



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 19444—XXXX

代替GB/T 19444-2004

## 硅片氧沉淀特性的测 定 间隙氧含量减少法

Test method for oxygen precipitation characteristics of silicon wafers

by measurement of interstitial oxygen reduction

(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

国家市场监督管理总局  
国家标准化管理委员会 发布



## 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 19444-2004《硅片氧沉淀特性测定-间隙氧含量减少法》与原标准 GB/T 19444-2004 对比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- a) 在范围中增加“可适用于室温电阻率大于  $0.5 \Omega \cdot \text{cm}$  的 p 型硅单晶片及室温电阻率大于  $0.1 \Omega \cdot \text{cm}$  的 n 型硅单晶 CZ 硅单晶片，其厚度、电阻率和表面光洁度可允许通过红外吸收来测定氧浓度，其氧浓度可产生可测量的氧损失”；
- b) 在规范性引用文件中删除了“GB/T 14143 300~900  $\mu\text{m}$  硅片间隙氧含量红外吸收测量方法”。
- c) 在规范性引用文件中增加了“GB/T 14264 半导体材料术语”和“GB/T 4058 硅抛光片氧化诱生缺陷的检验方法”；
- d) 增加了“术语和定义”“3.1 氧沉淀”“3.2 氧还原”“3.3 傅里叶变换红外光谱仪”；
- e) 增加了“干扰因素”；
- f) 删除原标准条款“试剂与气体”；增加“6 试剂或材料”；
- g) 在仪器设备中增加“7.4 腐蚀机或抛光机”、“7.5 氮气吹扫装置”、“7.6 激光刻字机”“7.7 厚度测试仪”；
- h) 增加了测试环境条件（见第 8 章）；
- i) 修改制备中试验片氧含量范围，原“氧含量每  $0.5 \times 10^6 \text{Pa}$  间隔范围”修改为“氧含量每 0.5ppma（IC0-88）间隔范围”（见 9.1）；
- j) 对原标准中“试验用硅片必须满足测试要求的厚度、电阻率及表面状态”进行具体的定义，修改后的内容见 9.2、9.3、9.4、9.5。
- k) 修改试验步骤中的样块清洗、烘干及储存要求（见 10.2.1、10.2.2）
- l) 修改实验步骤中表 2 硅片氧沉淀热处理试验工艺中气体流量的技术指标（见 10.2.3）；
- m) 在步骤中增加 9.3.1“每个最终氧浓度记录在与初始氧浓度相同的数据表上。建议的表格格式“表一”；
- n) 对原“8.2 硅片样品原始氧含量相近时”和原“8.3 各组硅片样品原始氧含量范围较宽时”进行修改，修改后内容见 11.2.1.1。
- o) 在测量结果计算中增加 10.2.2.4“每组测试的平均氧减少量与平均初始氧浓度的曲线示例（图一）”。

本文件由全国半导体设备和材料标准化技术委员会（SAC/TC 203）与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（SAC/TC 203/SC/2）共同提出并归口。

本文件起草单位：麦斯克电子材料股份有限公司、……

本文件主要起草人：方丽霞等

本文件的历年版本发布情况为：

——GB/T 19444-2004；

——本次为第1次修订。



# 硅片氧沉淀特性的测定-间隙氧含量减少法

## 1 范围

本文件描述了由测量硅片间隙氧含量的减少量来检验硅片氧沉淀特性的方法原理、取样规则、热处理程序、试验步骤、数据计算等内容。本文件用于定性比较两批或多批集成电路用样品间隙氧沉淀特性。

本文件可适用于室温电阻率大于  $0.1 \Omega \cdot \text{cm}$  的 N 型硅单晶和室温电阻率大于  $0.5 \Omega \cdot \text{cm}$  的 P 型 CZ 硅单晶片，其厚度、电阻率和表面光洁度可允许通过红外吸收来测定氧浓度，其氧浓度可产生可测量的氧损失。

## 2 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。凡是注日期的引用文件，仅注日期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 14264 半导体材料术语

GB/T 1557 硅晶体中间隙氧含量的红外吸收测量方法

GB/T 14144 硅晶体中间隙氧含量径向变化测量方法

GB/T 4058 硅抛光片氧化诱生缺陷的检验方法

## 3 术语和定义

GB/T 14264和ASTM E131界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

#### 氧沉淀 Oxygen precipitation

氧沉淀是在直拉单晶生长作为杂质存在于晶格之间的氧原子，在热生产历史或在后期的加热阶段，与硅反应而产生的氧化硅沉积物。

### 3.2

#### 氧还原 Oxygen Reduction

测量未经热处理的硅单晶样品间隙氧含量，称为原始氧含量。经过氧沉淀热处理试验工艺的硅单晶样品间隙氧含量，称为最终氧含量。用相应的初始氧浓度值减去最终氧浓度值，减少的氧含量值为氧还原。

### 3.3

#### 傅里叶变换红外光谱仪 Fourier transform infrared (FTIR) spectrometer

一种通过傅里叶变换将由干涉仪获得的干涉图转换为振幅-波数（或波长）光谱图来获取数据的红外光谱仪。

## 4 方法原理

按照制作集成电路的热循环过程,对样品作模拟热处理。用红外吸收的方法,测量样品热处理前和热处理后的间隙氧含量,其差值视为间隙氧发生沉淀的量。沉淀量的大小变化与样品原始氧及其他杂质含量、缺陷、热处理过程有关,并称为样品间隙氧的沉淀特性。

## 5 干扰因素

5.1 影响红外吸收测量的各种因素(包括背表面条件、仪器特性、晶片电阻率的差异)都可能导致氧还原测定的误差。

5.1.1 本标准中规定的方法不可以直接测试多晶硅中的间隙氧含量,在对多晶硅进行间隙氧含量测试前,应按照GB/T 4059、GB/T 4060或GB/T 29057规定的方法制成硅单晶后,再进行切片制样和测试。

5.1.2 在氧吸收谱带位置有一个硅晶格吸收谱带,无氧参比样品的厚度与测试样品的厚度差应小于±0.5%,以避免硅晶格吸收的影响。

5.1.3 氧吸收谱带和硅晶格吸收谱带都会随样品温度的改变而改变,因此测试期间光谱仪样品室的温度应恒定在 $27^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$ 。

5.1.4 电阻率低于 $1.0\ \Omega\cdot\text{cm}$ 的N型硅单晶和电阻率低于 $3.0\ \Omega\cdot\text{cm}$ 的P型硅单晶中的自由载流子吸收较为严重,因此在测试这些电阻率的样品时,参比样品的厚度、电阻率应尽量与待测样品的一致,以保证扣除参比光谱后样品的透射光谱在 $1600\text{cm}^{-1}$ 处的透射率为 $100\%\pm 5\%$ 。

5.1.5 电阻率低于 $0.1\ \Omega\cdot\text{cm}$ 的N型硅单晶和电阻率低于 $0.5\ \Omega\cdot\text{cm}$ 的P型硅单晶中的自由载流子吸收会使大多数光谱仪难以获得满意的能量。

5.1.6 沉淀氧浓度较高时,在 $1073\text{cm}^{-1}$ 处的吸收谱带可能会导致间隙氧含量的测试误差。

5.1.7  $26.85^{\circ}\text{C}$ 时,硅中间隙氧吸收谱带的半高宽(FWHM)应为 $32\text{cm}^{-1}$ 。在光谱计算时,较大的半高宽将导致测试误差。

5.1.8 在测试过程中,需监测水蒸气( $1521\text{cm}^{-1}$ )或二氧化碳( $667\text{cm}^{-1}$ )吸收带,保持测试环境干燥、清洁,湿度小于60%,透射光谱在 $1521\text{cm}^{-1}$ 和 $667\text{cm}^{-1}$ 处的透射率保持在98%~102%。

5.1.9 测试结果会受到样品表面与光谱仪的组成部分之间的反射影响,样片正对入射光线的轴心,倾斜角度应不大于 $10^{\circ}$ 。

5.1.10 采用低温红外测试设备进行测试,可以提高测试灵敏度,降低检测限,而测试设备的选择主要依据测试样品对氧含量的要求精度。

5.2 如果在热循环期间有大量的氧扩散,则测量的氧还原率可能不能代表氧沉淀的量。

5.3 如果不同样品之间的沉淀物大小不同,测量到的氧还原的变化可能不能代表形成的氧化物沉淀物数量的变化。

5.4 指定的热循环可以提供或不提供在特定设备处理序列中使用的循环的充分模拟。在这些测试方法仅在模拟能够代表器件过程的情况下中获得的结果,可以作为实际器件处理中预期结果的预测值。

5.5 尽管间隙氧浓度是影响在特定热循环期间硅中发生的氧沉淀量的重要因素,但诸如碳或氮的其它杂质的存在,以及掺杂剂类型和密度、热历史或晶体的缺陷性质的差异也可影响沉淀特性。

## 6 试剂或材料

6.1 超纯去离子水:电阻率 $\geq 10\text{M}\ \Omega\cdot\text{cm}$

6.2 氢氟酸:优级纯

6.3 化学抛光液配比:HF:HNO<sub>3</sub>=1:(3~5)(体积比)或HF:HNO<sub>3</sub>:HAC=1:(3~5):(4~6)(体积比)

6.4 氧气:高级纯(99.99%)

6.5 氮气:高级纯(99.99%)

## 7 仪器设备

## 7.1 傅里叶变换红外光谱仪

光谱范围为  $500\text{-}700\text{cm}^{-1}$  ( $14\sim 18\mu\text{m}$ ), 室温下光谱仪的分辨率必须不低于  $2\text{cm}^{-1}$ , 77K 温度下光谱仪的分辨率不低于  $1\text{cm}^{-1}$ 。

## 7.2 管式氧化炉

热处理炉: 恒温区温度  $750^{\circ}\text{C}\sim 1050^{\circ}\text{C}$ , 控温误差  $\pm 2^{\circ}\text{C}$ , 有足够放置样品的恒温区长度。氧化炉应安装以下设备:

- 7.2.1 气源系统—使干氧和氮气能够按照要求的比例和流量进行混合;
- 7.2.2 石英管或碳化硅管——适合于测试样品的直径, 以隔离样品不受外部污染;
- 7.2.3 石英舟——用于在加工过程中放置晶片;
- 7.2.4 加载系统——用于控制石英舟进/出热区;
- 7.2.5 层流加载区—允许加载样品而不增加表面污染。

## 7.3 四氟花篮

用于样品氧化前后酸腐蚀时装载样品。

## 7.4 腐蚀机或抛光机

样品氧化前通过机械抛光或化学抛光来处理样品使样品表面光滑平整。样品氧化后用氢氟酸去除热循环过程中样品表面产生的氧化膜。应提供适当的防护服、酸处理设施和通风。

## 7.5 氮气吹扫装置

按照通常在实验室进行测试时使用的标准流程清洗和干燥样品。

## 7.6 激光刻字机

用于标记具有唯一标识的样品(除非有预先标记的样品)

## 7.7 厚度测试仪

千分尺或其它应用于测量厚度的设备, 精度大于  $0.01\text{mm}$ 。

## 8 测试条件

- 8.1 环境温度为  $27^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$
- 8.2 相对湿度小于 60%
- 8.3 测试实验室应无机械冲击、振动和电磁干扰。

## 9 试样制备

9.1 从每批需试验的样品中选取合适的试验片, 其氧含量应覆盖该批样品氧含量的整个范围。氧含量每  $0.5\text{ppma}$  (IC0-88) 间隔范围, 至少选 2 片。例如, 如果一组的氧浓度范围为  $3\text{ppma}$  (IC0-88), 则应至少测试该组中的 12 个样品。

9.2 本方法中样品的厚度范围为  $0.04\text{cm}\sim 0.40\text{cm}$ 。

9.3 切取硅单晶样片后,经双面研磨、抛光后用千分尺或其他设备测量其厚度。加工后样片的两个面应尽可能平行,所成角度小于 $5^{\circ}$ ,其厚度差应不大于0.5%,表面平整度应小于所测杂质谱带最大吸收处波长的 $1/4$ 。样片表面应无氧化物。

9.4 因为本测试方法适用于不同生产工艺的样品,应准备与测试样品相同材质的无氧单晶作为参比样品。参比样品的加工精度应与测试样品的加工精度相同,参比样品与测试样品的厚度差应不超过 $\pm 0.5\%$ 。

9.5 试样应表面平整、光滑、干净、干燥测试样块为无位错缺陷。

9.6 使用激光打标机或用刻字笔手写代码分别识别每个测试样品。

## 10 试验步骤

### 10.1 热处理前间隙氧含量测试

制作记录表格。记录内容有样品规格、编号、热处理前氧含量及均值、热处理后氧含量、氧减少量、氧减少量的平均值以及热处理条件、工艺等。根据 GB/T 1557 测量未经热处理的样品样品间隙氧含量,称为原始氧含量。

### 10.2 测量样品的热处理

10.2.1 热处理前对试验样品用混合酸和高纯水进行清洗,并用烘干机或氮气进行干燥。

10.2.2 样品清洗后尽快处理。如果样品必须在清洗和加工之间存储,则存储在干净的有盖盒内。

10.2.3 本标准规定两种热处理工艺流程,工艺 A 或工艺 B。工艺参数参见表 2。

表 2 样品氧沉淀热处理试验工艺

参数		数值
温度 及时间	工艺 A	1050℃ 16 小时
	工艺 B	750℃ 4 小时+1050℃ 16 小时
炉中气氛		$N_2+5\%O_2$ (干氧)
气体流量		$8.46\pm 0.2L/min$ (炉管管径 $\phi 220mm$ )
推进/拉出温度		750℃
推拉速度		25mm/min
升温速度		10℃
降温速度		5℃
注: 气体流量参数用于直径 220 毫米的炉管;对于其他直径的流量应与管的横截面积成比例		

10.2.4 选择工艺 A 或工艺 B,对测量过原始氧含量的样品进行热处理。

10.2.5 样品热处理后,用氢氟酸(HF 腐蚀掉表面的氧化层),并采用实验室进行测试时通常采用的样品清洗程序彻底清洗和干燥样品。

### 10.3 样品热处理后间隙氧含量测试

按照 10.2 条再测样品间隙氧含量,称最终氧含量。测试样品原始氧含量与最终氧含量的位置及所使用的设备、测试方法必须相同。将每个最终氧浓度与初始氧浓度记录在相同的数据表上(表 1)。

## 11 测量结果计算

11.1 用相应的初始氧浓度值减去各最终氧浓度值,确定氧还原。记录氧还原。

11.2 用方法 1 或方法 2 解释结果如下:



### 11.2.1 方法 1

11.2.1.1 当所需的目标氧浓度已知时，当每个测试组具有相同的目标氧浓度时，以及当每个组中测得的氧浓度值范围小于 4 ppma (IOC-88) 时，使用此方法。如果试验组的平均初始氧浓度相差超过 0.5 ppma (IOC-88)，则不能使用该方法。

11.2.1.2 确定每组被测样品初始氧浓度和氧还原的平均值和标准差。

11.2.1.3 如果被测各组的平均氧还原值均在要求的范围内，则认为各组的氧还原值相等。

### 11.2.2 方法 2

11.2.2.1 使用该方法将氧含量和沉淀行为进行区分，以获得被测组沉淀特征的定性概述和图 (1) 特征沉淀曲线的重要特征。

11.2.2.2 统计每组的氧还原数据，以便将氧浓度在 0.5ppma 间隔内的所有晶圆都包含在同一个组中。

11.2.2.3 计算各组每个样品的初始氧浓度和氧还原率的平均值。

11.2.2.4 绘制每组测试的平均氧减少量与平均初始氧浓度的曲线。使用不同的符号来区分每一组的数据。参见图 1 以获得此类图的示例。

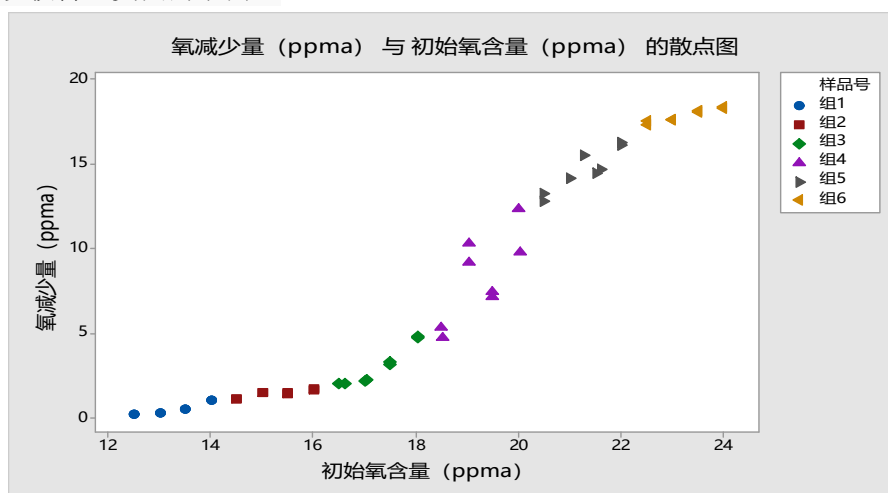


图 1

实验室 1 测量的 6 组 (组 1~组 6) 样品经过两步循环 (工艺 B) 后的氧还原 (IOC-88)

11.2.2.5 注意曲线有三个特征区域，如图 1 所示坡度变化明显。初始氧浓度低时，基本没有氧还原；在一定初始氧浓度时，发生局部沉淀 (在此过渡区域，氧还原随初始氧浓度的增加而迅速变化)；当初始氧浓度较高时，出现充分的沉淀 (在该区域，氧还原与初始氧浓度成正比)。

11.2.2.6 比较各组曲线，如果每一组的数据都在适当宽度的范围内，则认为这两组是等效的。

## 12 试验报告

试验报告应包括如下内容：

- a) 本文件编号
- b) 样品类别、规格、批号、
- c) 样品测试点位置 (中心或边缘)
- d) 样品的生产厂家
- e) 红外光谱仪型号。
- f) 热处理工艺：A 种或 B 种工艺。
- g) 样品原始氧含量平均值及减少值的平均值，或原始氧含量与氧含量减少值的关系曲线。
- h) 热处理及测量的操作者。

GB/T 1558—XXXX

- i) 报告日期。
- j) 其他。

