国家标准《硅外延层载流子浓度的测试 电容-电压法》

编制说明(送审稿)

1. 工作简况
2. 立项目的和意义

硅外延片是半导体功率器件和部分IC集成电路的基础材料，硅外延层的片内、批次内及批次间的载流子浓度，都是硅外延片品质的重要衡量指标，直接影响供需双方的产品质量。

随着硅外延片直径的不断增大，硅外延片的应用领域不断向高端半导体产品延伸，硅外延片的品质要求越来越高，外延层载流子浓度作为硅外延片的关键技术指标，其准确性和一致性的规格要求更是不断被提升。在此基础上，近年来国内所有企业的硅外延层载流子浓度的汞探针测试技术方法和水平，都较GB/T 14146-2009颁布时有了很大的提升，亟待更新原标准，以提高测试的精确性与测试效率，提高标准的实用性、可操作性及先进性。

本次修订中增加了无接触电容-电压测试方法，该项技术的应用可以有效规避传统汞探针与硅外延片接触后，导致的硅外延片报废，同时避免汞蒸汽对超净间的环境污染和现场人员的健康影响，无论从环境环保的角度，还是从人员健康、测试成本、外延片的有效利用上，无接触电容-电压测试方法均具有无可替代的优势。

1. 任务来源

根据《国家标准委关于下达2018年第四批国家标准制修订计划的通知》（国标委综合[2017]128号）的要求，由南京国盛电子有限公司与有研半导体材料有限公司等单位负责修订《硅外延层载流子浓度的测试 电容-电压法》，计划编号20173545-T-469，要求完成时间2020年。

1. 标准修订主编单位概况

南京国盛电子有限公司，是中国电子科技集团公司第五十五研究所全资子公司,专业从事半导体硅外延材料以及第三代半导体外延材料的研发与生产近30年。公司拥有世界一流的半导体外延工艺平台，其中硅外延、碳化硅外延、氮化镓外延材料的销售与产能，连续多年国内第一。公司技术力量雄厚，测试分析手段丰富，拥有多台套、国际先进、全系列的半导体外延材料测试设备，其中包括，2台手动动换汞的SSM-495汞探针CV测试仪、1台自动换汞的MCV530L汞探针CV测试仪、1台空气电容法ACV2200CV测试仪等硅外延层载流子浓度测试设备。公司于2012年成立了江苏省半导体硅外延材料工程技术研究中心，致力于半导体外延材料的测试分析与工艺技术创新研发。

1. 主要工作过程

立项之后，成立了标准修订小组，落实标准涉及范围、检测、和参与单位沟通等工作，于2018年9月初完成了讨论稿。2018年9月21日，由全国有色金属标准化技术委员会组织，在新疆乌鲁木齐召开《硅外延层载流子浓度的测试 电容-电压法》第一次工作会议，共有浙江金瑞泓科技股份有限公司、中国计量科学研究院、浙江省硅材料检验质量中心等\*\*家单位的\*\*名专家参加了会议，与会专家对标准的讨论稿认真地进行了逐字逐句的讨论，对该标准的技术要点内容和文本质量进行了充分的讨论，会议对本标准的范围、规范性引用文件、术语和定义、干扰因素、试剂材料、测量步骤等提出了相应修改意见。根据新疆会议的要求，编制组对讨论稿进行了修改及相关内容的补充和完善，于2019年5月完成了预审征求意见稿，编制组广泛发函征求意见（详见意见汇总表）对本标准进行修改，形成了预审稿，同时开始组织巡回测试工作。

2019年9月25日，由全国有色金属标准化技术委员会组织，在江苏宜兴召开《硅外延层载流子浓度的测试 电容-电压法》预审会议，共有浙江金瑞泓科技股份有限公司、中国计量科学研究院、浙江省硅材料检验质量中心等\*\*家单位的\*\*名专家参加了会议，与会专家对本标准的标准技术内容和文本质量等方面进行了充分的讨论，形成了修改建议，具体见意见汇总表（提出单位为预审会）。根据预审会的意见，编制组对预审稿进行了修改及相关内容的补充和完善。

本标准中包括了Hg-CV测试方法和ACV测试方法，其中，参加Hg-CV巡回测试的厂家有：南京国盛电子有限公司、河北普兴电子科技股份有限公司、中国电科46所、浙江金瑞泓科技股份有限公司浙江金瑞泓科技股份有限公司（以下分别简称“国盛、普兴、46所、金瑞泓”）；参加ACV巡回测试的厂家有：南京国盛电子有限公司、河北普兴电子科技股份有限公司、华润上华科技股份有限公司（以下分别简称“国盛、普兴、上华”）。

2020年初，编制组根据预审会会议意见以及巡回测试实验结果，将审定征求意见稿发至行业相关的15家单位听取意见（详见意见汇总表），并且在此基础上完成了送审稿。

2020年

1. 标准编制原则及确定标准主要内容的依据
2. 编制原则

标准的编写格式按国家标准GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》的统一规定和要求进行编写。查阅相关标准和国内外客户的相关技术要求，按当前生产发展需求修订试剂及仪器设备等的要求，细化制样与测试要求，保证测量精确度。增加了无接触C-V测试技术。

1. 标准主要内容的确定依据

本标准根据行业内硅外延层载流子浓度的实际测试情况，结合我国半导体行业的发展现状制定而成。本标准修订了标准适用范围、规范性引用文件，按测试方法的不同分别对“汞探针电容-电压法”和“无接触电容-电压法”加以说明。其中，原标准中的“汞探针电容-电压法” （Hg-CV），主要完善引用文件，修订细化干扰因素、增加臭氧表面处理等项，以提高该测试方法的准确性；“无接触电容-电压法”（ACV），做为新增的载流子浓度测试方法，对该测试方法的原理、试剂、干扰因素、仪器设备、测试步骤、数据处理等详尽描述。

1. 具体修订情况
	1. 范围

根据目前该项测试技术的发展情况，对用于CV测试的硅外延片外延层厚度要求，由原标准中的“必须大于测试偏压下耗尽层的深度”调整为“必须大于测试偏压下耗尽层的深度的两倍以上”，以防外延片过渡区对测试结果有误导。

同时在本次标准修订中，根据目前CV测试仪的实际应用情况，说明本标准也适用于质碳化硅外延片的载流子浓度测试。

* 1. 规范性文件引用

根据目前该项测试技术的标准引用情况，增加了GB/T 1551《硅单晶电阻率测定方法》、GB/T 14264《半导体材料术语》、GB/T 6624《硅抛光片表面质量目测检验方法》的引用，删除了GB/T 1552 《硅、锗单晶电阻率测定 直排四探针法的引用》。

* 1. **汞探针电容-电压法**
	2. 根据人机料法环的质量分析策略，对原2009版标准中“4干扰因素”做了详细的修订，包括：增加了对测试操作人的各项技能要求；在样品表面的沾污会造成测试误差和测试不良的基础上，增加了硅片表面处理不当对测试的影响；将“毛细管的沾污和损伤”改为“汞探针的汞柱沾污或装汞毛细管的沾污与损坏”；增加汞探针中与样品表面接触的那部分汞的洁净程度要求，建议定期更换或清洗汞探针中的水银；增加补偿电容标准片由于整片厚度不够均匀，对汞探针造成的有效接触面积误导；增加了补偿电容选取不当，对测试结果的影响；增加了测试系统串联电阻过大会造成测量电容的误差；增加了对日常监控样品的使用和管理要求；
	3. 将原2009版标准中“5试剂与材料” 调整为“6试剂”，根据目前各实验室的去离子水实际情况，将去离子水的电阻率要求由“大于10MΩ”，调整为“25℃时大于18MΩ”；并且将氮气纯度由“大于99.5%”调整为“大于99.9999%”；增加了臭氧处理所要求的压缩空气要求，并且在“7仪器设备中”增加了相应的烘烤设备温度的要求。
	4. 将原2009版标准中的“6 测量仪器与环境”拆分，新版标准中为“7仪器设备”和“8测试环境”
	5. 由于外延片表面湿法处理后，甩干或烘干不易造成沾污，有利于汞探针测量中的肖特基接触，因此增加 “7.2外延片化学表面处理后的烘干或甩干的干燥设备”；
	6. 根据目前CV测试设备所处的实际环境要求，收窄了新版标准“8测试环境”中对相对湿度的要求，由“不大于65%”调整为“环境湿度：40%±10%”；并且增加了测试设备环境应有电磁屏蔽及去静电装置的要求。表1为参与巡回测试实验室的环境统计

表1参与巡回测试实验室的环境统计

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 测试厂家 | 温度（℃） | 湿度（%） | 洁净等级（级） |
| GS | 22±1 | 45±5 | 10 |
| PX | 20.6 | 46.8 | 10 |
| 46所 | 20.4 | 49.2 | 10 |
| JRH | 22.5 | 45 | 100 |
| SH | 23 | 43 | 10 |

* 1. 对原2009版标准中的“7样品处理”做了较大修正，将“7样品处理”根据实际处理对象改为了“9样品”；结合各个实验室目前的实际操作，对原标准中需要用化学试剂处理样品表面的步骤进行了细化，增加了样品接受化学处理后的干燥要求；并且增加了样品处理后表面目检需光亮洁净的要求，以减少测试干扰；同时增加了非破坏性的样品处理方法，即采用高温臭氧做样品表面钝化处理的操作步骤。
	2. 根据实际操作情况，将原2009版中“8.1.2”中电容仪测量范围由“1PF~1000PF”调整为“10PF~10000PF”。
	3. 精密度是衡量测试水平的重要指标。

参照汞探针电容-电压法的测试要求，编制组选取6片外延层载流子浓度1×1014 cm-3～1×1016cm-3的硅外延片，在4个实验室进行巡回测试。要求每个实验室连续三天做每片中心点10次以上测试，每次测试前对样片进行表面处理。从实验数据看，单实验室中每片的10次以上重复性测试的相对标准偏差最大为0.49%（RSD%）。各实验室的统计数据见表2

表2汞探针电容-电压法巡回测试数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 单个实验室重复性（每个样品连续3天、每次测试中心点10次的RSD%) | 实验室 | 样品1 | 样品2 | 样品3 | 样品4 | 样品5 | 样品6 |
| 国盛 | 0.11% | 0.12% | 0.11% | 0.26% | 0.22% | 0.15% |
| 普兴 | 0.05% | 0.10% | 0.08% | 0.19% | 0.14% | 0.77% |
| 晶华 | 0.08% | 0.12% | 0.08% | 0.13% | 0.17% | 0.14% |
| 金瑞泓 | 0.25% | 0.28% | 0.37% | 0.12% | 0.49% | 0.42% |
| 多实验室测试再现性 | 0.16% | 0.40% | 0.34% | 0.29% | 0.52% | 0.56% |

说明：普兴样品6统计结果偏高，分析普兴6#样品具体测试结果发现，第一天、第二天的测试数据比较接近，第三天测试数据与前两天测试数据比，明显有较大的台阶，而且，普兴反馈第三天观察该样品表面有较多污迹，怀疑样品沾污影响测试数据，编制组讨论不采纳该组数据。具体数据分析详见表3、图1普兴6#样品测试数据、统计分析

表3 普兴6#样品测试数据 图1 普兴6#样品数据分析



通过分析测试数据可以看到，编制组一致同意单实验室10次以上重复性测试的相对标准偏差不大于0.5%（RSD%）；

采用单个实验室相对标准偏差的计算方法得到的多个实验室再现性见表2，编制组同时采用常规MSA质量分析工具计算的多实验室再现性与重复性，能够看到多实验室的再现性可以控制在5%以内，详见图2。

图2



* 1. **无接触电容-电压法**

无接触电容-电压法由于不接触硅片表面，不会对硅片造成损伤，可以提高硅片的利用率减少硅片因测量导致的损耗，而且越高端的半导体厂对金属控制越严苛，无接触电容-电压法规避了汞探针的使用，避免了汞蒸汽对生产环境的沾污以及操作人员的人身伤害，非常符合环保安全生产要求，被越来越被广泛地采用。本次修订将对无接触电容-电压法的测试原理、试剂材料、干扰因素、测量仪器、处理方法、测试步骤、数据处理等详尽描述。其中：

* 1. **方法原理**

无接触电容-电压法中使用的空气电容探头，上部是钢质波纹管可通入升缩空心，中心是LED激光源玻璃材质，包裹吹扫空气过滤材料，探头底部的表面附有ITO（掺锡氧化铟）薄膜，ITO薄膜是一种n型半导体材料，具有高导电率、高可见光透过率、高机械硬度和化学稳定性，可以感应电压变化。

当探头在特定装置的驱动下逐渐接近硅片表面，虽然不和硅片表面接触，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，然后计算得到电容。

* 1. **试剂与材料**

该测试方法中用到的去离子水、氮气、压缩空气的要求，与本次修订的Hg-CV方法中的去离子水、氮气、压缩空气的要求一致。

* 1. **干扰因素**

结合目前各家适用无接触电容-电压测试仪的经验，以及设备的操作说明，总结干扰因素有如下几条：

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0.5um以上的大颗粒沾污。
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必须固定，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。
	1. **测量仪器**

根据设备的操作使用说明，总结测试仪应具备如下要求：

1. 电容仪或电容电桥：量程0pF～25pF，精度要求达到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，电压输出精度要求达到0.1V或更好。
3. 样品台：样品台用需要用金属材质制备，表面平整，然后加工一定数量的真空吸附沟槽，然后在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，需要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。
	1. **测试环境**

无接触电容-电压仪一般用于6英寸、8英寸、12英寸的硅片测试，其测试环境相比本标准中的第8项（汞探针电容-电压法）的测试环境要求更高，考虑到大多数厂家目前的厂务情况，而且该仪器设备目前的使用率还有待进一步推广，本次标准中测试环境保持与第8项一致。

* 1. **样品表面处理**

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,处理方法同本次修订的“Hg-CV”中的第9.3项。

备注： 各实验室“Hg-CV”中的高温臭氧处理方法，实际就是借鉴了ACV设备中的样品处理模块。

* 1. **仪器校准**

目前，国内无接触电容-电压法测试仪的校准全部由仪器厂家亲自处理，厂家出于知识产权保护的目的，除了电容仪校准有比较详细的操作步骤外，仪器上的颗粒仪校准、PTC处理腔温度校准、补偿电容校准、有效面积确定均未提供具体操作步骤，只提供了校准后的衡量指标，其中：

* + 1. 电容仪校准
1. 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。
2. 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。
3. 将电缆与标准电容器连接，测量并记录电容值，拆除标准电容B。
4. 如果电容仪读数低于本标准16.1条要求，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. **测量步骤**
		1. 样品表面颗粒测试

由于无接触电容探头需要与硅片表面近距离感应电压变化，如果样品表明的颗粒过大，除了会影响测试结果，也有可能会损坏探头，因此在测试前，必须扫描待测样品表面颗粒情况是否符合测试要求，以确保测试能够顺利进行。

* + 1. 欧姆电极的制备

为了确保测试样品测试后可以回收利用，选择具有导电胶覆盖的样品台，硅片放置在样品台上，且通过真空吸附使得硅片和样品台充分接触形成欧姆接触。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

* 同时打开红色LED光源，让红外光激发硅片表面产生电子-空穴对，导致硅片导通。
* 将测试探头逐步下降和硅片接近，同时施加固定电压后测量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。根据测量经验，在电容值达到13pF后探头停止下降，因此空气电容值定为13pF。

②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1MZ的微波电压，使得硅片处于深耗尽状态。通过记录不同电压下输出的电容的值，以及电压变化导致探头的电流值的变化。当施加电压达到一定值后，停止增加电压。然后逐渐降低电压，让电容放电导致硅片内从耗尽态恢复到平带状态。反复测量数次后，计算出平均的电容-电压曲线。在测量过程中，同时记录探头中电流随着时间的变化曲线。

③载流子浓度的计算

通过记录电容-电压曲线，可以获得不同时间对应的电容Csc值，dQ(t)通过探头上电流随时间的变化计算出来（公式（6））。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)）可由电容Csc值计算得到，见公式（5）

* 1. **精密度**

选取3片n型硅外延片，在3个实验室进行巡回测试。单实验室每片连续三天做10次以上中心点测试，单个实验室用相对标准偏差表示的重复性最大偏差为0.25%（RSD%），各实验室的统计数据见表4, （具体测试数据详见测试报告）

表4无接触电容-电压法巡回测试数据

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 　 | 实验室 | 样品1 | 样品2 | 样品3 |
| 单个实验室重复性（每个样品连续3天、每次测试中心点10次的RSD%) | 国盛 | 0.14% | 0.16% | 0.23% |
| 普兴 | 0.23% | 0.17% | 0.21% |
| 华润 | 0.25% | 0.21% | 0.20% |
| 多实验室测试再现性 | 0.21% | 0.40% | 0.42% |

从实验数据看，单实验室中每片的10次以上重复性测试的相对标准偏差全部控制在0.25%以下，说明国内相同水准实验室的测试能力较为接近且较稳定。有鉴于ACV测试技术在国内尚处于普及阶段，多个外延及下游厂商均有意在运行过程中增加ACV测试，预计随着该测试仪器的普遍使用，单个实验室的相对标准偏差会有变化，编制组讨论目前ACV测试的单个实验室测试的相对标准偏差暂时与汞CV的单个实验室相对标准偏差一致，均设为0.5%（RSD%）。未来几年该项测试仪器大量使用后，该指标再做相应调整。

采用单个实验室相对标准偏差的计算方法得到的多个实验室再现性见表18，编制组同时采用常规MSA质量分析工具计算的多实验室再现性与重复性，能够看到多实验室的再现性-评价人变差（AV）为3.45%、重复性-设备变差（EV）为4.96%，详见图3，编制组确定多实验室ACV测试的重复性为5%。

图3



三、标准水平分析

本标准为第三次修订，参考了国外标准SEMI M85-1114，结合国内主要硅外延片生产制造厂家的实际测试情况，兼顾设备厂家不断更新的操作技术规范。主要目的是规范和统一电容-电压法测试硅外延层载流子浓度的操作过程，细化包括干扰因素分析、硅外延片表面处理步骤等、提高了测试环境要求、根据各实验室提供的测试数据，确定了目前国内该项测试技术的精密度水平。本次标准的修订，不但提升了测试数据的可靠性与可重复性，有利于提高国产硅外延片的质量控制技术与硅外延片品质，而且，本次修订的标准中涉及的无接触电容-电压法测试技术的制定，填补了国内以及国际半导体硅片测试领域的标准空白，对硅外延生产厂家的成本降低、环境优化、员工安全生产都起到了很好的作用。本标准达到了国内先进水平。

四、与现行法律、法规、强制性国家标准及相关标准协调配套情况

本标准是对GB/T 14146-2009《硅外延层载流子浓度的测试 电容-电压法》的修订和补充，仅修订测试技术内容和格式，与现行的法律、法规及国家标准、国家军用标准、行业标准没有冲突，不涉及知识产权纠纷。

1. 重大分歧意见的处理经过和依据

编制组根据起草前确定的编制原则进行了标准起草，标准起草小组前期进行了充分的准备和调研，并做了大量调查论证、信息分析和实验工作，标准在主要技术内容上，行业内取得了较为一致的意见，标准起草过程中未发生重大分歧意见。

1. 标准作为强制性标准或推荐性标准的建议

本标准是目前主流的硅外延层载流子浓度的方法之一，同时也适用于测试硅抛光片衬底和同质碳化硅外延片的载流子浓度，建议本标准将作为推荐性国家标准实施。

1. 废止现行有关标准的建议

本标准颁布后，将代替GB/T 14146-2009《硅外延层载流子浓度的测试 电容-电压法》，GB/T 14146-2009原标准废止。

1. 贯彻国家标准的要求和措施建议

本标准的实施与现有的其他标准没有冲突之处。本标准的制定和推广，有利于规范行业的发展，有利于国内半导体材料、符合大尺寸半导体硅片的质量监控与品质提升的需求，有利于提高国内半导体硅片的国内与国际市场竞争能力，实现高端半导体材料的民族自主可控。标准发布后建议组织标准宣贯推广会，促进标准的实施。

1. 其他需要说明的事项

本标准根据目前国内硅外延层载流子浓度的常用测试技术制定，如果以后该项测试技术和测试设备有较大更新，可在下一版中进行补充修订。

本标准作为推荐性国家标准供大家使用，若对结果有疑义，以供需双方商议的测试方法为准。