

Measuring Resistivity of Silicon Wafers with Four-Point Probe Method and Evaluation of Uncertainty in Measurement

Ying Gao, Lanlan Li

National Institute of Metrology, Beijing
Email: gaoying@nim.ac.cn, lill@nim.ac.cn

Received: Nov. 20th, 2019; accepted: Dec. 3rd, 2019; published: Dec. 10th, 2019

Abstract

Resistivity measuring instruments with four-point probe is widely used in semiconductor industry, and it is a common device for measuring resistivity of semiconductor materials. In this paper, the measurement conditions and applicable calculation formulas for different samples are briefly described, and the uncertainty evaluation of the precise measurement results of wafer is discussed in detail.

Keywords

Four-Point Probe, Resistivity, Uncertainty

直排四探针法测量硅片电阻率及不确定度评定

高 英, 李兰兰

中国计量科学研究院, 北京
Email: gaoying@nim.ac.cn, lill@nim.ac.cn

收稿日期: 2019年11月20日; 录用日期: 2019年12月3日; 发布日期: 2019年12月10日

摘 要

四探针电阻率测量仪广泛应用于半导体行业, 是测量半导体材料电阻率的常用设备。本文针对不同样品测量时应注意的测量条件、适用的计算公式做了简要的说明, 并对晶圆薄片的精密测量结果的不确定度评定做了比较详细的论述。

关键词

四探针, 电阻率, 不确定度

Copyright © 2019 by author(s) and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 经典直排四探针测试仪的基本原理

四探针测试仪是广泛用于测量半导体材料电阻率的一种设备[1]。它将位于同一直线上的等间距的四只探针置于被测样品表面, 该表面相对于直排四探针来说, 应可被视为平坦的近似半无穷大表面。在四探针外侧的两根探针上施加直流电流, 而内测的两根探针上的测得的电位差, 则被用来计算被测样品的电阻率。如果探针之间的间距为 S , 在无穷大表面上, 被测位置的电阻率 ρ ($\Omega\cdot\text{cm}$)可由下列式(1)计算得到[2]。

$$\rho = 2\pi S \frac{U}{I} \quad (1)$$

四探针测量装置的基本组成如图 1 所示。

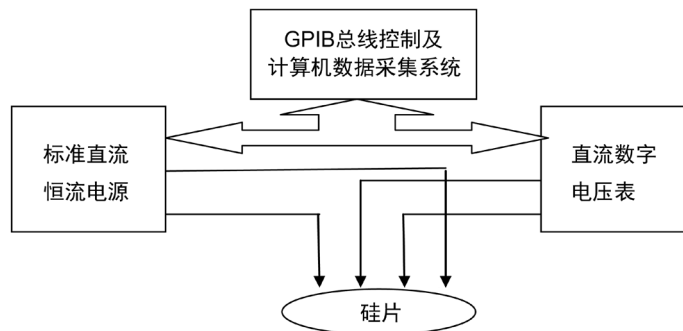


Figure 1. Schematic diagram of classical four-point probe instrument
图 1. 经典四探针测试仪原理图

由式(1)可知, 如果探针间距 S 被设定为 $1.59 \text{ mm} = 0.159 \text{ cm}$, 则 $2\pi S$ 近似为 1, 此时电阻率测量值可简化为电压和电流的比值 U/I , 单位为 $\Omega\cdot\text{cm}$ 。

当探针间距 S 不为 1.59 mm 而是 1.0 mm 时, 为了简化计算, 使用者往往把电流值设定为 $2\pi S$ 的倍数, 此时电压表上显示的电压读数乘以或除以相应的倍数, 即为实际电阻率测量值。

2. 四探针测试仪的实际应用

使用上述电阻率计算公式有个前提, 要求被测样品表面平坦且近似半无穷大, 厚度应在探针间距的 4 倍以上, 即用于大型硅块的体电阻率测量。而当用户使用四探针测量仪测量硅晶圆薄片电阻率时, 则应当对计算公式做必要的几何修正。除此之外, 在四探针电阻率测量仪实际使用过程中, 还有很多影响测量结果的因素应当考虑。

首先, 半导体硅材料电阻率具有明显的随温度变化特性。测量时必须知道被测样品的实际温度, 且选用测量电流值也应当以控制在不致引起热阻效应的范围内为原则。通常情况下, 选择合适的电流值,

使得在被测样品上获得的压降在 10 mV~12 mV 之间。在可能的条件下, 选择适当的电流, 使得到的电压在 9.95 mV~10.05 mV 最佳。

一般测量硅材料电阻率时的参考温度是 23℃, 如果室温或其他原因造成被测样品的实际温度异于此参考温度时, 可以用式(2)修正[3]。

$$\rho_{23} = \rho_T \times F_T \quad (2)$$

式(2)中: ρ_{23} 是修正到 23℃ 的电阻率, $\Omega \cdot \text{cm}$ 。

ρ_T 是实际温度 T 下测得的电阻率, $\Omega \cdot \text{cm}$ 。

F_T 是温度修正因子。

其中,

$$F_T = 1 - C_T (T - 23) \quad (3)$$

式(3)中: C_T 是可以从相关资料中查到的材料温度系数,

T 是被测样品的实际温度, $^{\circ}\text{C}$ 。

其次, 被测样品几乎都不可能是理想的半无穷大平面, 因此几何修正不可避免。一般来说, 样品的厚度及探针测量位置距样品边缘的距离均须大于探针间距 S 的 4 倍, 才能得到可靠的测量结果。实际情况比这个复杂得多, 因此, 针对样片厚度小于 4 倍 S , 直径从 10 倍 S 到近似半无穷大的情况, 都需要做相应的几何修正。相关修正系数在国际上的 SEMI 标准和国内的 GB 标准上都可以查表得到。

最后, 探针头对测量结果的影响也不能忽视。其必须满足四根探针应处于同一平面的一条直线上; 探针与被测样品应有良好的欧姆接触; 接触点应为半球形, 使电流入射状发散及汇拢, 且接触半径远远小于探针间距; 一般情况下, 要求针尖压痕直径在 20 μm ~100 μm 之间, 针尖压力在 1.8 N~2 N 之间。

满足上述基本条件的探针头, 其对测量结果带来的修正系数为:

$$F_{SP} = 1 + 1.082(1 - \bar{S}_2/\bar{S}) \quad (4)$$

$$\bar{S} = 1/3(\bar{S}_1 + \bar{S}_2 + \bar{S}_3)$$

式(4)中:

\bar{S} 是探针间距的平均值。

\bar{S}_1 、 \bar{S}_2 、 \bar{S}_3 分别是探针的三个间距的十次测量平均值。

所以, 实际的四探针装置测量硅单晶电阻率薄片的公式为:

$$\rho_{23} = \frac{\bar{V}}{I} \times W \times F(W/\bar{S}) \times F(\bar{S}/D) \times F_{SP} \times F_T \quad (5)$$

式(5)中: W 是样片的实际厚度值, cm 。

$F(W/\bar{S})$ 是厚度修正系数。

$F(\bar{S}/D)$ 是直径修正系数。

F_{SP} 是探针修正系数。

F_T 是温度修正系数。

从式(5)可以看出, 电阻率的测量结果和数字电压表、恒流源、环境温度、样片厚度及探针系数有关。

3. 电阻率测量结果的不确定度评定[4] [5]

我们用四探针电阻率测量装置对标称值为 0.01 $\Omega \cdot \text{cm}$, 实际值为 0.009461 $\Omega \cdot \text{cm}$ 的有证标准物质的测量为例, 对测量结果做不确定度分析。

- 1) 测量重复性引入的不确定度分量 u_A
 重复 10 次测量, 测量结果如表 1 所示:

Table 1. Measured resistivity values data
表 1. 测量的电阻率值

测量值($\Omega\cdot\text{cm}$)									
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
0.009462	0.009482	0.009476	0.009457	0.009444	0.009474	0.009458	0.009445	0.009482	0.009443

$$\text{平均值: } \bar{\rho} = \frac{1}{10} \times \sum_{k=1}^{10} \rho_k = 0.009462 \Omega \cdot \text{cm}$$

$$\text{使用贝塞尔公式计算单次标准偏差: } u(\rho) = \frac{1}{\sqrt{10-1}} \times \sqrt{\sum_{k=1}^{10} (\rho_k - \bar{\rho})^2} = 0.000016 \Omega \cdot \text{cm}$$

因为实际测量中, 采用 10 次测量的平均值作为测量结果, 因此测量重复性引入的不确定度分量:

$$u_A = u(\bar{\rho}) = \frac{u(\rho)}{\sqrt{10}} = \frac{1}{\sqrt{(10-1) \times 10}} \times \sqrt{\sum_{k=1}^{10} (\rho_k - \bar{\rho})^2} = 0.000005 \Omega \cdot \text{cm}$$

转换成相对不确定度表达形式:

$$u_A = \frac{0.000005}{0.009462} \times 100 = 0.053\%$$

由于 A 类分量包含了电子设备的短稳影响, 以及被测样品均匀性对标准方差的影响, 所以实际测量工作中, 对标准样片测量的统计结果, 该项分量最大可到 0.2%。

- 2) B 类不确定度分量 u_B

影响测量结果不确定度的 B 类分量包括: 数字电压表和恒流源的校准; 环境及样片本身的温度测量及修正; 测厚仪通过测量样片厚度传递过来的不确定度分量。由于这些分量互不相关, 灵敏系数分别为 1 和-1。

- a) 电子设备引入的分量 u_{B1}, u_{B2}

数字电压表和恒流源均可溯源到上一级标准。当我们使用设备校准证书上给出的误差加修正值使用时, 可以采用校准证书上的不确定度作为该项不确定度分量。

事实上, 数字表的短期稳定性带来的不确定性已经体现在 A 类分量里面了。这里讨论的是长稳对测量结果不确定度的影响。

Table 2. Nano voltmeter calibration data
表 2. 纳伏表校准数据

量程	标准值	显示值		$U, k=2$
		+	-	
10 mV	5.00000 mV	5.00004 mV	/	0.00007 mV
	10.00000 mV	10.00010 mV	10.00012 mV	0.00013 mV

从表 2 中看到, 测量实例 $0.01 \Omega\cdot\text{cm}$ 样片时所使用的 5 mV (实际为 3.3555 mV, 取小数点后 4 为有效数字)量程, 误差修正值几乎可以忽略不计。而不确定度分量:

$$u_{B1} = \frac{0.00007}{2 \times 5.00004} \times 100 = 0.0007\%$$

实际工作中大量使用的 10 mV 量程附近, u_{B1} 只有 0.00065%, 也可忽略。

Table 3. Constant current source calibration data

表 3. 恒流源校准数据

量程	输出值	实际值	$U, k=2$
100 mA	100.000 mA	99.994 mA	0.02%
20 mA	10.0000 mA	9.9997 mA	0.01%
2 mA	1.00000 mA	0.99990 mA	0.01%
200 μ A	100.000 μ A	99.996 μ A	0.01%
20 μ A	10.0000 μ A	9.9993 μ A	0.01%
2 μ A	1.0000 μ A	0.9999 μ A	0.02%
200 nA	100.00 nA	99.98 nA	0.1%
20 nA	10.000 nA	10.006 nA	0.1%

表 3 是恒流源的部分校准数据, 在测量实例 $0.01 \Omega \cdot \text{cm}$ 样片时所使用的 100 mA 档量程, 实际使用 100 mA 电流, 误差在 -0.006 mA , 同样对测量结果影响甚微, 可以忽略。

$$u_{B2} = \frac{0.02}{2} = 0.01\%$$

在实际应用中, 从 $0.001 \Omega \cdot \text{cm}$ 到 $1000 \Omega \cdot \text{cm}$ 测试时所用电流为 100 mA~1 μ A, 从表 3 可以看出, 此时 u_{B2} 在 0.01%~0.005% 之间。而在更高的电阻率范围内, u_{B2} 则为 0.05%

b) 温度变化带来的不确定度分量 u_{B3}

我们仍以导电类型为 P 型, 标称值为 $0.01 \Omega \cdot \text{cm}$, 实际值为 $0.009461 \Omega \cdot \text{cm}$ 的标准片校准结果为例。

从相关资料上可以查得, 该标准片的温度系数约为 $0.00035/^\circ\text{C}$ 。也就是说 $\Delta t = \pm 1^\circ\text{C}$ 时, 测量结果变化率为 $\pm 0.035\%$ 。也可以说灵敏系数为 $0.035\%/^\circ\text{C}$ 。

实际测量工作中, 由于使用了恒温水槽托盘控温技术, 且温度计经过了溯源, Δt 可以做到 $\pm 0.1^\circ\text{C}$ 。因此,

$$u_{B3} = 0.0035\%$$

不同电阻率的硅片, 温度系数不尽相同。在上述温控条件下, u_{B3} 最大可以到 0.083%。

c) 测厚仪传递的不确定度分量 u_{B4}

用晶片厚度测量仪测量 $600 \mu\text{m}$ 左右厚度的硅单晶标准样片。当测厚仪的最大允许误差为 $\pm 0.6 \mu\text{m}$ 时, 用六次测量的平均值作为测量结果, 温度效应等其它不确定度来源忽略不计。

$$T = \bar{x} + \Delta t_s$$

\bar{x} 为测厚仪的读数, 即测量结果。 Δt_s 为测厚仪的误差对测量结果的影响, 其数学期望值为零, 但需考虑其不确定度。

仍以上述标准片测量为例,

六次的测量结果为: $629.0 \mu\text{m}$ $628.9 \mu\text{m}$ $629.1 \mu\text{m}$
 $629.1 \mu\text{m}$ $629.0 \mu\text{m}$ $628.9 \mu\text{m}$

平均值: $\bar{x} = 629.0 \mu\text{m}$

$$\text{实验标准差: } s(\bar{x}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n(n-1)}} = 0.04 \mu\text{m}$$

故:

$$u_1(t) = u(\bar{x}) = s(\bar{x}) = 0.04 \mu\text{m}$$

测厚仪的最大允许误差为 $\pm 0.6 \mu\text{m}$ 。以矩形分布估计,

于是:

$$u_2(t) = \frac{0.6}{\sqrt{3}} = 0.346 \mu\text{m}$$

合成标准不确定度: $u_c = \sqrt{u_1^2 + u_2^2} = 0.348 \mu\text{m}$, 相对于 $629.0 \mu\text{m}$ 厚度的标准片, 其相对不确定度则为 $0.348/629 \times 100 = 0.055\%$

即: $u_{B4} = 0.055\%$

当样片厚度在 $500 \mu\text{m}$ 左右时, 此项分量约为 0.07% 。值得指出的是, 当测量方块电阻时, 由于不涉及厚度, 此项不确定度分量不存在。

d) 探针头引入的不确定度分量 u_{B5}

从式(4)看出, 探针修正系数与探针头平均间距 \bar{S} 和 2、3 探针平均间距 \bar{S}_2 有关。以实测样片时所用探针头为例, 其 \bar{S}_1 、 \bar{S}_2 、 \bar{S}_3 的标准差分别是 0.045% 、 0.04% 、 0.025% , 则 \bar{S} 的标准差为 0.065% 。

因此, $u_{B5} = 0.076\%$ 。

对实测标准片测量结果的合成标准不确定度:

$$\begin{aligned} u_c &= \sqrt{u_A^2 + u_{B1}^2 + u_{B2}^2 + u_{B3}^2 + u_{B4}^2 + u_{B5}^2} \\ &= \sqrt{0.053^2 + 0.0007^2 + 0.01^2 + 0.0035^2 + 0.055^2 + 0.076^2} \\ &= 0.11\% \end{aligned}$$

扩展不确定度:

按置信概率为 95% , 取 $k = 2$:

$$U = ku_c = 0.22\%$$

也可表示为 $U = 0.000021 \Omega \cdot \text{cm}$

实际测量结果:

中心电阻率: $0.009462 \Omega \cdot \text{cm}$ $U = 0.22\%$, $k = 2$

标准物质证书数据:

中心电阻率: $0.009461 \Omega \cdot \text{cm} \pm 0.000011 \Omega \cdot \text{cm}$

约可折算为: $U = 0.12\%$, $k = 2$ 。

通过以上实例分析可以看出, 四探针测量装置对测量结果不确定度的贡献为 B 类不确定度分量 u_B 。通常情况下, 按照测量电压在 10mV , 样品厚度在 $630 \mu\text{m}$ 左右计算, 温度修正系数在 0.166% (按 $\pm 0.2^\circ\text{C}$ 计算) 较为理想的实验室条件情况下, 四探针测量装置的不确定度分量:

$$\begin{aligned} u_B &= \sqrt{u_{B1}^2 + u_{B2}^2 + u_{B3}^2 + u_{B4}^2 + u_{B5}^2} \\ &= \sqrt{0.00065^2 + 0.01^2 + 0.166^2 + 0.055^2 + 0.076^2} \\ &= 0.19\% \end{aligned}$$

如果此时装置用于测量一般的硅单晶电阻率标准片, u_A 按照最大为 0.2% 计算, 则有:

$$\begin{aligned} u_{C_{\max}} &= \sqrt{u_A^2 + u_{B1}^2 + u_{B2}^2 + u_{B3}^2 + u_{B4}^2 + u_{B5}^2} \\ &= \sqrt{0.2^2 + 0.00065^2 + 0.01^2 + 0.166^2 + 0.055^2 + 0.076^2} \\ &= 0.28\% \end{aligned}$$

则, $U_{\max} = 0.6\%$, $k = 2$ 。

4. 结论

综上所述, 测量重复性、数字电压表和恒流源的校准、环境及被测样片本身的温度测量及修正、测厚仪通过测量样片厚度传递等因素都对电阻率测量的准确性及不确定度有影响。有关人员在使用四探针测试仪测量半导体材料电阻率时, 不仅要保证仪器本身的工作状态正常及溯源的有效性, 更要关注测量环境条件及辅助测量设备是否达到要求, 必要时做出正确合理的修正, 才能最终获得准确可靠的测量结果。

参考文献

- [1] 全国半导体设备和材料标准化技术委员会, 材料分会. 半导体材料标准汇编(2014 版) [M]. 北京: 中国标准出版社, 2014.
- [2] 半导体设备和材料国际组织中国标准化协会 SEMI 标准年鉴[M]. 北京: 中国标准出版社, 1987.
- [3] 刘玉岭, 等. 微电子技术工程[M]. 北京: 电子工业出版社, 2004.
- [4] 陈奕钦. 测量不确定度 93 国际指南应用实例[M]. 北京: 中国计量出版社, 1998.
- [5] 测量不确定度评定与表示指南[M]. 北京: 中国计量出版社, 1997.