

Мехонцева Г.И., Гонтарь Л.А., Терентьев Г.И.
mekhontseva.galina@yandex.ru

ОЦЕНКА ФАКТОРОВ, ВЛИЯЮЩИХ НА ИЗМЕРЕНИЕ УДЕЛЬНОГО ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО СОПРОТИВЛЕНИЯ МАТЕРИАЛА СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ КРЕМНИЯ МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО

Аннотация. При измерении удельного электрического сопротивления четырехзондовым методом необходимо брать во внимание факторы, которые вносят дополнительные отклонения от истинного значения. В данной работе оценены основные влияющие факторы для измерения пластин кремния монокристаллического диаметром 100 мм, а также выбраны поправочные коэффициенты и сделаны соответствующие выводы.

Ключевые слова: удельное электрическое сопротивление, четырехзондовый метод, кремний монокристаллический.

Annotation. When measuring the electrical resistivity of the four-probe method, it is necessary to take into account the factors that make an error in the final result. In this paper, the main influencing factors for the measurement of silicon wafers are estimated, correction factors are selected and appropriate conclusions are drawn.

Keywords: resistivity, four-probe method, monocrystalline silicon.

Монокристаллический кремний является основным материалом и для изготовления приборов силовой электроники – это мощные диоды, тиристоры, транзисторы, интегральные схемы. Они применяются при передаче электроэнергии на большие расстояния, в энергоёмких производствах, например, в металлургическом и химическом, в системах электропитания. Кремний широко применяется для производства фоточувствительных приборов, фотодиодов и фототранзисторов, разнообразных сенсорных устройств, прецизионных микромеханических систем.

Кремний монокристаллический является одним из важнейших материалов электронной техники. Создание средств метрологического обеспечения его выпуска и контроля технических характеристик является важной задачей. Одним из эффективных средств метрологического обеспечения являются стандартные образцы, с помощью которых проводят градуировку, поверку, калибровку средств измерений (СИ), контроль точности выполняемых измерений.

В настоящее время в стране активно ведутся работы по созданию комплекса стандартных образцов, аттестованных по объемному и слоевому (поверхностному) удельному электрическому сопротивлению на основе кремния

монокристаллического, предназначенных для поверки и калибровки СИ удельного электрического сопротивления (УЭС) четырехзондовым методом.

Удельное электрическое сопротивление кремния монокристаллического является важным параметром при приемке материала, неопределенность его измерения зависит от многих факторов: неопределенности в величинах диаметра, толщины образца (пластины), межзондового расстояния измерительного устройства, положения этого устройства на образце, фотопроводимости и фото ЭДС, типа электропроводимости, инжекции носителей заряда, неоднородности образца по величине УЭС, температуры.

Для получения более точных результатов измерения удельного электрического сопротивления (УЭС) необходимо знать и брать во внимание все факторы, которые могут внести вклад в погрешность.

В данной работе для исследований и аттестации в качестве материала стандартных образцов кремния были отобраны шесть образцов кремния монокристаллического диаметром 100 мм и толщиной от 420 мкм до 550 мкм. На четырехзондовой установке по измерению УЭС и УСЭС, принадлежащей ФГУП «УНИИМ» проведены измерения УЭС выбранных образцов, а также проведена оценка факторов, влияющих на измеряемую величину УЭС. Ниже приведены полученные результаты.

Колебания межзондовых расстояний вносят едва ли не самую существенную погрешность в результат измерений. Для оценки влияния неопределенности в межзондовом расстоянии на величину УЭС проведена калибровка межзондового расстояния зондовой головки № 429 измерительного устройства. Измерения проводили на микроскопе ИМЦ 150/Б. Результаты приведены в таблице 1.

Таблица 1– Определение действительных значений межзондовых расстояний

№	Результат измерений межзондового расстояния, мм										ср знач	СКО	Ua
1-2	1,009	1,012	0,994	1,003	1,002	1,004	1,001	0,999	1,005	1,009	1,0038	0,0053	0,0017
2-3	1,012	1,02	1,01	1,016	1,017	1,015	1,014	1,009	1,009	1,011	1,0133	0,0037	0,0012
3-4	0,997	1,006	0,99	0,987	0,998	0,984	0,991	0,998	0,996	0,994	0,9941	0,0063	0,0020

Для каждого межзондового расстояния определяли стандартное отклонение по формуле

$$S_L = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (L_{Mj} - \overline{L_{Mj}})^2}{n-1}}, \quad (1)$$

где S_L – стандартное отклонение повторяемости для межзондового расстояния, мм; n – количество измерений; L_{Mj} – j -е показание межзондового расстояния, измеренное с помощью микроскопа, мм.

Стандартную неопределенность измерений типа А для каждого межзондового расстояния, обусловленную повторяемостью результатов измерений, определяли по формуле

$$u_A = \frac{S_L}{\sqrt{n}}, \quad (2)$$

где n – количество измерений.

За стандартную неопределенность типа В приняли неопределенность линейных измерений микроскопа ИМЦ 150/Б. Бюджет неопределенности при определении межзондового расстояния приведен в таблице 2.

Таблица 2 – Бюджет неопределенности при определении действительных значений межзондовых расстояний

Наименование составляющей (источник неопределенности)	Стандартная неопределенность типа А (u_A), мм	Стандартная неопределенность типа В (u_B), мм	Вклад в суммарную стандартную неопределенность	Суммарная стандартная неопределенность u_C , мм	Расширенная стандартная неопределенность $U_{0,95}$, мм
Абсолютная погрешность микроскопа инструментального	-	0,002	0,0017	-	-
№1-2	0,0017	-	0,0017	0,0024	0,0048
№2-3	0,0012	-	0,0012	0,0021	0,0042
№3-4	0,0020	-	0,0020	0,0027	0,0053

Суммарную стандартную неопределенность при вычислении действительных значений межзондовых расстояний рассчитывают по формуле

$$u_C = \sqrt{u_M^2 + u_{SL}^2}, \quad (3)$$

$$u_M = \frac{\Delta}{\sqrt{3}}, \quad (4)$$

где Δ – абсолютная погрешность микроскопа инструментального, мм.

При коэффициенте охвата $k=2$, соответствующем уровню доверия 0,95 при предположении о нормальном распределении, расширенную неопределенность измерений определяют по формуле

$$U_{0,95L} = k * u_{cL} \quad (5)$$

Получено среднее межзондовое расстояние 1,004 мм с расширенной неопределенностью 0,004 мм при коэффициенте охвата $k=2$ при $P=0,95$.

Существенным фактором, влияющий на измерение удельного электрического сопротивления, является температура окружающей среды. Нормальными являются условия измерения при $T=23^{\circ}\text{C}$, но если такие условия не выполняются, то результат измерения необходимо привести к нормальной температуре с помощью формулы (6). При увеличении температуры, тепловые колебания узлов кристаллической решетки увеличиваются, а значит, удельное сопротивление также увеличивается. Существует такая величина как температурный коэффициент сопротивления (ТКС), который показывает насколько увеличивается, или уменьшается удельное сопротивление кремния монокристаллического при нагреве или охлаждении. Удельное сопротивление образцов при действительной температуре, отличной от 23°C , можно вычислить по формуле [3]

$$\rho_t = \rho(1 - C(t_2 - t_1)), \quad (6)$$

где ρ – удельное электрическое сопротивление, Ом*см; C – температурный коэффициент, представленный в таблице 3; t – номинальная температура в диапазоне $(23\pm 5)^{\circ}\text{C}$; ρ_t – удельное электрическое сопротивление при 23°C .

Значение коэффициента C в формуле (6) зависит от типа электропроводности образца. Определение типа электропроводности монокристаллических слитков кремния может проводиться:

- методом термозонда (термоэлектродвижущей силы);
- методом точно-контактного выпрямления.

Сущность метода определения типа электропроводности методом термозонда заключается в определении полярности термоЭДС, возникающей между нагретой и более холодной областями полупроводника, с помощью чувствительного нуль-индикатора. Градиент температуры создается локальным нагревом образца в результате прижима нагретого зонда.

На выбранных образцах кремния монокристаллического определен тип электропроводности. Для этого была собрана установка, реализующая метод термозонда по ГОСТ 19658-81. Зонд, нагретый до температуры не ниже 60°C , прижимали к поверхности образца, включенного в измерительную схему. В

качестве нуль-индикатора использовали гальванометр типа (необходимо, чтобы отклонение стрелки было не менее 30% от всей шкалы). На образцах с известным типом электропроводности определили направление отклонения стрелки гальванометра при n- и p-типах. Далее таким же образом определили тип электропроводности выбранных шести образцов.

Результаты измерения типа электропроводности образцов кремния монокристаллического и соответствующие им значения температурных коэффициентов, взятых из ГОСТ 24392-80, приведены в таблице 3.

Кремний монокристаллический имеет достаточно большой температурный коэффициент сопротивления. Температурный фактор становится особенно существенным, если в процессе измерений происходит нагрев образца. Чтобы это исключить необходимо выбирать величину тока, проходящего через образец, по возможности минимальным. Рекомендуется устанавливать такой ток, чтобы напряженность электрического поля в образце не превышала 1В/см. Так был подобран ток для каждого образца отдельно.

Таблица 3 – Результаты измерения типа электропроводности УЭС и соответствующие им значения температурных коэффициентов

№ образца	УЭС (ρ), Ом*см	Тип электропроводности	Температурный коэффициент
1	0,0364	p	0,008
2	3,74	p	0,008
3	3,91	n	0,008
4	31,83	n	0,008
5	36,94	n	0,008
6	36,37	n	0,001

На рисунке 1 можно наглядно увидеть, как отличается УЭС кремния монокристаллического измеренное при температуре 28°C от УЭС, приведенного к нормальной температуре.

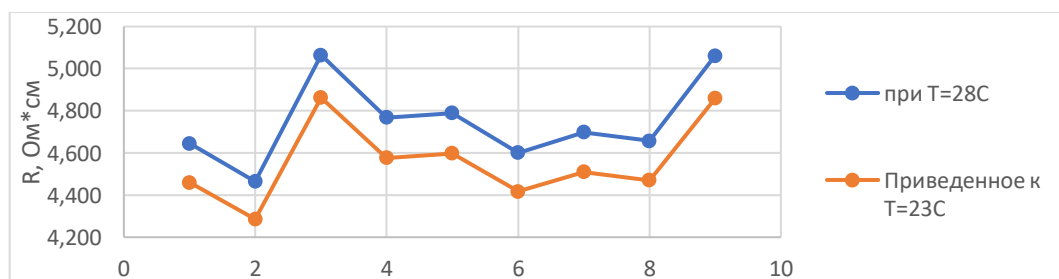


Рисунок 1 – Значения УЭС при разных температурах

Краевые эффекты негативно влияют на качество измерения УЭС образцов, так как они приводят к нарушению однородности материала. Особенно это заметно при измерении УЭС образцов на расстоянии меньше $5s$ от края. Если концентрация атомов примеси распределена равномерно по всему объему полупроводника, то и концентрация свободных носителей тока также распределена равномерно по всему объему. Такой полупроводник называют однородным. Полупроводник с неравномерным распределением примеси, а, следовательно, и с неравномерным распределением концентраций свободных носителей, называют неоднородным. В неоднородном полупроводнике возникают градиенты потенциалов (внутренние электрические поля) $\frac{d\varphi}{dx}$ и градиенты концентрации свободных носителей $\frac{dp}{dx}$ или $\frac{dn}{dx}$. Т.е. в неоднородном образце значения измеренного удельного сопротивления в нескольких точках будут разные, что существенно снижает качество образца.

Проверено влияние краевых эффектов на величину путем проведения пятикратных измерений УЭС образцов кремния монокристаллического в 19 точках от центра до края пластины диаметром 100 мм с шагом 5 мм как показано на рисунке 2.

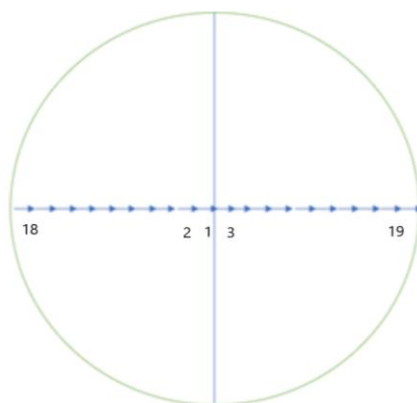


Рисунок 2 – Точки измерения УЭС пластин диаметром 100 мм

По результатам измерений УЭС образцов в 19 точках рассчитаны дисперсии по формуле

$$S_i^2 = \frac{1}{5-1} \sum_{i=1}^5 (\rho_{ij} - \bar{\rho}_i)^2, \quad (7)$$

$$\bar{x}_i = \frac{1}{5} \sum_{i=1}^5 \rho_{ij}, \quad (8)$$

где \bar{x}_i - среднее значение i -ой выборки; i – количество выборок ($i=1, \dots, 19$); m – объем выборки (количество измерений в точке);

Полученные дисперсии образцов проверены на воспроизводимость, т.е. на повторяемость в определенных пределах измерений с заданной вероятностью по критерию Кокрена по формуле

$$t = \max_{i=1, \dots, k} \frac{S_i^2}{\sum_{j=1}^k S_j^2}, \quad (9)$$

где k – независимые выборки ($\rho_{i1}, \dots, \rho_{in_i}; i=1, \dots, k$), $n_i=m$.

Если $t > C_{m_1, m_2; \alpha}$, при $m_1 = k$, $m_2 = m - 1$, то выборка является однородной. Критическое значение $C_{m_1, m_2; \alpha}$ находят по таблице [3]. В данном случае $C_{m_1, m_2; \alpha} = 0,1821$.

Ниже приведена таблица 4 с полученными результатами рассчитанных дисперсий измеренного УЭС образцов и проверенного критерия Кокрена, а также рисунок 3, который наглядно показывает отсутствие влияние краевого эффекта.

Таблица 4 – Определение влияния краевых эффектов

Точка измерения	№ образца					
	1	2	3	4	5	6
1	$2,77 \times 10^{-8}$	$1,19 \times 10^{-5}$	$5,27 \times 10^{-5}$	$8,03 \times 10^{-3}$	15,6	$7,53 \times 10^{-3}$
2	$4,79 \times 10^{-8}$	$5,17 \times 10^{-4}$	$5,54 \times 10^{-4}$	8,71	$3,29 \times 10^{-1}$	$5,78 \times 10^{-1}$
3	$1,09 \times 10^{-8}$	$1,07 \times 10^{-5}$	$1,20 \times 10^{-3}$	$1,13 \times 10^{-1}$	$2,94 \times 10^{-1}$	$1,09 \times 10^{-1}$
4	$1,87 \times 10^{-8}$	$9,40 \times 10^{-5}$	$3,24 \times 10^{-4}$	$5,37 \times 10^{-2}$	$2,43 \times 10^{-1}$	$8,38 \times 10^{-3}$
5	$2,55 \times 10^{-8}$	$7,84 \times 10^{-6}$	$2,20 \times 10^{-3}$	$5,49 \times 10^{-2}$	$1,84 \times 10^{-3}$	$3,75 \times 10^{-2}$
6	$1,90 \times 10^{-7}$	$1,41 \times 10^{-4}$	$3,20 \times 10^{-3}$	$3,42 \times 10^{-2}$	$6,70 \times 10^{-1}$	$5,77 \times 10^{-1}$
7	$7,81 \times 10^{-8}$	$1,42 \times 10^{-4}$	$3,40 \times 10^{-3}$	$2,06 \times 10^{-2}$	$8,26 \times 10^{-2}$	$1,42 \times 10^{-2}$
8	$6,60 \times 10^{-9}$	$1,75 \times 10^{-5}$	$3,97 \times 10^{-5}$	$4,35 \times 10^{-1}$	$1,16 \times 10^{-1}$	$2,31 \times 10^{-3}$
9	$1,60 \times 10^{-8}$	$4,97 \times 10^{-4}$	$3,43 \times 10^{-3}$	$1,73 \times 10^{-2}$	$3,48 \times 10^{-2}$	$1,58 \times 10^{-3}$
10	$1,18 \times 10^{-7}$	$2,50 \times 10^{-4}$	$5,09 \times 10^{-3}$	2,61	$3,88 \times 10^{-1}$	$6,31 \times 10^{-3}$
11	$2,55 \times 10^{-8}$	$7,77 \times 10^{-6}$	$5,27 \times 10^{-4}$	$2,03 \times 10^{-1}$	$5,70 \times 10^{-1}$	$5,39 \times 10^{-2}$
12	$1,35 \times 10^{-7}$	$7,26 \times 10^{-6}$	$9,67 \times 10^{-4}$	$9,85 \times 10^{-3}$	$7,37 \times 10^{-2}$	$4,50 \times 10^{-2}$
13	$2,27 \times 10^{-8}$	$2,03 \times 10^{-5}$	$2,82 \times 10^{-6}$	15,9	$2,58 \times 10^{-1}$	$2,35 \times 10^{-3}$
14	$4,81 \times 10^{-8}$	$7,54 \times 10^{-3}$	$2,06 \times 10^{-3}$	$2,41 \times 10^{-2}$	$1,11 \times 10^{-2}$	$1,58 \times 10^{-1}$
15	$6,65 \times 10^{-8}$	$1,69 \times 10^{-4}$	$5,34 \times 10^{-5}$	$7,41 \times 10^{-2}$	$1,90 \times 10^{-2}$	$4,54 \times 10^{-2}$
16	$2,06 \times 10^{-7}$	$7,66 \times 10^{-2}$	$9,45 \times 10^{-5}$	$6,25 \times 10^{-4}$	1,88×10	$2,41 \times 10^{-2}$
17	$7,56 \times 10^{-9}$	$5,04 \times 10^{-5}$	$6,51 \times 10^{-4}$	3,80×10	$4,59 \times 10^{-2}$	$3,97 \times 10^{-2}$
t	0,1813	0,1798	0,1801	0,182	0,1819	0,1999
Проверка гипотезы	О	О	О	О	О	О

Примечание: О – однородная выборка; Н – неоднородная выборка

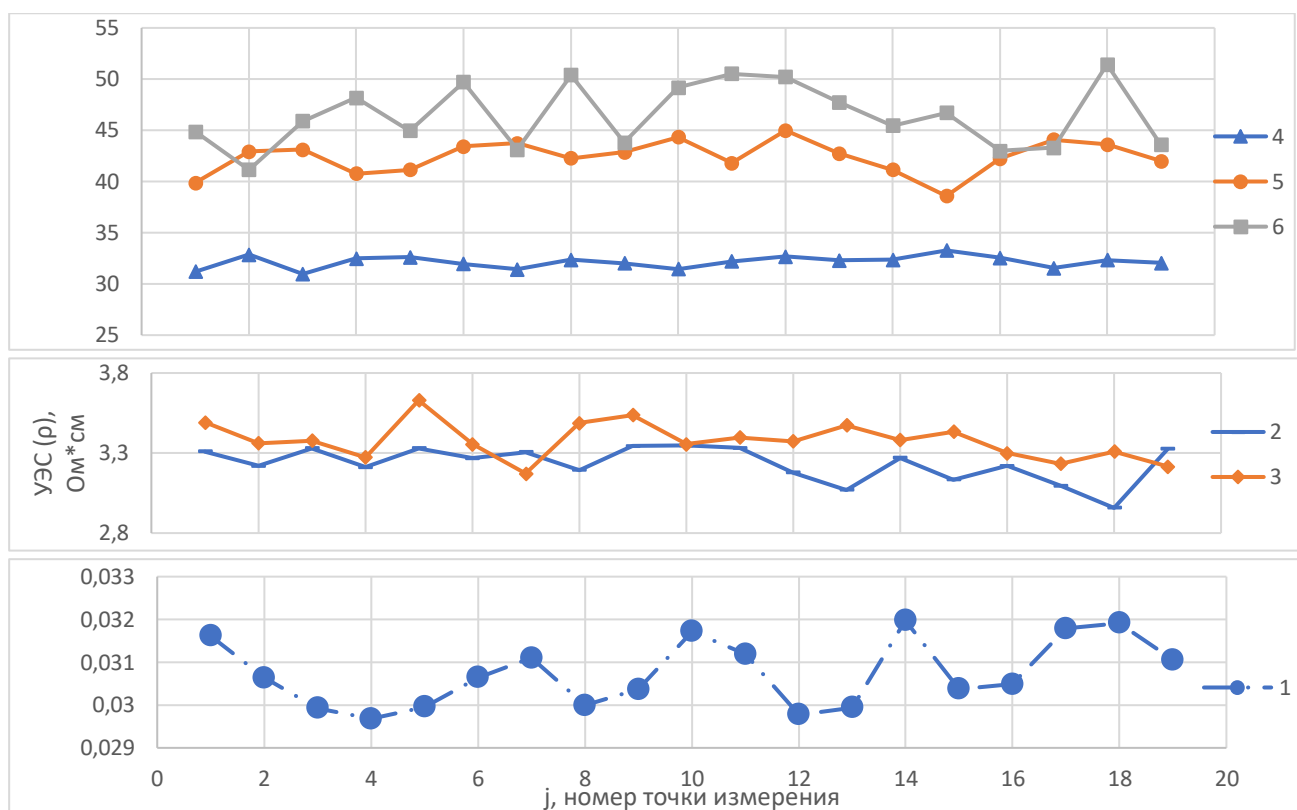


Рисунок 3 – УЭС образцов, измеренное в 19 точках

С вероятностью $P=0,95$ можно сказать, что значения дисперсий в точках 18 и 19, полученные при измерении УЭС показали, что они не принадлежат генеральной совокупности результатов измерений, поэтому для дальнейшего расчета неопределенности эти точки исключили.

С вероятностью $P=0,95$ можно сказать, что значения дисперсий в точках 1-17 всех образцов принадлежат генеральной совокупности. По критерию Кокрена образцы являются однородными.

Определение однородности образцов также проводят по ГОСТ 8.531-2002 [4].

Результаты измерений при оценивании характеристики однородности обрабатывают в следующем порядке.

Вычисляют средние арифметические значения всех $N*J$ результатов

$$\bar{X} = \sum_{n=1}^N \sum_{j=1}^J \frac{X_{nj}}{N*J} \quad (10)$$

и J результатов для каждой пробы

$$\bar{X}_n = \sum_{j=1}^J \frac{X_{nj}}{J} \quad (11)$$

Вычисляют суммы квадратов отклонений результатов измерений от средних значений для каждой пробы

$$SS_e = \sum_{n=1}^N \sum_{j=1}^J (X_{nj} - \bar{X}_n)^2 \quad (12)$$

и средних арифметических для каждой пробы от среднего арифметического всех результатов

$$SS_n = J * \sum_{n=1}^N (\bar{X}_n - \bar{X})^2 \quad (13)$$

Вычисляют средний квадрат отклонений результатов измерений от средних значений для каждой пробы

$$\overline{SS}_e = \frac{SS_e}{[N*(J-1)]} \quad (14)$$

и между пробами

$$\overline{SS}_n = \frac{SS_n}{N-1} \quad (15)$$

Характеристику однородности оценивают по формуле

$$S_n = (\overline{SS}_n - \overline{SS}_e)^{0,5} \quad (16)$$

Если $\overline{SS}_n < \overline{SS}_e$, то полагают

$$S_n = \left(\frac{1}{3}\right) * \sqrt{\overline{SS}_e} \quad (17)$$

По описанным выше формулам рассчитана характеристика неоднородности для шести образцов кремния монокристаллического.

Проанализировав таблицу 5, можно сделать вывод, что все образцы не превышают допустимую погрешность 5% согласно ГОСТ 19658-81 [1], а это значит, что образцы однородны. Для улучшения показателей погрешности далее образцы будут подвергнуты тщательной подготовке к измерениям.

Таблица 5 – Сводная таблица результатов расчета неоднородности стандартных образцов кремния монокристаллического по ГОСТ 8.531-2002

Метрологическая характеристика	Номер образца					
	1	2	3	4	5	6
X ср, Ом*см	0,0364	3,74	3,91	31,83	36,94	36,37
Sse, Ом*см	5,58E-06	1,063	0,104	9,23	271,12	10,45
SSн, Ом*см	5,52×10-5	1,066	1,194	32,24	292,97	99,79
Sse ср, Ом*см	6,20E-08	0,014	0,001	0,12	3,01	0,15
SSн ср, Ом*см	1,38×10-5	0,059	0,298	1,79	16,28	24,95
Sн, Ом*см	3,71E-03	0,039	0,545	1,29	3,64	4,98

Величина диаметра и межзондовое расстояние влияют на выбор коэффициента функции поправки $f(d/s)$, где d -диаметр образца, s – межзондовое расстояние. При величине диаметра образцов много большего межзондового расстояния измерительной головки ($d \gg 3s$) функция поправок $f(d/s)$ практически не отличается от 1 и поэтому может не учитываться.

Толщина образцов влияет на функцию поправок $g(w/s)$, где w -толщина образца. При толщине образца много меньшей расстояния между зондами ($w \ll s$) функция $f(w/s)$ близка к единице.

Значения поправочных коэффициентов, учитывающих отношения толщины образца к межзондовому расстоянию приведены в таблице 6.

Таблица 6 – Поправочные коэффициенты на толщину и межзондовое расстояние образцов

№ образца	1	2	3	4	5	6
$g(w/s)$	0,9994	0,9992	0,9994	0,9993	0,9993	0,9991

С учетом выявленных влияющих факторов на измерение УЭС и подобранных поправочных коэффициентов итоговая формула расчета УЭС имеет вид

$$\rho = \frac{U}{I} 2\pi s g\left(\frac{w}{s}\right) (1 - C(t_2 - t_1)) \quad (18)$$

В данной работе были исследованы факторы, влияющие на качество измерения удельного электрического сопротивления комплекта образцов кремния монокристаллического четырехзондовым методом. При измерении

очень важно брать во внимание описанные в работе факторы и использовать в расчетах поправочные коэффициенты для получения более точных результатов удельного электрического сопротивления.

Проведенная оценка факторов, влияющих на качество измерений, является необходимой, и послужит для получения более точных результатов измерений УЭС при аттестации выбранных пластин кремния в качестве стандартных образцов утвержденного типа категории государственного стандартного образца.

Библиографический список

1. ГОСТ 19658–81. Кремний монокристаллический в слитках. Технические условия (с изменениями № 1, 2) : дата введ. 1983–01–01. – Москва : Изд-во стандартов, 2001. – URL: <http://docs.cntd.ru/document/1200009238> (дата обращения: 13.08.2019).
2. Павлов Л. П. Методы определения основных параметров полупроводниковых материалов : учеб. пособие для вузов / Л. П. Павлов. – Мочква : Высшая школа, 1975. – 208 с.
3. ГОСТ 24392–80. Кремний и германий монокристаллический. Измерение удельного электрического сопротивления четырехзондовым методом: дата введ. 1981–01–01. – Москва : Изд-во стандартов, 2001. – URL: http://wiki-numbers.ru/gost_pdf/gost-24392-80 (дата обращения: 13.08.2019).
4. ГОСТ 8.531–2002 Стандартные образцы состава монолитных и дисперсных материалов. Способы оценивания однородности (с поправкой) : дата введ. 2003–03–01. – Москва : Изд-во стандартов, 2002. – URL: <http://docs.cntd.ru/document/1200030459> (дата обращения: 13.08.2019).