

团 体 标 准

T/CASA 019—2021

微纳米金属烧结体电阻率测试方法 四探针法

Test method for resistivity of micro and nano metal sintered compact:
four probe method

2021-11-01 发布

2021-12-01 实施

第三代半导体产业技术创新战略联盟 发布

目 次

前 言.....	III
引 言.....	IV
1 范围	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 方法原理.....	2
4.1 凯尔文电桥测试电路.....	2
4.2 电阻率计算方法	2
5 仪器要求.....	3
5.1 四探针测试仪器	3
5.2 尺寸测量仪器	4
6 样品制备.....	4
6.1 样品制备模具	4
6.2 样品要求	4
7 测试条件.....	4
8 测试步骤.....	5
9 报告	5
参考文献.....	6

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。

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这些专利的责任。

本文件由北京第三代半导体产业技术创新战略联盟标准化委员会（CASAS）制定发布，版权归 CASAS 所有，未经 CASAS 许可不得随意复制；其他机构采用本文件的技术内容制定标准需经 CASAS 允许；任何单位或个人引用本文件的内容需指明本文件的标准号。

本文件起草单位：北京半导体照明科技促进中心、南方科技大学、有研粉末新材料股份有限公司、北京康普锡威科技有限公司、上海贺利氏工业技术材料有限公司、国家纳米科学中心、广州四探针科技有限公司、哈尔滨理工大学、工业和信息化部电子第五研究所、中国科学院微电子研究所、复旦大学、深圳基本半导体有限公司、广东工业大学、西安交通大学、重庆大学、北京第三代半导体产业技术创新战略联盟、BOSCHMAN TECHNOLOGY。

本文件主要起草人：张国旗、叶怀宇、刘旭、张靖、张敬国、赵朝晖、梁明会、刘洋、王可、唐宏浩、周斌、樊嘉杰、刘盼、张凯、王来利、田天成、赵璐冰、高伟。

引 言

金属互连材料在半导体封装工业中占据关键地位。传统封装采用焊料合金互连，但其析出的金属间化合物导致互连层服役温度较低且脆性较高。作为最适合于第三代半导体模块封装的界面连接技术之一，以微纳米银、微纳米铜为代表的新型微纳米金属烧结互连技术具有组分单一、低工艺温度、高服役温度的优点，而且芯片连接件的可靠性也可以得到大幅提升，特别是微纳米金属烧结件的烧结层往往具有低电阻率、高导热性能，这也使其更加适合未来的高温、高功率密度应用。

电阻率是表示材料导电能力的关键物理量。作为材料的本征参数，电阻率与材料大小和形状无直接关系，如银电阻率为 $1.65 \times 10^{-6} \Omega \cdot \text{cm}$ ，铜电阻率为 $1.75 \times 10^{-6} \Omega \cdot \text{cm}$ 。对于微纳米金属烧结技术制备的烧结体的电阻率，一般情况下是对应金属体材料电阻率的数倍；采用不同材料、不同工艺下的微纳米金属烧结体，往往会形成微观下不同尺寸、不同数量、不同致密度的孔隙结构，从而影响其电阻率性能。

目前，新型的微纳米金属烧结技术尚属技术推广阶段，业内尚未对该技术制备的烧结体制定专门的电阻率测试方法标准。测试仪器品牌的不同，同时，样品规格、测试条件、测试步骤等的限定各有不同，这使得行业内无法高效可靠的对不同烧结膏体的电性能进行统一的比较。因此，有必要根据实际需求，尽快制定相应关键性能参数的术语标准和测试标准。

本文件采用了与 T/CASA020《微纳米金属烧结体热导率试验方法：闪光法》统一尺寸的样品，并以凯尔文电桥原理的四探针法测定，避免测量中引线电阻、接触电阻的干扰，以保证微纳金属烧结体的小电阻率测量值情况下的准确性、可对比性。

微纳米金属烧结体电阻率测试方法 四探针法

1 范围

本文件规定了第三代半导体器件封装用微纳米金属烧结体的电阻率测试方法。

本文件适用于第三代半导体器件封装用微纳米金属烧结体的电阻率测试评价；此烧结体不包含烧结体的被连接件（如芯片）、连接基体。

本方法适用于直径大于探针间距 10 倍、厚度小于探针间距 4 倍的微纳米金属烧结体圆形样品体积电阻率的测试，不适用于薄膜样品方块电阻的测试。

2 规范性引用文件

本文件没有规范性引用文件。

3 术语和定义

T/CASA 017 中界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

烧结体 as-sintered compact

封装烧结材料在不含被连接件连接基体情况下，单独完成烧结工艺后形成的部件结构。

3.2

电阻率 resistivity

表示烧结体电阻特性的物理量。

3.3

测试样品 testing sample

用于微纳米金属烧结体电阻率测试试验的样品，具有特定的样品尺寸。

3.4

样品直径 sample diameter

测试样品的平均直径。

3.5

样品厚度 sample thickness

测试样品的平均厚度，也是样品正面到样品背面的平均距离。

3.6

探针 probe

用来连接测试样品与测试仪器的一种测试针，一般用钨、碳化钨、高速钢等材料制成。

3.7

探针间距 probe spacing

相邻探针之间的距离。

3.8

凯尔文电桥 kelvin bridge

为双臂电桥，测量电阻时有四个触电，称为四触点法。一般用于测量较低阻值的电阻。

[来源：GB/T 351—2019, 3.8]

3.9

惠斯登电桥 wheatstone bridge

为单臂电桥，测量电阻时有两个触电，称为两触点法。一般用于测量较高阻值的电阻。

[来源：GB/T 351—2019, 3.9]

4 方法原理

4.1 凯尔文电桥测试电路

在使用惠斯登电桥测量电阻样品时，引线电阻和接触电阻的量级大约 $10^{-2} \sim 10^{-4} \Omega$ ；对于具有很小电阻率的微纳米金属烧结体来讲已经不可忽略，否则的话，往往导致测量结果误差非常大。改进办法是将电路接法由两触点法的单臂电桥改为四触点法的双臂电桥，即凯尔文电桥。

凯尔文电桥原理如图 1 所示，其中 R 为待测电阻， R_t 为测量线缆的电阻。首先通过一个激励电流源给待测电阻 R 通入一个恒定电流 I_1 ；然后再测量电阻 R 上的电压，根据欧姆定律就可以计算出待测电阻值。

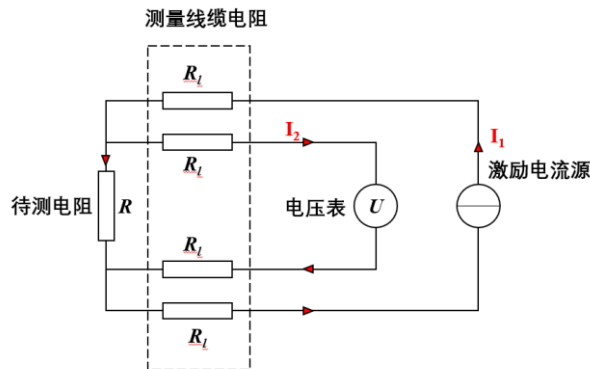


图 1 凯尔文电桥测电阻原理图

该方法测量精度高的原因如下：测量回路是电压表，阻抗很高，回路电流 I_2 基本为 0。激励源电流 I_1 基本没有任何分流，只要电流源和电压表足够精确，计算出的电阻值也是准确的。

一般情况下，样品电阻小于 10Ω 时，采用凯尔文电桥；样品电阻不小于 10Ω 时，采用惠斯登电桥。本文件选用凯尔文电桥。

4.2 电阻率计算方法

直线四探针测试是指将四根排成一条直线且等间距的探针以一定的压力垂直地压在被测样品表面上，如图 2 所示，将直流电流 I 在两外侧探针（1、4）间通入试样，测量内侧两探针（2、3）间产生的

电势差 V 。

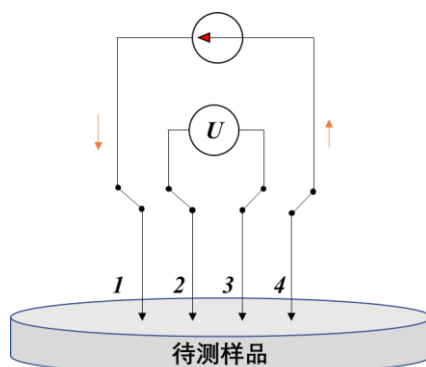


图2 直线四探针测量法示意图

样品电阻率可由公式 (1) 计算得到:

$$\rho = \frac{V}{I} \times F_{(D/S)} \times F_{(W/S)} \times W \times F_{sp} \dots \dots \dots (1)$$

式中:

I —— 探针 (1、4) 流过的电流值;

V —— 探针 (2、3) 间测得的电压值;

D —— 样品直径, 单位: mm;

S —— 探针间距, 单位: mm;

W —— 样品厚度, 单位: mm;

$F_{(D/S)}$ —— 样品直径修正因子;

$F_{(W/S)}$ —— 样品厚度修正因子;

F_{sp} —— 探针间距修正系数, 由探针供应商提供。

针对本文件中要求的直径大于探针间距 10 倍、厚度小于探针间距 4 倍的微纳米金属烧结体圆形样品, 样品直径 D 相较于探针间距可视为无穷大, $F_{(D/S)} = 4.532$; 当 $W/S < 0.4$ 时, $F_{(W/S)} = 1$; 公式 (1) 简化的公式 (2) 如下所示:

$$\rho = 4.532 \times \frac{V}{I} \times W \times F_{sp} \dots \dots \dots (2)$$

5 仪器要求

5.1 四探针测试仪器

仪器由主机、样品台、探针、探针架、计算机等部分组成。

主机包含恒流源、电流换向开关、标准电阻、数字电压表。(1) 恒流源的电流范围为 100 mA - 10000 mA, 纹波系数不大于 $\pm 0.1\%$, 稳定度优于 $\pm 0.05\%$; (2) 数字电压表的电压表测量范围 2 mV - 20 mV, 分辨率为 $\pm 0.005\%$ ($4^{1/2}$ 有位效数字), 输入阻抗大于 106 倍样电阻率; (3) 测量数据既可由主机直接显示, 亦可由计算机控制测试采集测试数据到计算机中加以分析, 然后以表格、图形方式统计分析显示测试结果。

探针头使用钨、碳化钨、高速钢等金属制成，针尖呈圆锥形，夹角为 $45^{\circ} \sim 150^{\circ}$ ，尖端初始标称半径为 $25 \sim 50 \mu\text{m}$ ；每根探针压力为 $1.75 \pm 0.25 \text{ N} \sim 4.0 \pm 0.25 \text{ N}$ ；绝缘性方面，每探针包括连接弹赛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 $10^9 \Omega$ ；探针尖端应成等间距直线排列，探针间距应为 $1 \text{ mm} \pm 0.01 \text{ mm}$ 。

探针架和样品台用于固定探针和样品，通过操纵杆能使探针几乎无横向移动地下降到样品表面

5.2 尺寸测量仪器

千分尺或游标卡尺，分辨率优于 $\pm 0.05 \text{ mm}$ 。

6 样品制备

6.1 样品制备模具

样品制备模具分为底座、模具挖孔件、压头三级结构，如图 3 所示。其中，模具挖孔件和底座可安装固定为模具主体，在烧结工艺前将烧结材料装入模具主体中，将压头放入挖孔件的孔内压实烧结材料。在有压烧结过程中，通过模具压头施加压力向测试样品提供压力辅助。在无压烧结过程中，可不带压头直接烧结。

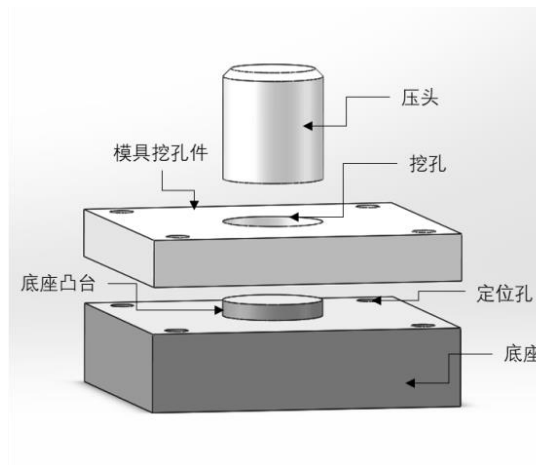


图 3 样品制备模具示意图

6.2 样品要求

圆形样品应满足其直径大于探针间距 10 倍、且厚度小于探针间距 4 倍；样品直径为 12.7 mm ，厚度不大于 1 mm ；样品表面应平整且平行误差在厚度的 0.5% 以内，不允许有任何表面缺陷（砂眼、划痕、条纹）。

7 测试条件

- a) 试验温度应在 $23 \pm 2^{\circ}\text{C}$ ，湿度应保持在 $50 \sim 70\%$ ，无高频干扰；
- b) 试样数量应为 5 个以上。

8 测试步骤

- a) 将试样清洗干净，干燥；
- b) 使用游标卡尺或千分尺测量样品厚度、直径。每个样品测量至少三次，取平均值；
- c) 放置样品于测试台中心；
- d) 开启测试主机、计算机，打开测试程序；
- e) 操作探针台，压下四探针头，使四探针以正常压力压在严格固定的样品上表面，每一探针尖距离试样边缘的最近距离至少为平均探针间距的 4 倍；
- f) 估计测试样品的测量范围，确定测试的电流量程 I ；如无法确定，可先选择一个较小电流初始值测量电阻，然后再将初始值增大 40 % 再次测量，若两次测量电阻值变化量超过初次电阻值的 0.06 %，则认为电流过大，试验无效，应选择更小电流；
- g) 开始测试，让电流在任一方向（标之为正向）流入待测样品，测量内侧两探针的电势差 V ；
- h) 改变电流方向，重复上述测量步骤。（为进一步消除由于接触电势和热电势引起的测量误差，应使电流正向、反向各测一次；
- i) 关闭电流源，提起探针；
- j) 根据公式计算待测样品正向、反向电阻率值；
- k) 计算正向、反向测量值的平均值；
- l) 同一样品反复测量至少 5 次，计算多次算数平均值和标准差。

9 报告

报告至少应包含以下内容：

- a) 测试试验名称；
- b) 测试人员、测试单位、测试日期等基本信息；
- c) 仪器型号、测试温度、测试条件、检测点位置等测试信息；
- d) 样品名称、规格和编号、样品特征备注等；
- e) 样品状态描述，包括样品直径、厚度及测量误差等；
- f) 送样单位和送样日期；
- g) 测量结果，包括电阻率、平均数、标准差等。

参 考 文 献

- [1] GB/T 351-2019 金属材料电阻率测量方法
 - [2] GB/T 1552-1995 硅、锗单晶电阻率测定直排四探针法
 - [3] GB/T 26074-2010 锗单晶电阻率直流四探针测量方法
-

