ICS 77.040

H21



中华人民共和国国家标准

GB/T 1551—XXXX

|  |
| --- |
| 代替GB/T 1551-2009 |

硅单晶电阻率的测定 直排四探针法和直流两探针法

Test method for measuring resistivity of monocrystal silicon — In-line four-point probe and direct current two-point probe method

|  |
| --- |
|  |
| (征求意见稿)**（在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上）** |

XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施



前  言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替GB/T 1551-2009《硅单晶电阻率测定方法》，与GB/T 1551-2009相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

1. 修改了两种测试方法的环境温度条件为23℃±5℃；
2. 修改了两种测试方法的干扰因素，将测试在暗室进行改为测试尽量在光线较暗的环境或遮光罩中进行；
3. 方法1直排四探针法硅单晶电阻率范围按P型和N型分别规定；
4. 方法1直排四探针法中增加了引用标准；
5. 方法1直排四探针法中增加了干扰因素；
6. 方法1直排四探针法中增加了对使用试剂的要求；
7. 方法1直排四探针法7.1.1中增加了探针的形状；
8. 方法1直排四探针法中细化了超声清洗步骤；
9. 方法1直排四探针法7.2.4中标准电阻范围0.01Ω～100000Ω，修正为0.01Ω～10000Ω；
10. 方法1直排四探针法9.1.6.1中r值以100Ω为界限分别界定；
11. 方法1直排四探针法表2中增加了大于3000Ω·cm电阻率硅样品所需要的电流值；
12. 方法2直流两探针法中增加了干扰因素。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国半导体设备与材料标准化技术委员会（SAC/TC 203）和全国半导体设备与材料标准化技术委员会材料分会（SAC/TC 203/SC2）共同提出并归口。

本文件起草单位：中国电子科技集团公司第四十六研究所、有研半导体材料有限公司、中国计量科学研究院、黄河水电新能源、乐山市产品质量监督检验所、浙江省硅材料质量检验中心、

本文件主要起草人：刘立娜、何烜坤、孙燕、高英、薛心禄、梁洪、楼春兰……

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况：

——GB 1551-1979、GB 1552-1979、GB 5251-1985、GB 5253-1985、GB 6615-1986；GB/T 1551-1995、GB/T 1552-1995、GB/T 1551-2009。

硅单晶电阻率的测定 直排四探针法和直流两探针法

1. 范围

本文件描述了用直排四探针法和直流两探针法测定硅单晶电阻率的方法。

本文件适用于硅单晶电阻率的测定，其中直排四探针法可测定的p型硅单晶电阻率范围为7×10-4 Ω·cm～8×103 Ω·cm，n型硅单晶电阻率范围为7×10-4 Ω·cm～1.5×104 Ω·cm；直流两探针法适用于测定截面积均匀的圆形、方形或矩形硅单晶的电阻率，测定范围为1×10-3 Ω·cm～1×104 Ω·cm，样品长度与截面最大尺寸之比应不小于3:1。

1. 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 1550 非本征半导体材料导电类型测试方法

GB/T 14264 半导体材料术语

1. 术语和定义

GB/T 14264界定的术语和定义适用于本文件。

1. 测试环境

环境温度为23 ℃±5 ℃，相对湿度应不大于65%。

方法1 直排四探针法

1. 方法原理

排列成一直线的四根探针垂直地压在近似为半无穷大的平坦样品表面上，当直流电流由探针1、4流入半导体样品时，根据点源叠加原理，探针2、3位置的电位应是1、4探针点电流源产生的电位的和，探针2、3之间的电位差即为电流源强度、材料电阻率和探针系数的函数。将直流电流*I*在两外探针1、4间通入样品，测量内侧两探针2、3间所产生的电势差*V*，根据测得的电流和电势差值，按公式（1）计算电阻率，测试示意图见图1。对圆片样品还应根据表3和表4几何修正因子进行计算。

  (1)

式中：

——电阻率，单位为欧姆厘米（Ω·cm）；

*S*——探针间距，单位为厘米（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）。



1. 直排四探针测试电阻率的示意图
2. 干扰因素
	1. 光照可能导致光电导及光压效应诱生光生电动势，影响电阻率测试结果的准确性，尤其是电阻率值大于103 Ω·cm的样品。因此，除非待测样品对周围的光不敏感，测试宜尽量在光线较暗的环境或遮光罩中进行。
	2. 当测试仪器放置在高频干扰源附近时，有可能会导致样品内交流干扰产生杂散电流，引起电阻率测试结果的误差，此时仪器应有电磁屏蔽。
	3. 样品中电场强度不宜过大，以避免少数载流子注入。对于高电阻率、长寿命的样品，少数载流子注入可能导致电阻率减小。少数载流子注入对电阻率的影响可以通过低电流下重复测试获得，重复测试电阻率不发生变化，说明少数载流子注入的影响很小。如果使用的电流适当，则用该电流的2倍或1/2进行测试时，引起电阻率的变化应小于±0.5%。
	4. 电阻率测试受温度影响，因此需要保持测试过程中测试环境的温度稳定。测试基准温度为23 ℃±0.5 ℃，其他温度（18 ℃～28 ℃）下进行测试的结果可进行适当修正，另外建议仲裁测试时的环境温度为23 ℃±0.5 ℃。
	5. 样品在测试过程中电流过大或通入电流时间过长，都可能提高样品测试区的温度，因此测试过程中电流宜尽可能小，每次测试通电时间宜尽可能短。如果电阻率随通电时间的增大而变化，说明样品发热，此时宜采用散热器，使样品在测试温度下保持足够的时间，以便温度平衡。
	6. 对于厚度对测试的影响，仲裁测试时要求厚度按本文件方法1中的9.3条规定测量，一般测量用户可以根据实际需要确定厚度的允许偏差。
	7. 由于探针压力对测试结果有影响，测试时应选择合适的探针压力。
	8. 由于硅单晶径向电阻率不均匀及样品存在有限边界，探针与样品接触的位置可能影响电阻率测试结果，仲裁测试时探针应在样品中心0.25 mm范围内，选择探针间距为1.59 mm。
	9. 探针振动会引起接触电阻的变化，如果遇到这种情况，仪器和样品应安装隔震装置，或设备应安装防震装置。
3. 试剂和材料
	1. 去离子水，25 ℃时电阻率大于2 MΩ·cm。
	2. 磨料，氧化铝或其他。
4. 仪器设备
	1. 探针装置应符合下列要求：
	2. 探针：用钨、碳化钨或高速钢等金属制成，针尖呈圆锥形、半球形或者平的圆截面，夹角为45°～150°，尖端初始标称半径为25 μm～50 μm；
	3. 探针压力：每根探针压力为1.75 N±0.25 N，也可选择其他合适的探针压力；
	4. 绝缘性：任一探针（包括连接弹簧和外部引线的探针）与任何其他探针或装置任一部分之间的绝缘电阻大于109 Ω；
	5. 探针排列和间距：四根探针的尖端应成等间距直线排列，仲裁测试时，探针间距（相邻探针之间的距离）标称值应为1.59 mm；其它标称间距如1mm用于非仲裁测量。
	6. 探针架：能在针尖几乎无横向移动的情况下使探针下降到样品表面。
	7. 任何满足10.1.6条要求的电学测量装置均可使用，推荐电路如图2所示，具体包括下述几部分：



说明：

1、4——电流引线；

2、3——电压引线

1. 推荐电路图
	1. 恒流源：电流范围为10-6 A～10-1 A，纹波系数不大于±0.1%，稳定度优于±0.05%；
	2. 电流选择开关；
	3. 标准电阻：0.01 Ω～10 000 Ω，0.05级；
	4. 双刀双掷电位选择开关：用于选择测量标准电阻或样品上电势差；
	5. 数字电压表：用来测量以毫伏为单位的电势差或者连通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 mV～50 mV，分辨率为±0.05%（3位有效数字），输入阻抗大于106倍样品电阻率。如样品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。
	6. 样品架或样品台，需有吸附系统或其他合适的夹具固定样品。
	7. 散热器（推荐使用），用一直径不小于100 mm、厚度不小于38 mm的铜块支撑圆片样品，并起散热器作用，如图3所示。它应包括一个容纳温度计的小孔，使温度计能放置在离样品10 mm范围内的散热器中心区。散热器上放一片厚度10 μm～25 μm的云母片，使样品和散热器电绝缘。在云母片和铜块间填充矿物油或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样品中心的1 mm以内。散热器应与电学测量装置的接地端相连接。为了迅速对准样品中心，可在散热器表面加工一个与铜块同心的浅圆环。



1. 带有样品、云母片和温度计的散热器
	1. 研磨或喷砂设备，用于制备平坦的样品表面。研磨设备应能将样品研磨到厚度变化不大于样品中心处厚度值的±1.0%。
	2. 机械或电子厚度测量仪，能测量样品不同位置的厚度，示值误差优于0.002mm。
	3. 千分尺或游标卡尺，分度值优于0.05 mm。
	4. 微移动机构，能以0.05 mm～0.10 mm增量使探针装置或样品以垂直于探针尖端连线方向并平行于样品表面移动。
	5. 显微镜，分辨率为1 μm，显微镜至少能放大400倍。
	6. 温度计或其他测温仪器，0 ℃～40 ℃，分度值为0.1 ℃。
	7. 欧姆计，能指示大于108 Ω绝缘电阻。
2. 样品
	1. 将样品在研磨设备上用磨料研磨上下表面或进行喷砂处理，保证样品无机械损伤、无沾污物。
	2. 在不包括参考面或参考切口的圆周上测量直径3次，计算样品的平均直径*D*,并记录*D*值。样品直径应大于平均探针间距*S*的10倍,直径变化应不大于*D*的*D*/5*S*%。
	3. 在样品上测量9个点的厚度，测量点分布如图4所示。要求各测量点厚度与样品中心点厚度的偏差不大于±1.0%，并记下样品的中心厚度*W*。



1. 样品厚度测量点位置示意图
	1. 将样品用去离子水超声，然后用去离子水清洗干净，如样品表面有污点，先将污点清理掉，再超声清洗并在空气中干燥。
2. 试验步骤
	1. 电学测量装置适用性和准确度的确定
		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。
		2. 根据不同的电阻率范围，按表1选择模拟电路中的标准电阻。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。

表1 标准电阻最小阻值选择

|  |  |
| --- | --- |
| 电阻率Ω·cm | 标准电阻*r*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 | 1000 |
| ＞200 | 10 000 |



1. 直流四探针法模拟电路
	* 1. 如果采用电阻直接测量仪器，则开始在任一极性上（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10.1.5条进行。
		2. 如果不是采用电阻直接测量仪器，则让电流在正向，调节电流大小到近似表2中推荐圆片样品的测量电流值，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*af，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。

表2 不同电阻率硅样品所需要的电流值

|  |  |
| --- | --- |
| 电阻率Ω·cm | 推荐的圆片样品测量电流值mA |
| ＜0.03 | 100 |
| 0.03～0.30 | 25 |
| 0.3～3 | 2.5 |
| 3～30 | 0.25 |
| 30～300 | 0.025 |
| 300～3000 | 0.0025 |
| ＞3000 | 0.00025 |

注：本表中推荐的圆片测量电流是在样品厚度为0.5 mm，两内探针间为10 mV电势差时得到。

* + 1. 按11.2条计算平均电阻*r* 和平均电阻标准偏差*σ*。
		2. 电学测量装置应符合下述规定：
	1. 电阻＜100 Ω，*r*值应在已知*r*值的0.1%以内，电阻≥100Ω，*r*值应在已知*r*值的0.3%以内；
	2. 样品平均电阻标准偏差*σ*应小于*r*的0.3%；
	3. 设备应能测量出0.05%电阻的变化。
	4. 探针间距与探针尖端状态的确定
		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距离改为上述距离的两倍，以利于操作者识别压痕属于哪一组。
		2. 将具有10组压痕的硅片（10.2.1）用去离子水进行超声清洗，并在空气中干燥。
		3. 将清洗、干燥后的硅片表面（10.2.2）置于工具显微镜的载物台上，使y轴的读数（图6中的yB和yA）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。



1. 测量示意图
	* 1. 在放大倍数不小于400倍的工具显微镜下检查压痕。
		2. 按11.1条计算探针间距，平均探针间距，探针间距标准偏差*σ*i和探针系数*C*。
		3. 对于合格的探针，应符合下述规定：
2. 对于来说，3组10次测量值的每一组样品探针间距的标准偏差*σ*i应小于的0.30%；
3. 3组10次测量值的平均探针间距、和的差应不大于平均探针间距的2%；
4. 每根探针的压痕应只出现一个接触面，最大直径线度小于100μm，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；
5. 在放大倍数为400倍的工具显微镜下检验时，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，该探针系统应重新调整，以防止上述移动。
	1. 测量
		1. 将样品表面用去离子水超声清洗，并在空气中干燥。
		2. 将样品置于样品架或样品台上。如果是圆片样品，宜将样品置于散热器的云母片上，用欧姆表测量样品与散热器间的电阻（电阻应大于109 Ω），以保证两者是电绝缘的。
		3. 测量并记录环境温度*T*，如果是圆片样品可借助置于散热器中的温度计来确定温度。让样品在该温度下保持足够的时间，以便温度平衡，准确到0.1 ℃。

注：当样品与散热器在同一室温环境超过30min时，则平衡时间不超过30s。仲裁试验前，建议先将散热器放置在室温环境内24h（室温变化不宜超过±1 ℃）。

* + 1. 将探针下降到样品表面的待测位置，每一探针尖离样品边缘的最近距离至少为平均探针间距的4倍。如果为圆片样品，应使探针尖端的阵列中心在样品中心的0.25 mm以内。
		2. 让电流在正向，根据样品电阻率大小按表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*，并保留至少3位有效数字；用直接测量电路，记录*I*f、*V*f、*I*r、*V*r、*T*，并保留至少3位有效数字；用直接测量电阻，记录*R*f、*R*r、*R*m、*ρ*（T）、*F*Tρ(23)。
		3. 改变电流方向，测量并记录*V*sr(或*I*r)、*V*r值。
		4. 短路或关闭电流源。提起探针，将样品旋转15°～20°。
		5. 重复10.3.4～10.3.7步骤，直到完成全部预定位置的测量。如果为圆片样品，应测量10组数据。
		6. 对于不是圆片的样品，如果选用测量电流*I*在数值上等于2π*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。
1. 试验数据处理
	1. 利用10.2条的测量数据计算探针间距、平均探针间距、探针间距标准偏差*σ*i、探针系数*C*和探针间距修正因子*F*sp。
2. 对十组测量数据中的每一组，用公式（2）计算探针间距*S*1*j*、*S*2*j*、*S*3*j*：



  (2)



式中：

*S*1*j*、*S*2*j*、*S*3*j*——探针间距，单位为厘米（cm）；

*Aj*～*Ｈj*——探针压痕的点位（如图6所示），单位为厘米（cm）；

——组数，取1到10。

1. 每一探针间距的平均值按公式（3）计算：

 ………………………… ………………(3)

式中：

——1、2、3。

*j*——组数，取1到10。

1. 探针间距的标准偏差*σ*i按公式（4）计算：

 ……………………………………(4)

式中：

——1、2、3。

1. 平均探针间距按公式（5）计算：

……………………………………(5)

1. 探针系数*C*按公式（6）计算：

 ……………………………………(6)

1. 适用于圆片样品测量时的探针间距修正因子*F*sp按公式（7）计算：

 …………………………………………(7)

* 1. 按10.1.3条～10.1.4条测量的数据，计算模拟电路测量的平均电阻和标准偏差σ。
		1. 如果直接测量电阻，用单个正向和反向电阻（无论是计算结果或是测量结果）均按公式（8）计算平均电阻，否则按公式（9）计算模拟电路的正向电阻*r*f及反向电阻*r*r：

…………………………………………(8)

式中：

——10个模拟电路的正向电阻*r*f及反向电阻*r*r中的任意一个值。

…………………………………………(9)

…………………………………………(10)

式中：

——模拟电路的正向电阻,单位为欧姆（Ω）；

——正向电流下模拟电路两端的电势差，单位为毫伏（mV）；

——标准电阻值，单位为欧姆（Ω）；

——正向电流下标准电阻两端的电势差，单位为毫伏（mV）；

——模拟电路的反向电阻，单位为欧姆（Ω）；

——反向电流下模拟电路两端的电势差，单位为毫伏（mV）；

——反向电流下标准电阻两端的电势差，单位为毫伏（mV）。

1. 当直接测量电流时，模拟电路的正向电阻及反向电阻按公式（10）计算：

 …………………………………………(11)

 …………………………………………(12)

式中：

----流过模拟电路的正向电流，单位为毫安（mA）；

----流过模拟电路的反向电流，单位为毫安（mA）。

1. 模拟电路测量的平均电阻标准偏差σ按公式（11）计算：

…………………………………………(13)

* 1. 按下列规定分别计算正向电流和反向电流时的样品电阻、电阻平均值、几何修正因子、温度修正因子、电阻率、电阻率平均值、电阻率标准偏差。
1. 正向电流和反向电流时的电阻按公式（12）计算：

………………………………………(14)

 ………………………………………(15)

式中：

----正向电流时的样品电阻，单位为欧姆（Ω）；

----正向电流时测得的样品电势差，单位为毫伏（mV）；

----正向电流下标准电阻两端的电势差,单位为毫伏（mV）；

----反向电流时的样品电阻，单位为欧姆（Ω）；

----反向电流时测得的样品电势差,单位为毫伏（mV）；

----反向电流下标准电阻两端的电势差,单位为毫伏（mV）。

当直接测量电流，正向电流和反向电流时的电阻按公式（13）计算：

  ……………………………… (15)

  …………………………………(16)

式中：

----通过样品的正向电流，单位为毫安（mA）；

----通过样品的反向电流，单位为毫安（mA）。

如果使用电阻直读仪器，就不需此计算。要求*R*f与*R*r之差与*R*f或*R*r（取两者中较大者）的比值小于10%。

1. 每一测量位置的电阻平均值*R*m按公式（14）计算：

………………………………………(17)

1. 如果为圆片样品，则需计算几何修正因子*F*，否则从11.3 d）继续进行计算。
2. 计算样品厚度*W*与平均探针间距的比值，用线性内插法从表3中查出厚度修正因子*F（W/S）*。
3. 厚度修正因子*F（W/S）*

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| W/S | F（W/S） | W/S | F（W/S） | W/S | F（W/S） | W/S | F（W/S） |
| 0.40 | 0.9993 | 0.60 | 0.9920 | 0.80 | 0.9664 | 1.0 | 0.921 |
| 0.41 | 0.9992 | 0.61 | 0.9912 | 0.81 | 0.9645 | 1.2 | 0.864 |
| 0.42 | 0.9990 | 0.62 | 0.9903 | 0.82 | 0.9627 | 1.4 | 0.803 |
| 0.43 | 0.9989 | 0.63 | 0.9894 | 0.83 | 0.9608 | 1.6 | 0.742 |
| 0.44 | 0.9987 | 0.64 | 0.9885 | 0.84 | 0.9588 | 1.8 | 0.685 |
| 0.45 | 0.9986 | 0.65 | 0.9875 | 0.85 | 0.9566 | 2.0 | 0.634 |
| 0.46 | 0.984 | 0.66 | 0.9865 | 0.86 | 0.9547 | 2.2 | 0.587 |
| 0.47 | 0.9981 | 0.67 | 0.9853 | 0.87 | 0.9526 | 2.4 | 0.546 |
| 0.48 | 0.9978 | 0.68 | 0.9842 | 0.88 | 0.9505 | 2.6 | 0.510 |
| 0.49 | 0.9976 | 0.69 | 0.9830 | 0.89 | 0.9483 | 2.8 | 0.477 |
| 0.50 | 0.9975 | 0.70 | 0.9818 | 0.90 | 0.9460 | 3.0 | 0.448 |
| 0.51 | 0.9971 | 0.71 | 0.9804 | 0.91 | 0.9438 | 3.2 | 0.422 |
| 0.52 | 0.9967 | 0.72 | 0.9791 | 0.92 | 0.9414 | 3.4 | 0.399 |
| 0.53 | 0.9962 | 0.73 | 0.9777 | 0.93 | 0.9391 | 3.6 | 0.378 |
| 0.54 | 0.9958 | 0.74 | 0.9762 | 0.94 | 0.9367 | 3.8 | 0.359 |
| 0.55 | 0.9953 | 0.75 | 0.9747 | 0.95 | 0.9343 | 4.0 | 0.342 |
| 0.56 | 0.9947 | 0.76 | 0.9731 | 0.96 | 0.9318 | - | - |
| 0.57 | 0.9941 | 0.77 | 0.9715 | 0.97 | 0.9293 | - | - |
| 0.58 | 0.9934 | 0.78 | 0.9699 | 0.98 | 0.9263 | - | - |
| 0.59 | 0.9927 | 0.79 | 0.9681 | 0.99 | 0.9242 | - | - |

1. 计算平均探针间距与样品直径*D*的比值，确定修正因子*F*2，当2.5≤*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。
2. 修正因子*F*2

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *S/D* | *F*2 | *S/D* | *F*2 | *S/D* | *F*2 |
| 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 |

1. 几何修正因子F按公式（15）计算：

 ………………………………………(15)

式中：

*F*sp——探针间距修正因子；

*W*——样品厚度，单位为厘米（cm）。

当*W/S*＞1，*D*＞16*S*时，*F*的精密度在2%以内。

1. 测试温度下样品的电阻率按公式（16）计算：

………………………………………(16)

式中：

*R*m——平均电阻，单位为欧姆（Ω）；

*C*——探针系数，单位为厘米（cm）。

如果为圆片样品，测试温度下样品的电阻率则按公式（17）计算：

 ………………………………………(17)

式中：

*R*m----平均电阻，单位为欧姆（Ω）；

*F*----几何修正因子，单位为厘米（cm）。

1. 从表5中查出电阻率对应的温度系数，按公式（18）计算温度修正因子*F*T：

………………………………………(18)

式中：

*T*----温度，单位为摄氏度（℃）；

*CT*----从表5中查得的电阻率温度系数。

1. 18℃～28℃范围硅的电阻率温度系数

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 电阻率Ω·cm | 电阻率温度系数Ω·cm/Ω·cm·℃ | 电阻率Ω·cm | 电阻率温度系数Ω·cm/Ω·cm·℃ |
| n型 | p型 | n型 | p型 |
| 0.0006 | 0.00200 | 0.00160 | 1.0 | 0.00736 | 0.00707 |
| 0.0008 | 0.00200 | 0.00160 | 1.2 | 0.00747 | 0.00722 |
|  |  |  | 1.4 | 0.00755 | 0.00734 |
| 0.0010 | 0.00200 | 0.00158 | 1.6 | 0.00761 | 0.00744 |
| 0.0012 | 0.00184 | 0.00151 | 2.0 | 0.00768 | 0.00759 |
| 0.0014 | 0.00169 | 0.00149 | 2.5 | 0.00774 | 0.00773 |
| 0.0016 | 0.00161 | 0.00148 |  |  |  |
| 0.0020 | 0.00158 | 0.00148 | 3.0 | 0.00778 | 0.00783 |
| 0.0025 | 0.00159 | 0.00145 | 3.5 | 0.00782 | 0.00791 |
|  |  |  | 4.0 | 0.00785 | 0.00797 |
| 0.0030 | 0.00156 | 0.00137 | 5.0 | 0.00791 | 0.00805 |
| 0.0035 | 0.00146 | 0.00127 | 6.0 | 0.00797 | 0.00811 |
| 0.0040 | 0.00131 | 0.00116 | 8.0 | 0.00806 | 0.00819 |
| 0.0050 | 0.00096 | 0.00094 |  |  |  |
| 0.0060 | 0.00060 | 0.00074 | 10 | 0.00813 | 0.00825 |
| 0.0080 | 0.00006 | 0.00046 | 12 | 0.00818 | 0.00829 |
|  |  |  | 14 | 0.00822 | 0.00832 |
| 0.010 | -0.00022 | 0.00031 | 16 | 0.00824 | 0.00835 |
| 0.012 | -0.00031 | 0.00025 | 20 | 0.00826 | 0.00840 |
| 0.014 | -0.00026 | 0.00025 | 25 | 0.00827 | 0.00845 |
| 0.016 | -0.00013 | 0.00029 |  |  |  |
| 0.020 | 0.00025 | 0.00045 | 30 | 0.00828 | 0.00849 |
| 0.025 | 0.00083 | 0.00073 | 35 | 0.00829 | 0.00853 |

表5（续）

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 电阻率Ω·cm | 电阻率温度系数Ω·cm/Ω·cm·℃ | 电阻率Ω·cm | 电阻率温度系数Ω·cm/Ω·cm·℃ |
| n型 | p型 | n型 | p型 |
| 0.030 | 0.00139 | 0.00102 | 50 | 0.00830 | 0.00862 |
| 0.035 | 0.00190 | 0.00131 | 60 | 0.00830 | 0.00867 |
| 0.040 | 0.00235 | 0.00158 | 80 | 0.00830 | 0.00872 |
| 0.050 | 0.00309 | 0.00208 |  |  |  |
| 0.060 | 0.00364 | 0.00251 | 100 | 0.00830 | 0.00876 |
| 0.080 | 0.00439 | 0.00320 | 120 | 0.00830 | 0.00878 |
|  |  |  | 140 | 0.00830 | 0.00879 |
| 0.10 | 0.00486 | 0.00372 | 160 | 0.00830 | 0.00880 |
| 0.12 | 0.00517 | 0.00412 | 200 | 0.00830 | 0.00882 |
| 0.14 | 0.00540 | 0.00444 | 250 | 0.00830 | 0.00884 |
| 0.16 | 0.00558 | 0.00471 |  |  |  |
| 0.20 | 0.00585 | 0.00512 | 300 | 0.00830 | 0.00886 |
| 0.25 | 0.00609 | 0.00548 | 350 | 0.00830 | 0.00888 |
|  |  |  | 400 | 0.00830 | 0.00891 |
| 0.30 | 0.00627 | 0.00575 | 500 | 0.00830 | 0.00897 |
| 0.35 | 0.00643 | 0.00596 | 600 | 0.00830 | 0.00900 |
| 0.40 | 0.00656 | 0.00613 | 800 | 0.00830 | 0.00900 |
| 0.50 | 0.00678 | 0.00639 |  |  |  |
| 0.60 | 0.00696 | 0.00659 | 1000 | 0.00830 | 0.00900 |
| 0.80 | 0.00720 | 0.00687 |  |  |  |

1. 修正到23℃的电阻率按公式（19）计算：

………………………………………(19)

式中：

*ρ*(23)----23℃的电阻率，单位为欧姆厘米（Ω·cm）；

1. 已修正的电阻率平均值按公式（20）计算：

………………………………………(20)

式中：

*ρ*i(23)----根据公式（19）计算的23℃的电阻率，单位为欧姆厘米（Ω·cm）；

n----某测量位置上的测量次数。

如果在给定测量位置上仅进行了一次测量，则省去这一步骤。

1. 电阻率的标准偏差*S*按公式（21）计算：

………………………………………(21)

1. 精密度

在室温23℃的6个实验室对不同电阻率范围的硅片进行测试，120Ω·cm以下的13个硅薄片~~通过6个实验室和的循环实验得到~~测试的精密度为±2%（3S%）；120 Ω·cm～500 Ω·cm硅薄片的精密度为±5%（3S%）；500 Ω·cm ～2000 Ω·cm硅薄片的精密度为±15%（3S%）。

1. 试验报告

试验报告应包括以下内容：

1. 样品编号及说明；
2. 测试设备说明；
3. 测试温度；
4. 测试电流；
5. 探针间距和探针压力；
6. 样品室温电阻率，如必要注明测试位置；
7. 样品电阻率标准偏差；
8. 测试标准编号及方法名称；
9. 测试者；
10. 测试日期。

方法2 直流两探针法

1. 方法原理

在电阻率均匀、横截面积为*A*的长条形或棒状的试样两端通以直流电流，并在样品的电流回路上串联一个标准电阻，利用高输入阻抗的电压表测量标准电阻上的电压降，从而得到流经样品的电流*I*，使A、B两根探针垂直压在样品侧面，测量A、B两根探针间的电位差*V*，探针间距*S*，如图7所示。根据电阻率是平行于电流的电位梯度与电流密度之比，则样品的电阻率*ρ*可用公式（22）计算：

  (22)

式中：

*ρ*----电阻率，单位为欧姆厘米（Ω·cm）；

*V*----两探针间的电位差，单位为伏（V）；

*I*----通过样品的直流电流，单位为安培（A）；

*A*----样品的截面积，单位为平方厘米（cm2）；

*S*----两探针间的探针间距，单位为厘米（cm）。



图7　直流两探针法测量电路示意图

1. 干扰因素
	1. 本方法假设硅单晶电阻率不存在径向电阻率不均匀，如果晶体中存在电阻率不均匀，本方法的测试结果只能代表晶体某未知截面电阻率的平均值，此时从晶体切下的晶片的电阻率与本方法测试的硅晶体电阻率不相关。
	2. 光照可能影响电阻率测试结果，特别是对于电阻率值大于103 Ω·cm的样品。因此，除非是待测样品对周围的光不敏感，测试宜尽量在光线较暗的环境或遮光罩中进行。
	3. 当测试仪器放置在高频干扰源附近时，有可能会导致样品内交流干扰产生杂散电流，引起电阻率测试误差，此时仪器应有电磁屏蔽。
	4. 样品中电场强度不宜过大，以避免少数载流子注入。对于高电阻率、长寿命的样品，少数载流子注入可能导致电阻率减小。少数载流子注入对电阻率的影响可以通过低电流下重复测试获得，重复测试电阻率不发生变化，说明少数载流子注入的影响很小。如果使用的电流适当，则用该电流的两倍或一半进行测试时，引起的电阻率变化应小于±0.5%。
	5. 电阻率测试受温度影响，因此需要保持测试过程中测试环境的温度稳定。测试基准温度为23 ℃±0.5 ℃，其他温度（18 ℃～28 ℃）下进行的测试结果可进行适当修正。建议仲裁测试的环境温度为23 ℃±0.5 ℃。
	6. 探针振动会引起接触电阻的变化，如果遇到这种情况，仪器应安装防震装置。
	7. 硅单晶中有轻微裂痕（一般肉眼不可见）或其他机械损伤时，可能会给出错误的电阻率测试结果。如果有肉眼可见的裂痕，则需要将单晶切割成几段并分别测试电阻率。
2. 试剂和材料
	1. 去离子水，25℃时电阻率大于2 MΩ·cm。
	2. 丙酮，化学纯。
	3. 乙醇，化学纯。
	4. 端面欧姆接触材料，可任选一种使用。
		1. 胶体石墨液，由60g去离子水与40g质量分数为22%的胶体石墨混合而成。
		2. 银浆混合液，丙酮（化学纯）：4份甲醇（化学纯）：1份导电银浆以体积比为2:4:1混合而成。
		3. 铟箔
		4. 镀镍混合液：称取30g氯化镍（NiCl2·6H2O）（分析纯）、50g氯化铵（分析纯）、15g次亚磷酸钠（NaH2PO2.H2O）（分析纯）、65g柠檬酸二钠(Na2HC6H5O7)（分析纯）溶于烧杯中,然后移入1000 mL容量瓶定容。
		5. 镀铜混合液：称取20 g硫酸铜（CuSO4.5H2O）（分析纯）溶解于90 mL去离子水中，再加入15 mL氢氟酸（分析纯）。
		6. 导电橡胶。
	5. 磨料，氧化铝或其他。
3. 仪器设备
	1. 制样设备，包括切片机、滚磨及喷砂设备等。
	2. 探针装置由以下几部分组成：
4. 探针架，能保证探针与样品接触位置重复，无横向移动。
5. 探针用钨、锇、碳化钨或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109 Ω。探针间距标称值为1 mm～4.7 mm及10 mm。探针压力应为1.75 N±0.25 N。
	1. 电学测量装置由下列几部分组成：
		1. 恒流源，电流量程为0.01 mA～1 A，稳定度优于±0.5%以内。
		2. 电流换向开关。
		3. 双刀双掷电位选择开关。
		4. 数字电压表或其他相当的仪表，量程为0.1 mV～1000 mV, 输入阻抗一般大于109 Ω，分辨率为3位有效数字。
		5. 标准电阻和模拟电阻，推荐值见表6。
		6. 模拟电路见本文件方法1中图5。
6. 与电阻率范围适应的标准电阻和模拟电阻的推荐值

|  |  |
| --- | --- |
| 电阻率Ω·cm | 标准电阻*R*s和模拟电阻*R*aΩ |
| 0.001 | 0.001 |
| 0.01 | 0.01 |
| 0.1 | 0.1 |
| 1.0 | 1.0 |
| 10 | 10 |
| 100 | 100 |
| 1000 | 1000 |

* 1. 导电类型测试设备。
	2. 工具显微镜，分辨率1 μm。
	3. 测微器或卡尺，分度值达到或优于0.05 mm。
	4. 化学实验室设备：塑料烧杯、镀塑镊子、废液盛器及通风橱。
	5. 温度计，范围0 ℃～40 ℃，精度0.1 ℃。
1. 样品
	1. 按GB/T 1550规定的方法测试样品的导电类型，沿长度每隔1 cm测一次，整个晶体上只出现一种导电类型则满足直流两探针测试方法的要求，否则不能测量。
	2. 对圆柱形样品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。
	3. 样品两端用磨料研磨或喷砂。
	4. 样品用丙酮超声清洗，乙醇漂洗后吹干，也可使用其他合适的试剂清洗。
	5. 选用16.4条中任何一种材料在样品两端制成欧姆接触。
	6. 样品各测量点的截面积与整个样品平均截面积之差应在整个样品平均截面积±1%以内，否则不宜使用本方法。
2. 试验步骤
	1. 样品平均截面积的测定

圆柱形样品沿样品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2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值计算整个样品的平均截面积*A*。

方形或矩形样品沿样品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值计算整个样品的平均截面积*A*。

* 1. 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 按方法1中的10.1确定电气设备的适用性。



图8　探针压痕对的测量位置

19.2.2 按方法1中的10.2确定探针间距与探针尖端状态。测量10组探针压痕对的位置A、B、C、D，如图8所示，计算10组探针间距*S*i，平均探针间距及探针间距标准偏差*S*p。探针间距的标准偏差*S*p小于平均探针间距的0.25%的探针是合格的。

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及模拟电阻的标准偏差*S*a。

19.2.2.3 模拟电阻的平均值应在模拟电阻已知值*R*a的0.3%以内。

19.2.2.4 模拟电阻的标准偏差*S*a应不大于模拟电路平均值的0.3%。

* 1. 测量
		1. 将样品放在导电极板之间，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。
		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。
		3. 测量并记录环境温度*T*，准确到0.2 ℃。
		4. 测量标准电阻上的电压降*V*sf或直接测量样品电流*I*f。
		5. 测量两根电压探针之间的电压降*V*f。
		6. 将电流反向。
		7. 测量标准电阻上的电压降*V*sr或直接测量样品电流*I*r。
		8. 测量两根电压探针之间的电压降*V*r。
		9. 将探针升高并向另一端面方向移动适当距离（与19.1条移动距离相同），重复19.3.4条～19.3.8条步骤，直到两探针中心与另一端面相距在2 cm内。
		10. 在第二测量道上重复19.3.4条～19.3.9条步骤。
		11. 重复19.3.4条～19.3.10条步骤，直到取得5组数据为止。
		12. 若样品长度小于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条～19.3.8条及19.3.10条～19.3.11条步骤重复5次。
1. 试验数据处理
	1. 探针间距*S*i、平均探针间距及探针间距标准偏差*S*p按下列规定计算。
2. 探针间距*S*i按式（23）计算：

………………………………………(23)

式中：

*S*i——探针间距，单位为厘米（cm）；

*Ai*、*Bi*、*Ci*、*Di*——探针压痕对的位置（如图8所示），单位为厘米（cm）；

*i*——测量次数，*i* =1～10。

1. 平均探针间距按式（24）计算：

 …………………………………………(24)

1. 探针间距的标准偏差*S*p按式（25）计算：

 …………………………………………(25)

* 1. 模拟电阻*R*ai、模拟电阻平均值*R*a及标准偏差*S*a按下列规定计算。
1. 模拟电阻*R*ai按式（26）计算：

 …………………………………………(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）。

分别对5组正向及反向数据进行计算，如果直接测量电流，模拟电阻*R*ai则按公式（27）计算：

 …………………………………………(27)

*I*a——通过模拟电路的电流，单位为毫安（mA）。

1. 模拟电阻的平均值按公式（28）计算：

 …………………………………………(28)

式中：

——模拟电阻的平均值，单位为欧姆（Ω）；

*R*ai——模拟电阻，单位为欧姆（Ω）。

1. 模拟电阻的标准偏差*S*a按公式（29）计算：

 …………………………………………(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）；

——模拟电阻的平均值，单位为欧姆（Ω）。

* 1. 正向电流电阻*R*f、反向电流电阻*R*r、样品电阻率*ρ*
1. 正向电流电阻*R*f和反向电流电阻*R*r按公式（30）计算：

 …………………………………………(30)

 …………………………………………(31)

式中：

*R*f----正向电流时样品的电阻，单位为欧姆（Ω）；

*V*f----正向电流时测得的样品上的电势差，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）；

*R*r---反向电流时样品的电阻，单位为欧姆（Ω）；

*V*r----反向电流时测得的样品上的电势差，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，则正向电流电阻*R*f和反向电流电阻*R*r按公式（31）计算：

 …………………………………………(32)

 …………………………………………(33)

式中：

*I*f----通过样品的正向电流，单位为毫安（mA）；

 *I*r----通过样品的反向电流，单位为毫安（mA）。

对于仲裁测量，每一对Rf和Rr的值应满足两者之差小于其中较大值的2%。

1. 每个测量点每次测量的正、反向平均电阻*R*i按式（32）计算：

 …………………………………………(34)

式中：

*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*ri----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=1～5。

1. 每个测量点的平均电阻按公式（33）计算：

…………………………………………(35)

式中：

-----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）。

1. 每个测量点在温度*T*时的电阻率*ρ*T按公式（34）计算：

…………………………………………(36)

式中：

*ρ*T----温度T时的电阻率，单位为欧姆厘米（Ω.·cm）；

  ----每个测量点的平均电阻，单位为欧姆（Ω）；

  -----样品的平均截面积，单位为平方厘米（cm2）；

 -----探针平均间距，单位为厘米（cm）。

1. 硅单晶的电阻率温度系数从方法1中的表5可查得，然后按公式（35）计算温度修正因子*F*T：

…………………………………………(37)

式中：

*F*T----温度修正因子；

*T*-----温度，单位为摄氏度（℃）；

*G*-----电阻率的温度系数，单位为欧姆厘米每欧姆厘米摄氏度[Ω.cm/（Ω.cm.℃）]。

1. 23℃时的电阻率按公式（36）计算：

…………………………………………(38)

式中：

*ρ*23——温度23℃时的电阻率，单位为欧姆厘米（Ω·cm）；

*ρ*T——温度T时的电阻率，单位为欧姆厘米（Ω·cm）；

*F*T——温度T时的修正因子。

1. 精密度

在室温23 ℃，采用1500 Ω·cm以下的8根硅单晶锭分别在5个实验室进行循环试验，得到的精密度为±12%（3S%）；3500 Ω·cm左右硅单晶锭的精密度为±30%（3S%）。

1. 试验报告

试验报告应包括以下内容：

1. 样品的平均截面积及样品编号；
2. 测试设备说明；
3. 每个测试点距起始端面的距离；
4. 探针间距；
5. 测试温度；
6. 样品每个测试点的电阻率；
7. 测试标准编号及方法名称；
8. 测试者；
9. 测试日期。

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_