

ICS 29.045
H 80



中华人民共和国国家标准

GB/T 24575—2009

GB/T 24575—2009

硅和外延片表面 Na、Al、K 和 Fe 的 二次离子质谱检测方法

Test method for measuring surface sodium, aluminum, potassium,
and iron on silicon and epi substrates by secondary ion mass spectrometry

中华人民共和国
国家标准
硅和外延片表面 Na、Al、K 和 Fe 的
二次离子质谱检测方法
GB/T 24575—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 0.75 字数 15 千字
2010 年 1 月第一版 2010 年 1 月第一次印刷

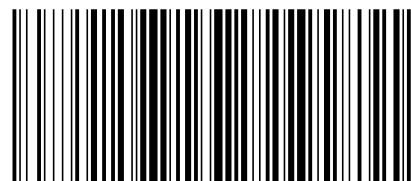
*

书号: 155066·1-39579 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 24575—2009

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

附录 A
(资料性附录)

SEMI MF 1617-0304 中的精度和偏差

A.1 精度

表 A.1、表 A.2、表 A.3 汇总了来自 10 个实验室,4 个样品的交叉循环检测的统计数据。每个实验室所用的都是一块表面含有²³Na,²⁷Al,³⁹K 的旋转涂膜沾污参考样品。测试结果在其各自的标准偏差 S_r , S_R 的 2.8 倍范围内的重复率 r 和再现率 R 均是 95%。

A.1.1 为了确定表面 Fe 的测量精度,对取自同一 Fe 沾污硅片的一组样品进行了 SIMS 测试。用到两台测试仪器:CAMECA IMS 3f 和 CAMECA IMS 4f。所有的测试均采用 3 keV 的氧离子束,并开启氧淹没,整个测试历经一年。在 CAMECA IMS 3f 仪器上进行了 23 次测试,得到的 Fe 平均测量值为 1.51×10^{11} atoms/cm²,标准偏差为 0.148×10^{11} atoms/cm²。在 CAMECA IMS 4f 仪器上进行了 20 次测试,得到的 Fe 平均测量值为 1.71×10^{11} atoms/cm²,标准偏差为 0.188×10^{11} atoms/cm²。

A.2 偏差

因为没有被认可的绝对标准浓度值,所以不能估算出绝对标准偏差。只是作为比较,VPD/AAS 法对样品中 Na,Al,K,Fe 的测试结果也列入表 A.1、表 A.2、表 A.3 中。

表 A.1 对 Na 测试结果的总结统计

样品编号	VPD/AAS 10 ¹⁰ atoms/cm ²	X-Bar 10 ¹⁰ atoms/cm ²	S_r	S_R	r	R
A	10~15	10.68	2.240	2.791	6.273	7.816
B	29~32	33.64	3.339	4.931	9.348	13.81
C	115~121	112.1	16.19	19.79	45.32	55.41
E	0.6~4	0.665	0.359	0.861	1.005	2.410

表 A.2 对 Al 测试结果的总结统计

样品编号	VPD/AAS 10 ¹⁰ atoms/cm ²	X-Bar 10 ¹⁰ atoms/cm ²	S_r	S_R	r	R
A	3	3.504	0.686 5	1.107	1.922	3.100
B	7~8	9.425	0.768 4	2.239	2.152	6.269
C	22~25	28.80	2.298	6.107	6.634	17.10
E	未测	0.795	0.390	0.760	1.093	2.218

表 A.3 对 K 测试结果的总结统计

样品编号	VPD/AAS 10 ¹⁰ atoms/cm ²	X-Bar 10 ¹⁰ atoms/cm ²	S_r	S_R	r	R
A	7~8	7.829	1.642	2.761	4.596	7.731
B	22~23	24.11	3.607	5.943	10.10	16.64
C	92	82.37	12.77	19.63	35.74	54.97
E	0.1~2	0.407	0.162	0.344	0.454	0.965

前言

本标准修改采用 SEMI MF 1617-0304《二次离子质谱法测定硅和硅外延衬底表面上钠、铝和钾》。本标准对 SEMI MF 1617-0304 格式进行了相应调整。为了方便比较,在资料性附录 B 中列出了本标准章条和 SEMI MF 1617-0304 章条对照一览表。并对 SEMI 1617-0304 条款的修改处用垂直单线标识在它们所涉及的条款的页边空白处。

本标准与 SEMI MF 1617-0304 相比,主要技术差异如下:

——去掉了“目的”、“关键词”。

——将实际测试得到的单一试验室的精密度结果代替原标准中的精度和偏差部分,并将原标准中的精度和偏差部分作为资料性附录 A。

本标准的附录 A 和附录 B 为资料性附录。

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:何友琴、马农农、丁丽。

8 操作步骤

8.1 样品装载和 SIMS 仪器设置

8.1.1 将每个样品(未知样品,参考样品,空白样品)切割成小块以适合放入样品架。参考样品中必须含有²³Na,²⁷Al,³⁹K,⁵⁶Fe(或者⁵⁴Fe)元素,或者有多个参考样品,每个参考样品含有这些元素中的一个或多个。做这些准备时应尽量减少样品表面的金属污染。

8.1.2 将样品装入 SIMS 样品架。

8.1.3 将样品架送入 SIMS 仪器的样品室。

8.1.4 按仪器的说明书开启仪器。

8.1.5 设定合适的分析条件,其中应当含有消除分子离子的质量干扰的方法。

8.1.5.1 选择一次离子束流,一次束的扫描面积和二次离子质谱仪的传输方式,以获得合适的溅射速率(小于 0.015 nm/s)。

8.1.5.2 选择合适的质谱仪条件,以保证最大的二次离子计数率时,使死时间损失低于 10%。

8.1.6 确保分析条件合适,能够同时满足已知浓度的参考样品和空白样品的测试要求。

8.1.6.1 确保分析溅射速率满足:在剖析过程中,在每溅射 0.2 nm 深度的时间内,对每个被监控的元素计数大于等于一次。

8.1.6.2 在使用氧喷射时,为了确定氧气泄漏压力是否合适,需对某一样品做深度剖析,监测主元素的二次离子产额在前 10 nm 的稳定性(变化应在 20%内)。在一个典型的样品上进行这种确认实验时,采用的溅射速率与表面金属杂质测试时使用的溅射速率相同。如果离子产额有显著变化,每次 2 倍地增加氧泄漏的压力,直到能确保其稳定。

8.1.6.3 根据使用的仪器和实际测试的要求,确定在测试过程中用到的各个检测器之间的效率比(例如,电子倍增器和法拉第杯检测器),这可以通过对适当强度常用二次离子信号做比对测量(将死时间损耗降到最低)来实现。这里使用的二次离子计数率可以与做分析时所用的计数率不同,此时的溅射速率与分析时可能不同。

8.2 样品分析

8.2.1 对中一次离子束,运行 SIMS 仪器控制软件,开始 SIMS 剖析。样品表面不管有没有自然氧化层,在溅射的过程中,由沾污产生的²³Na,²⁷Al,³⁹K,⁵⁶Fe 离子信号强度在深度剖析的第一个纳米内达到最大值,然后单调递减。如果得不到这种通常的深度剖析形状,在样品的另一个新位置重新测试。

8.2.2 当杂质的信号达到如下任一种情况时:(1)杂质信号至少降到最大信号的 1%以下,(2)达到恒定的背景计数率,就转而测量并记录主元素 Si 在合适探测器上的计数率。

8.2.3 测量分析条件下的溅射速率。使用探针轮廓仪或类似设备来测量 SIMS 分析溅射坑的深度,然后结合已记录的消耗时间得到溅射速率。如果分析坑太浅,无法用现有设备测量,则对先前标定过深度的参考样品进行重新测试以测定溅射速率。

8.2.4 用与测试未知样品相同的条件测试空白样品。

9 结果计算

9.1 基体中某个目标杂质元素的 RSF,可以通过 SIMS 剖析一个已知该杂质面浓度的参考样品得到,采用式(1)计算:

$$RSF = \frac{D \cdot N \cdot I_m \cdot t}{d \cdot (SI_i - I_b \cdot N)} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

RSF——相对灵敏度因子,单位为原子数每立方厘米(atoms/cm³);

D——杂质的面密度,单位为原子数每平方厘米(atoms/cm²);

硅和外延片表面 Na、Al、K 和 Fe 的二次离子质谱检测方法

1 范围

1.1 本标准规定了硅和外延片表面 Na、Al、K 和 Fe 的二次离子质谱检测方法。本标准适用于用二次离子质谱法(SIMS)检测镜面抛光单晶硅片和外延片表面的 Na、Al、K 和 Fe 每种金属总量。本标准测试的是每种金属的总量,因此该方法与各金属的化学和电学特性无关。

1.2 本标准适用于所有掺杂种类和掺杂浓度的硅片。

1.3 本标准特别适用于位于晶片表面约 5 nm 深度内的表面金属沾污的测试。

1.4 本标准适用于面密度范围在(10⁹~10¹⁴)atoms/cm² 的 Na、Al、K 和 Fe 的测试。本方法的检测限取决于空白值或计数率极限,因仪器的不同而不同。

1.5 本测试方法是对以下测试方法的补充:

1.5.1 全反射 X 射线荧光光谱仪(TXRF),其能够检测表面的原子序数 Z 较高的金属,如 Fe,但对 Na、Al、K 没有足够低的检测限(<10¹¹ atoms/cm²)。

1.5.2 对表面的金属进行气相分解(VPD),然后用原子吸收光谱仪(AAS)或电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS)测试分解后的产物,金属的检测限为(10⁸~10¹⁰)atoms/cm²。但是该方法不能提供空间分布信息,并且金属的气相分解预先浓缩与每种金属的化学特性有关。

2 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。

ASTM E122 评价一批产品或一个工艺过程质量的样品大小的选择规程

ASTM E673 表面分析的相关术语

3 术语和定义

ASTM E673 确立的术语和定义适用于本标准。

4 试验方法概要

4.1 将镜面抛光硅单晶片样品装入样品架,并将样品架送入 SIMS 仪器的分析室。

4.2 用一次氧离子束,通常是 O₂⁺,以小于 0.015 nm/s(0.9 nm/min)的溅射速率轰击每个样品表面。

4.3 分析面积因仪器的不同而不同,范围从 100 μm×100 μm 到 1 mm×1 mm。

4.4 因仪器的不同,将氧气分子喷射或泄漏使其集中在分析区域内。

4.5 正的二次离子²³Na,²⁷Al,³⁹K,⁵⁴Fe 经过质谱仪质量分析,被电子倍增器(EM)或者同样高灵敏度的离子探测器检测,二次离子计数强度是时间的函数,测试一直持续到计数强度降低到背景水平或者到各元素开始强度的 1%时为止。仪器必须能够将元素离子信号从分子干扰中分离出来。

4.6 检测空白硅样品以确定检测限,分子离子干扰、仪器背景、计数率极限都可能造成检测限升高。分析过程中或测试结束时, Si 的基体元素(²⁸Si、²⁹Si 或者³⁰Si)的正二次离子计数率由法拉第杯(FC)或其