6 测微器或卡尺,分辨率为 $\pm 0.05 \text{ mm}$ 或更高。

17.7 化学实验室设备:塑料烧杯、镀塑镊子、废液盛器及通风橱。

17.8 温度计,范围 0 $^{\circ}\text{C}$ ~40 $^{\circ}\text{C}$,精度 0.1 $^{\circ}\text{C}$ 。

18 试样制备

18.1 按 GB/T 1550 测定试样的导电类型,沿长度每隔 1 cm 测一次,整个晶体上只出现一种导电类型才满足本标准方法的要求,否则不能测量。

18.2 对圆柱形试样用喷砂或研磨方法在晶体圆周侧面上制备宽 3 mm~5 mm 的测量道,并在与该测量道成 90°的侧面上制备宽度相同的第二测量道。

18.3 试样两端用磨料 W14#(10 μm 粒径)金刚砂研磨或喷砂。

18.4 试样用丙酮清洗,乙醇漂洗后吹干。

18.5 选用 14.4 中任何一种材料在试样两端制成欧姆接触。

18.6 试样各测量点的截面积与整个试样平均截面积之差必须在±1%以内,否则不宜使用本方法。

19 操作步骤

19.1 试样平均截面积的测定

19.1.1 圆柱形试样 沿试样长度以适当等距离间隔分别测量并记录 2 条垂直的直径,以这二条直径的平均值计算各测量点的截面积 A_i ,利用所有的 A_i 值计算整个试样的平均截面积 A 。

19.1.2 方形或矩形试样 沿试样长度以适当等距离间隔分别测量并记录截面的长度和宽度,计算各测量点的截面积 A_i 。根据所有的 A_i 值计算整个试样的平均截面积 A 。

19.2 测试设备的适用性检查

对于仲裁测量前,应按以下步骤进行。

19.2.1 按 7.2 确定探针的间距和状态。

19.2.1.1 测量 10 组探针压痕对的位置 A、B、C、D 见图 8。计算 10 组探针间距 S_i ,平均探针间距 \bar{S} 及探针间距标准偏差 S_p 。



图 8 探针压痕对的测量位置²

19.2.1.2 探针间距的标准偏差 S_p 小于平均探针间距 \bar{S} 的 0.25% 的探针是合格的。

19.2.2 按方法 1 中的 7.1 确定电气设备的适用性。

19.2.2.1 测定 5 组模拟电路的电压降或 10 组模拟电路的电阻值。

19.2.2.2 计算 10 个模拟电阻 R_i 和模拟电阻的平均值 \bar{R}_s 及模拟电阻的标准偏差 S_{R_s} 。

19.2.2.3 模拟电阻的平均值 \bar{R}_s 必须在模拟电阻已知值 R_n 的 0.3% 以内。

19.2.2.4 模拟电阻的标准偏差 S_{R_s} 应不大于模拟电路平均值 \bar{R}_s 的 0.3%。

19.3 测量

19.3.1 将试样放在导电极板之间,将探针降低到测量道上,使探针垂直压在晶体侧面测量道上第一测量点在离端面 2 cm 处,测量距离从两根探针的中心算起。

19.3.2 如果电阻率未知,从低电流开始逐渐增加电流,直到两个电压探针之间测到 10 mV 左右的电位差。

19.3.3 测量并记录环境温度 T ,准确到 0.2 °C。

19.3.4 测量标准电阻上的电压降 V_s 或直接测量试样电流 I_s 。

19.3.5 测量两根电压探针之间的电压降 V_r 。

19.3.6 将电流反向。

19.3.7 测量标准电阻上的电压降 V_s 或直接测量试样电流 I_s 。

19.3.8 测量两根电压探针之间的电压降 V_r 。

19.3.9 将探针升高并向另一端面方向移动适当距离(与 19.1 移动距离相同),重复 19.3.4~19.3.8 步骤,直到两探针中心与另一端面相距在 2 cm 内。

19.3.10 在第二测量道上重复 19.3.4~19.3.9 步骤。

19.3.11 重复 19.3.4~19.3.10 步骤,直到取得 5 组数据为止。

19.3.12 若晶体长度小于 4 cm 时,可将测量点置于同二端面欧姆接触等距离处。按 19.3.4~19.3.8

及 19.3.10~19.3.11 步骤重复 5 次。

20 测量结果计算

20.1 探针间距 S_i 、平均探针间距 \bar{S} 及探针间距标准偏差 S_p 的计算。

20.1.1 探针间距 S_i 按式(23)计算:

$$S_i = \frac{A_i + B_i}{2} - \frac{C_i + D_i}{2} \quad (23)$$

式中:

S_i ——探针间距, 单位为厘米(cm);

A 和 B 、 C 和 D 为探针压痕对, 见图 8;

i ——测量次数, $i=1 \sim 10$ 。

20.1.2 平均探针间距 \bar{S} 按式(24)计算:

$$\bar{S} = \frac{1}{10} \sum_{i=1}^{10} S_i \quad (24)$$

20.1.3 探针间距的标准偏差 S_p 按式(25)计算:

$$S_p = \frac{1}{3} \sqrt{\frac{1}{10} \sum_{i=1}^{10} (S_i - \bar{S})^2} \quad (25)$$

20.2 模拟电阻 R_{ai} 、模拟电阻平均值 \bar{R}_a 及标准偏差 S_a 按式(26)计算。

20.2.1 模拟电阻 R_{ai} 按式(26)计算:

$$R_{ai} = V_a R_s / V_{ai} \quad (26)$$

式中:

R_{ai} ——模拟电阻, 单位为欧姆(Ω);

V_a ——模拟电路的电压降, 单位为毫伏(mV);

R_s ——标准电阻的阻抗, 单位为欧姆(Ω);

V_s ——标准电阻上的电压降, 单位为毫伏(mV);

I_a ——通过模拟电路的电流, 单位为毫安(mA)。

分别对 5 组正向及反向数据进行计算, 如果直接测量电流, 利用式(27)计算。

$$R_{ai} = V_a / I_a \quad (27)$$

20.2.2 模拟电阻的平均值 \bar{R}_a 按式(28)计算:

$$\bar{R}_a = \frac{1}{10} \sum_{i=1}^{10} R_{ai} \quad (28)$$

式中:

R_{ai} ——模拟电阻, 单位为欧姆(Ω);

\bar{R}_a ——模拟电阻的平均值, 单位为欧姆(Ω)。

20.2.3 模拟电阻的标准偏差 S_a 按式(29)计算:

$$S_a = \frac{1}{3} \sqrt{\frac{1}{10} \sum_{i=1}^{10} (R_{ai} - \bar{R}_a)^2} \quad (29)$$

式中:

S_a ——模拟电阻的标准偏差;

R_{ai} ——模拟电阻, 单位为欧姆(Ω);

\bar{R}_a ——模拟电阻的平均值, 单位为欧姆(Ω)。

20.3 计算试样电阻率 ρ 。

20.3.1 正向电流电阻 R_f 和反向电流电阻 R_r 按式(30)计算:

中

R_i ——正向电流时试样的电阻,单位为欧姆(Ω);
 R_r ——反向电流时试样的电阻,单位为欧姆(Ω);
 V_f ——正向电流时测得的试样上的电势差,单位为毫伏(mV);
 V_r ——反向电流时测得的试样上的电势差,单位为毫伏(mV);
 V_{sf} ——正向电流时标准电阻两端的电势差,单位为毫伏(mV);
 V_{sr} ——反向电流时标准电阻两端的电势差,单位为毫伏(mV);
 R_s ——标准电阻,单位为欧姆(Ω)。

若直接测量电流，则采用式(31)计算。

$$R_f = V_f/I_f \quad \dots \dots \dots \quad (31)$$

式中：

I_f ——通过试样的正向电流,单位为毫安(mA);
 I_r ——通过试样的反向电流,单位为毫安(mA)。

对于仲裁测量,每一对 R_i 和 R_j 的值必须满足两者之差小于其中较大值的 2%。

20.3.2 每个测量点每次测量的正、反向平均电阻 R_i 按式(32)计算：

中式

R_i ——每个测量点每次测量的正、反向平均电阻,单位为欧姆(Ω);
 R_{fi} ——每次测量求得的正向电阻,单位为欧姆(Ω);
 R_n ——每次测量求得的反向电阻,单位为欧姆(Ω);
 i ——表示5组正、反向电阻中的一组, $i=1\sim 5$ 。

20.3.3 每个测量点的平均电阻 \bar{R} 按式(33)计算:

$$\bar{R} = \frac{1}{5} \sum_{i=1}^5 R_i \quad \dots \dots \dots \quad (33)$$

式中：

\bar{R} ——每个测量点的平均电阻,单位为欧姆(Ω);
 R_i ——每个测量点每次测量的正、反向平均电阻,单位为欧姆(Ω)。

20.3.4 每个测量点在温度 T 时的电阻率 ρ_T 按式(34)计算:

$$\rho_T = \bar{R} \times (\bar{A}/\bar{S}) \quad \dots \dots \dots \quad (34)$$

中

ρ_T —— 温度 T 时的电阻率, 单位为欧姆厘米($\Omega \cdot \text{cm}$);
 \bar{R} —— 每个测量点的平均电阻, 单位为欧姆(Ω);
 \bar{A} —— 试样的平均截面积, 单位为平方厘米(cm^2);
 \bar{S} —— 探针平均间距, 单位为厘米(cm)。

20.3.5 硅单晶的电导率温度系数从表 5 可查得,然后按式(35)计算温度修正因子 F_T :

式中：

F_T —— 温度修正因子;

T — 温度, 单位为摄氏度(°C);

G——电阻率的温度系数,单位为欧姆厘米每欧姆厘米摄氏度[$\Omega \cdot \text{cm}/(\Omega \cdot \text{cm} \cdot ^\circ\text{C})$]。

20.3.6 按式(36)计算 23 ℃时的电阻率:

$$\rho_{23} = \rho_T \times F_T \quad \dots \dots \dots \quad (36)$$

式中：

ρ_{23} ——温度 23 ℃时的电阻率,单位为欧姆厘米($\Omega \cdot \text{cm}$);

ρ_T ——温度 T 时的电阻率, 单位为欧姆厘米($\Omega \cdot \text{cm}$);

F_T ——温度 T 时的修正因子。

21 精密度

在室温 23 °C,采用 1 500 Ω · cm 以下的 8 根硅单晶碇分别在 5 个实验室进行循环试验,得到的精密度为±12%(3S%);3 500 Ω · cm 左右硅单晶碇的精密度为±30%(3S%)。

22 试验报告

试验报告应包括如下内容：

- a) 测量设备说明;
 - b) 试样的平均截面积及试样编号;
 - c) 每个测量点距起始端面的距离;
 - d) 探针间距;
 - e) 测量温度;
 - f) 试样每个测量点的电阻率;
 - g) 本标准编号和采用的测试方法;
 - h) 测量者;
 - i) 测量日期。

中华人民共和国

国家标准

硅单晶电阻率测定方法

GB/T 1551—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号

邮政编码：100045

网址 www.spc.net.cn

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1.5 字数 35 千字

2010 年 1 月第 1 版 2010 年 1 月第一次印刷

*

书号：155066 · 1-39551 定价 24.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权所有 侵权必究

举报电话：(010)68533533



GB/T 1551-2009