ICS 77.040

H21



中华人民共和国国家标准

GB/T 14146—XXXX

|  |
| --- |
| 代替GB/T 14146-2009 |

硅外延层载流子浓度的测试 电容-电压法

Test method for carrier concentration of silicon epitaxial layers—Capacitance - Voltage method

|  |
| --- |
|  |
| 送审稿 |

XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施



前  言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准代替GB/T 14146-2009《硅外延载流子浓度测定 汞探针电容－电压法》。本标准与GB/T 14146-2009相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

1. 修改了用于测试的硅外延片的外延层厚度要求（见2009年版第1章）
2. 增加了本标准也适用于同质碳化硅外延片载流子浓度的测试（见2009年版的第1章）；
3. 删除了规范性引用文件中的GB/T 1552，增加了GB/T 14264、GB/T 1551、GB/T 6624的引用（见2009年版的第2章）；
4. 增加了术语和定义（见第3章）；
5. 增减人员操作不当对测试的干扰因素分析（见5.1）；
6. 删除2009版4.1；
7. 增加样品表面处理对测试效果的影响分析（见5.2，2009版4.1）；
8. 增加汞探针维护对测试效果的影响分析（见5.3,2009版4.1）；
9. 增加汞的洁净度对测试效果的影响分析（见5.4,2009版4.1）；
10. 修改了补偿电容对测试结果的影响（见5.7、5.8，2009版4.4）；
11. 增加了串联电容、质量监控片对测试结果的影响分析（见5.9、5.10）；
12. 修改去离子水的电阻率要求（见6.3,2009版5.3）
13. 修改氮气纯度要求（见6.5,2009版5.5）
14. 增加了臭氧处理所要求的压缩空气以及相应的烘烤设备温度的要求（见6.6/7.3）；
15. 删除了2009版中的第6章；（或者可以表述为：原2009版第6章拆分为“第7章仪器设备”和“第8章 测试环境”？？）；
16. 增加了仪器设备的要求（见第7章，2009版6.1、6.1.1、6.1.2、6.1.3/6.1.4）；
17. 增加了测试环境要求，修改了相对湿度的要求，增加了电磁屏蔽及去静电装置要求（见第8章，2009版6.2）
18. 修改了P型、N型样品的处理过程，增加了样品处理后表面目检需光亮洁净的要求，并且增加了采用高温臭氧做样品表面钝化处理的操作步骤（见第9章，2009版第7章）；
19. 修改了电容仪测量范围（见10.1.2，2009版8.1.2）
20. 删除了低电阻电极制备（2009版8.4）
21. 修改了测量步骤中肖特基接触和低电阻电极的描述（见11.2,2009版9.2）
22. 修改面积的表述为有效接触面积（见11.3,2009版9.3）；
23. 增加无接触电容-电压法测试载流子浓度的内方法，包括方法原理及相关公式、试剂与材料、干扰因素、测量仪器、样品表面处理、测量步骤、精密度等内容（见“方法二 无接触电容-电压法”，即第13、14、15、16、17、18、19、20章）。
24. 修改了样品信息（见21.1,2009版第11章a））；
25. 修改了检测单位信息（见21.6,2009版第11章f））；

本标准由全国半导体设备和材料标准化技术委员会（SAC/TC203）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/TC203/SC2）共同提出并归口。

本标准起草单位：南京国盛电子有限公司、有研半导体材料有限公司、semilab…

本标准主要起草人：

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 14146-2009。

硅外延层载流子浓度的测试 电容-电压法

1. 范围

本标准规定了电容-电压法测试硅外延层载流子浓度的方法，包括汞探针电容-电压法和无接触电容-电压法。

本标准适用于同质硅外延层载流子浓度的测试，，测试范围为4×1013cm-3～8×1016cm-3其中硅外延层的厚度应大于测试偏压下耗尽层的深度。本标准也适用于硅抛光衬底片和同质碳化硅外延片载流子浓度的测试。

1. 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 1550 非本征半导体材料导电类型测试方法

GB/T 1551 硅单晶电阻率测定方法

GB/T 6624 硅抛光片表面质量目测检验方法

GB/T 14264 半导体材料术语

GB/T 14847 重掺杂衬底上轻掺杂硅外延层厚度的红外反射测量方法

1. 术语和定义

GB/T 14264 界定的术语和定义适用于本文件。

方法一 汞探针电容-电压法

1. 方法原理

汞探针与硅外延片表面接触，形成一个肖特基势垒。在汞探针与硅外延片之间加一反向偏压，结的势垒宽度向外延层中扩展。结的势垒电容(*C*)及其电压(*V*)的变化率(*dc*/*dv*)与势垒扩展宽度(*x*)及其相应的载流子浓度*N*(*x*)的关系见式（1）和式（2）。只要测得*C*、*dc*/*dv*和*A*，便可由式（1）和式（2）计算得到势垒扩展宽度*x*处的载流子浓度*N*(*x*)。

 ………………………………………………(1)

…………………………………………(2)

式中：

*x*——势垒扩展宽度，单位为厘米（cm）；

ε——相对介电常数，其值为11.75；

ε0——真空介电常数，其值为8.859×10-14，单位为法每厘米（F/cm）；

*A*——汞-硅接触面积，单位为平方厘米（cm²）；

C——势垒电容，单位为法（F）；

*N*(*x*)——载流子浓度，单位为每立方厘米（cm-3）；

e——电子电荷，1.602×10-19，单位为库仑（C）；

*V*——施加在探头和硅片间的可调节电压，单位为伏特（V）。

1. 干扰因素
	1. 样品制备、测试仪器操作、测试机台维护后的汞探针调试，都对测试结果的准确性与稳定性有很大影响，相关的测试人员应经过严格的培训。
	2. 样品表面的沾污、样品表面处理方法的不当选择以及样品表面处理的不当操作，都会影响样品表面的~~钝化~~状态，造成测试误差。
	3. 汞探针中汞的洁净度、装汞毛细管的洁净度与损坏，都会导致测试结果不稳定或肖特基接触不良。
	4. 与样品接触的汞，由于经常会暴露在空气中，容易被氧化影响测试，应定期更换以确保接触样品表面的汞是洁净的。
	5. 汞探针电容-电压法测试中的肖特基接触不良，常表现为漏电流大，虽然可得到载流子浓度，但会产生较大的测试误差。
	6. 在电容测试中，测试的交流信号大于0.05Vrms可能会导致测试误差。
	7. 确定补偿电容的标准样片在电压应用范围内的载流子浓度一致性不好，会导致补偿电容值错误，进而影响测试结果的准确性，如果该标准样片的厚度不够均匀，可能会影响标定的*N*ref数值，从而导致汞探针的有效接触面积错误。
	8. 补偿电容*C*comp的归零调整或数值确定不当会导致电容测试中出现误差。
	9. 电容测量电路串联电阻大于1 kΩ会导致测量电容值产生误差。
	10. 用于校准仪器的质量监控片应定期校准。
2. 试剂
	1. 氢氟酸，分析纯。
	2. 双氧水，分析纯。
	3. 去离子水，25℃时的电阻率大于18MΩ·cm。
	4. 汞，纯度（质量分数）大于99.99%。
	5. 氮气，纯度（体积分数）大于99.9999%。
	6. 压缩空气，0.1微米以上颗粒物过滤率99.9999%。
3. 仪器设备
	1. 汞探针电容-电压法采用自动测试仪器进行，主要由以下几部分组成：
	2. 精密电压源：能提供0 V～±200 V连续变化的输出电压，精度高于0.1%，各级电压峰值变化不大于25 mV；
	3. 精密电容器：在1 MHz的测试频率下有高于0.25%的准确度；
	4. 数字伏特计：读值至少具有4位有效数字，测试电压范围±1 V～±200 V或更大，每级变化为10 V或更小，灵敏度高于1 mV，满量程时精度高于0.5%，满量程时额定再现性优于0.25％，输入阻抗大于100 MΩ；
	5. 监控汞探针接触的正反向电流-电压特性装置：能提供反向0.1 mA时200 V和正向1 mA时1.1 V，灵敏度高于10 μA/级。
	6. 化学处理后用的烘干或甩干设备。
	7. 非破坏性方法用到的烘烤设备，温度400 ℃～500 ℃。
4. 测试环境
	1. 环境温度：22 ℃±3 ℃，温度波动小于±2℃。
	2. 环境湿度：40%±10%。
	3. 测试环境应有电磁屏蔽，去静电装置，工频电源应有滤波装置，周围无腐蚀性气氛及震动，测试机台需要良好的接地。
5. 样品
	1. 通常样品不需要处理，可以直接进行测试。
	2. 若试样不能正常测试，可对样品表面进行处理，处理后的样品表面按GB/T 6624目检应光亮洁净。
	3. 采用化学试剂对样品进行表面处理的步骤如下：
		1. 样品在氢氟酸与去离子水的混合液（氢氟酸：去离子水的体积比1：0～1：10）中浸泡不少于30s，确保去除样品表面的自然氧化层；
		2. 去离子水冲洗10 min以上确保样品洁净；
		3. p型样品，甩干或用氮气吹干。如测试不稳定，还可在120℃±10℃的空气中热处理30 min后，冷却。
		4. n型样品，在70℃～90℃的双氧水与去离子水的混合液（双氧水：去离子水的体积比1：1～1：5）中煮10min，再用去离子水冲洗10min以上确保样品洁净，甩干或用氮气吹干。
	4. 采用非破坏性的方法对样品进行钝化处理的步骤如下：
		1. 将样品放置在密闭处理腔内；
		2. 用鼓泡法通入一定量的压缩空气；
		3. 通过密闭处理腔体内的紫外光照射可以产生臭氧；
		4. 升温至400℃～500℃，恒温5 min～8 min，消除样品表面悬挂键，冷却至室温后取出。
6. 仪器校准
	1. 电容仪校准

电容器：电容器数量不少于2个，电容器间额定标准电容值的最小倍数不小于10（其值满足样品的测试范围）。在1 MHz的测试频率下，精密度优于0.25%。

电容仪：电容仪测量范围10pF～10000pF，每级间倍数小于10，测试频率0.9 MHz～1.1 MHz，测试时交流信号不大于0.05 Vrms。测量时连接屏蔽电缆。

校准精度：电容仪测试电容器的精度不大于1%（满量程）。

电容仪的校准程序按下列步骤进行：

1. 将连接了屏蔽电缆的电容仪调零；
2. 将一个电容器通过屏蔽电缆连接电容仪，测试频率设为1MHz下，测试得到电容值；
3. 依次测试所有电容器的电容值；
4. 测试值与标准值的标准偏差不大于1％（STDEV%），同时，至少10次以上测试的相对标准偏差不大于0.25％（RSD%），电容仪合格。如超出范围，按要求调整设备。
	1. 补偿电容校准

测试补偿电容用标准样片的载流子浓度小于1×1014cm-3，电压应用范围内纵向载流子浓度分布的相对偏差不大于2％。

将上述标准样片置于测试台上，并形成可靠的测试接触。

设定一大概的补偿电容值（如未知，则设为0），开始测试载流子浓度，并观察测试曲线的斜率。如斜率为正，按0.1pF的步进逐步增大补偿电容值，直至斜率第一次为负后再按0.02pF的步进逐步减小补偿电容值，直至斜率刚好有改变。如斜率为负值，按0.02pF的步进减小补偿电容，直至斜率第一次为正后再按0.1pF的步进逐步增大补偿电容值，直至斜率刚好有改变。此时得到系统的补偿电容。

* 1. 汞探针有效接触面积的确定

已知汞探针管的直径，汞探针的标称接触面积按式（3）计算：

……………………………………………（3）

式中：

*A*——汞探针管的标称面积，单位为平方厘米（cm2）；

*d*——汞探针管的标称直径，单位为毫米（mm）。

用测试系统测量多个已知标称浓度的标准样片的平均载流子浓度，通过式（4）计算每个标准样片测试时的汞探针有效接触面积：

…………………………………………（4）

式中：

（*A*eff）*k*——由第*k*个标准样片的测量值计算得到的汞探针有效接触面积，单位为平方厘米（cm2）；

*A*——汞探针管的标称面积，单位为平方厘米（cm2）；

（*N*avg）*k*——第*k*个标准片的测试浓度，单位为每立方厘米（cm-3）；

（*N*ref）*k*——第*k*个标准片的标称浓度，单位为每立方厘米（cm-3）。

将（*A*eff）*k*取平均值得到汞探针有效接触面积*A*eff。

将上述*A*eff录入测试程序测试各标准样片的载流子浓度，其平均载流子浓度相对偏差应不大于2%。如超过，则对标准样片重新进行表面处理，确定汞探针有效接触面积*A*eff。

1. 试验步骤
	1. 按GB/T 1550规定的方法测试硅外延片的导电类型，按GB/T 14847规定的方法测试硅外延层的厚度，按GB/T 1551规定的方法测试硅外延片的电阻率。
	2. 将待测硅外延片置于金属测试台上，汞探针接触硅外延片正面形成肖特基接触，硅外延片背面与金属测试台通过真空吸力紧密接触形成低电阻电极。
	3. 在测试程序中录入补偿电容、汞探针有效接触面积、测试电压。
	4. 测试电压按下列要求进行选择：
2. 硅外延片表面施加反向电压形成表面耗尽区域；
3. 电压的范围应至少包含取5个测量的C-V对值，以计算得到至少5组不同深度下对应的硅外延层载流子浓度值，形成载流子浓度分布曲线；
4. 电压应小于最大的平区电压和击穿电压。
	1. 开始测试，得到硅外延片表面载流子浓度分布曲线和平均载流子浓度。
	2. 测试过程中应确保硅外延片接触良好，满足附录A的要求
5. 精密度

本方法的精密度经过四个实验室巡回测试得到。使用外延层载流子浓度1×1014 cm-3～1×1016cm-3的n型硅片样品共6片，要求每个实验室每片连续三天做中心点10次以上测试，每天测试前对样片进行表面处理。

单实验室10次以上重复性测试的相对标准偏差不大于0.5%（RSD%）；

多实验室测试再现性不大于±5%（RSD%）。

方法二 无接触电容-电压法

1. 方法原理

当探头在特定装置的驱动下逐渐接近硅片表面，但不和硅片表面接触，由于探头和硅片表面距离很近，可以在硅片表面形成一个肖特基结。当在探头和硅片之间加一个电压，反向偏压可以使得结的势垒宽度向外延层扩展。硅中载流子浓度（NSC(W)）、结的势垒电容（Csc）、测试探头测试的电荷随时间变化量（dQ(t)）及随电压（dV）的变化率的关系见式（5）和式（6）：

…………………………………（5）

$dQ\left(t\right)=Idt$ …………………………………………………（6）

式中：

*N*SC(W)——耗尽层内载流子浓度，单位为每立方厘米（cm-3）；

*C*SC——通过不同电压输出计算出来的空间电荷区的电容值，单位为皮法（pF）；

*V*——施加在探头和硅片间的电压，单位为伏特（V）；

Q(t)——探头随着时间变化测量到的电荷电量，单位为库伦（K）；

*C*air——在外加电压下硅片表层多数载流子呈积累态时，测量到的探头和硅片间的空气电容，单位为皮法（pF）。

*q*——电子电荷，单位为库伦（K）；

A——测试探头的几何面积，单位为平方厘米（cm2）；

W——耗尽层宽度，单位为微米（μm）。

Cair主要由探头和硅片间的空气间隙的距离决定，为保证测量的稳定性，测量时探头距离硅片的间隙是固定的，因此Cair值为固定的。

I——电流，单位为毫安（mA）；

dt——时间，单位为秒（s）；

1. 试剂
	1. 去离子水，25℃时的电阻率大于18MΩ•cm。
	2. 氮气，纯度（体积分数）大于99.9999%。
	3. 压缩空气，0.1微米以上颗粒过滤率99.9999%。
2. 干扰因素
	1. 硅片表面和探头上的颗粒沾污会影响测试的电容值，同时可能导致探头被击穿。测试前应确认样品表面无大于0.5μm的大颗粒沾污。
	2. 硅片表面的悬挂键以及自然氧化层不均匀，导致测试结果偏差较大。
	3. 探头与硅片之间的平行度以及间隙应固定，以保证测试的稳定性。
	4. 探头和硅片间的空气间隙易引起气隙的边缘效应，设备调试时应注意规避。
3. 仪器设备
	1. 电容仪或电容电桥：量程0pF～25pF，精度应达到0.001pF或更好，测量频率为1MHz。
	2. 直流电源：输出电压为±150V，连续可调，电压输出精度应达到0.1V或更好。
	3. 样品台：样品台应用金属材质制备，表面平整，然后加工一定数量的真空吸附沟槽，样品台表面涂覆一层导电橡胶。通过真空吸附，硅片能够和样品台形成良好的欧姆接触。通过丝杠和伺服电机的连接，样品台能够前后、左右高精度移动。
	4. 颗粒检测器：测试前扫描待测样品表面颗粒情况是否符合测试要求。
	5. 硅片定位探头，通过对硅片边缘扫描，确定硅片边缘的轮廓和参考面。
	6. 测试探头装置：测试探头安装在一个升降速率可控的装置上，配有可充放气体的密封波纹管、有极佳平整表面的多孔陶瓷、带有补偿功能的复合电极。
	7. 气控装置：能够精确调控气体压力的电子调压阀，控压精度达到或好于0.1psi。
	8. 激发光源：红色LED光源，镶嵌在测试探头上。
	9. 机械传递硅片装置：确保硅片洁净传递。
4. 测试环境

测试环境见8。

1. 样品

样品可以直接测量，但是通过表面处理后测量结果会更加稳定。对于不同型号的外延层，处理方法也不一致。处理方法见9.4。

1. 仪器校准
	1. 电容仪校准

把长度适当的屏蔽电缆接到电容仪上（此时电缆应不与标准电容连接），调节电容仪零点。

将电缆与标准电容A连接，测量并记录电容值，拆除标准电容A。

将电缆与标准电容器B连接，测量并记录电容值，拆除标准电容B。

如果电容仪读数低于16.1的要求，电容仪应进行调整。

* 1. 颗粒仪校准，与常规颗粒测试机台对标，粒径大于2微米的颗粒探测误差小于正负1颗
	2. PTC处理腔温度校准，要求设置温度与探测温度偏差小于15℃，实际处理温度能够大于420℃
	3. 补偿电容校准，以平坦区域为准调整补偿电容指标，要求平坦区波动率小于0.05。
	4. 有效面积确定， 通过调整修正因子，可以修改有效面积大小，当测试值与已知值一致时，修正因子越接近1越好。
1. 试验步骤
	1. 样品表面颗粒测试

将硅片放置在样品台上，扫描待测样品表面，确认表面颗粒符合测试要求。

* 1. 欧姆电极的制备

19.3.1 选择具有导电橡胶覆盖的样品台，通过真空吸附使得硅片和样品台充分接触形成欧姆接触。

19.3.2 样品台需要定期维护，确保表面和硅片接触位置的平坦度，避免大颗粒落在样品台上，导致硅片在真空吸附后，颗粒位置“顶起”硅片，造成硅片表面“鼓包”，导致探头和硅片表面不平行。

* 1. 电容-电压曲线的测试
		1. 测试探头和硅片距离的控制

打开激光光源，红外光激发硅片表面产生电子-空穴对，使得硅片达到平带状态，此时得到的电容就是空气电容。

将测试探头逐步下降和硅片接近，同时施加固定电压后测试探头和硅片间的电容变化，电容值随着探头和硅片的距离变化，达到一个固定距离后，电容值也会固定。

* + 1. 测试电容-电压曲线

在探头和硅片之间施加直流电压，同时电容仪上输出1MHz的微波电压，使得硅片处于耗尽状态。记录不同电压下输出的电容值，以及电压变化导致经流探头的电流值变化。在测试过程中，计算出平均的电容-电压曲线。同时记录探头中电流随着时间的变化曲线。

* + 1. 载流子浓度的计算

记录电容-电压曲线，获得不同时间对应的电容Csc值，通过探头上电流随时间的变化按式（6）计算dQ(t)。由于探头的结构为固定结构，探头的面积为固定值，耗尽层载流子浓度NSC(W)）由电容Csc值按式（5）计算得到。

1. 精密度

本方法的精密度经过三个实验室巡回测试得到。使用3片n型硅片样品，要求每个实验室每片连续三天做中心点10次以上测试。

单实验室10次以上重复性测试的相对标准偏差不大于0.5%（RSD%）；

多实验室测试再现性不大于±5%（RSD%）。

1. 试验报告

试验报告应包括以下内容：

* 1. 样品信息：送样单位名称、样品编号、样品尺寸、样品导电类型；
	2. 硅外延片载流子浓度测试点位置或测试图；
	3. 硅外延片对应于测试点位置的载流子浓度；
	4. 测试探头的面积及有效面积的计算；
	5. 本标准编号以及选取的测试方法；
	6. 测试单位信息：测试单位名称、测试仪器型号、测试者、测试时间。
1. （规范性附录）
硅片接触良好测试

A.1 方法原理

测试载流子浓度的过程中，测试系统与硅外延片接触是否良好可用串联电阻、相角、反向漏电流密度、3个指标评价，符合3个指标要求的测试为有效测试。

A.2 串联电阻

测试时，系统与硅片接触形成的二极管回路串联电阻，应小于1kΩ。串联电阻按下列方法确定：

1. 将电容仪调零；
2. 将硅片置于样品台上，汞探针接触硅片表面，使其接触可靠；
3. 如电容仪能测量相角*θ*、电容*C*，则*R*s按式（A.1）计算：

…………………………………………（A.1)

式中：

*R*s——系统串联电阻，单位为欧姆（Ω）；

*θ*——测试时的相角，单位为度（°）；

*f*——测试时的频率，单位为兆赫（MHz）；

*C*——测试时的电容，单位为皮法（pF）。

1. 如电容仪能测量电容*C*，电导*G*m，则*R*s按式（A.2）计算：

…………………………………（A.2）

式中：

*G*m——测试时的电导；

*f*——测试时的频率，单位为兆赫（MHz）；

*C*——测试时的电容，单位为皮法（pF）。

A.3 相角

*θ*应在87°～90°，按式（A.3）计算：

……………………………………（A.3）

式中：

*θ*——相角，单位为度（°）；

*f*——测试时的频率，单位为兆赫（MHz）；

*R*s——系统串联电阻，单位为欧姆（Ω）；

*C*——测试时的电容，单位为皮法（pF）。

A.4 反向漏电流密度

A.4.1 测试时，系统与硅片接触形成二极管回路的反向漏电流。各应用电压下均应满足反向漏电流密度*J*r小于3 mA·cm-2，反向漏电流的上升速率小于0.3 mA·V-1·cm-2。

A.4.2 反向漏电流密度和反向漏电流的上升速率按下列方法确定：

1. 系统连接监控汞探针接触的正反向电流-电压特性装置；
2. 将硅片置于样品台上，汞探针接触硅片表面，接触可靠；
3. 从1V开始施加电压，逐步增加电压至希望的值，按式（A.4）计算反向漏电流密度和按式（A.5）计算反向漏电流随反向电压增长的速率。

………………………………………………（A.4）

式中：

*J*r1——电压*V*1下的反向漏电流密度，单位为毫安每平方厘米（mA/ cm2）；

*I*r1——反向偏压*V*i下的电流，单位为毫安（mA）；

*A*eff——汞探针的有效接触面积，单位为平方厘米（cm2）；

………………………………………（A.5）

——反向漏电流密度随反向电压上升的速率；

*J*r（i+1）——电压*V（i+1）*下的反向漏电流密度，单位为毫安每平方厘米（mA/cm2）。

*J*ri——电压*Vi*下的反向漏电流密度，单位为毫安每平方厘米（mA/cm2）；

*V（i+1）*——Bias电压，即加载在wafer上的测试电压（伏特）；

*Vi*——Bias电压，即加载在wafer上的测试电压（伏特）。

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_