ICS 77.040

CCS H 17



中华人民共和国国家标准

GB/TXXXXX—XXXX

|  |
| --- |
|  |

氮化铝材料中痕量元素（镁、镓）含量及分布的测定 二次离子质谱法

|  |
| --- |
| Determination of the content and distribution of trace elements (magnesium, gallium) in aluminum nitride materials—Secondary ion mass spectrometry |
| （送审稿） |
|  |

XXXX-XX-XX发布

XXXX-XX-XX实施



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。

本文件起草单位：北京科技大学、中国科学院半导体研究所、有色金属技术经济研究院有限责任公司、中国科学院青海盐湖研究所、青海圣诺光电科技有限公司。

本文件主要起草人：齐俊杰、魏学成、闫丹、卫喆、胡超胜、李志超、许磊、王军喜、李晋闽。

氮化铝材料中痕量元素（镁、镓）含量及分布的测定

二次离子质谱法

1. 范围

本文件规定了氮化铝单晶中痕量镁元素和镓元素浓度及分布的二次离子质谱测试方法。

本文件适用于氮化铝单晶中镁元素和镓元素浓度及分布的定量测定，其中镁、镓的浓度均不小于1×1016atoms/cm3，元素浓度（原子个数百分比）不大于1%。

1. 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。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应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 22461 表面化学分析 词汇

GB/T 25186 表面化学分析 二次离子质谱 - 由离子注入参考物质确定相对灵敏度因子

GB/T 32267 分析仪器性能测定术语

1. 术语和定义

GB/T 14264、GB/T 22461、GB/T 25186、GB/T 32267界定的术语和定义适用于本文件。

1. 方法原理

在高真空（真空度优于10-7 Pa）条件下，氧离子源产生的一次离子，经过加速、纯化、聚焦后，轰击氮化铝样品表面，溅射出多种粒子，将其中的二次离子引出，通过质谱仪将不同质荷比的离子分开，记录样品中待测元素24Mg、69Ga和基质元素27Al的离子计数率之比。采用相同条件分别测量标准样品和待测样品，记录标准样品中的镁、镓分别与铝离子的二次离子相对强度随溅射时间的变化曲线。根据已知的最大注入浓度位置（Rp）与其溅射时间对应关系，或者溅射坑深度与总溅射时间关系，得到该测试条件下的溅射速率（SR），利用溅射速率将深度谱的时间横坐标转换为深度；根据杂质元素相对基质元素二次离子积分强度与注入剂量线性比例关系，由已知的杂质注入剂量分别计算得到镁和镓在氮化铝中的相对灵敏度因子（RSF）；利用RSF以及SR将待测样品的时间-相对离子强度曲线转化为杂质浓度-深度曲线，从而实现氮化铝单晶中镓和镁痕量杂质的定量分析。

1. 干扰因素

5.1 样品表面吸附的镁和镓可能影响其含量的测试结果，整个操作过程中应避免样品与外界过多的接触，在放入腔体前用干燥氮气吹净。

5.2 二次离子质谱仪存在记忆效应，若测试过镁和镓含量较高的样品，仪器样品腔内可能会残留镁和镓，影响镁和镓含量的测试结果。

5.3 仪器型号不同或者同一仪器的状态（例如一次离子束的束流密度、聚焦状态、电子倍增器效率、视场光阑以及对比光阑大小等）不同，都会影响本方法的检出限。

5.4 样品架窗口范围内的样品分析面应平整，以保证每个样品移动到分析位置时，其表面与离子收集光学系统的倾斜度不变，否则会降低测试的准确度。

5.5 测试的准确度随着样品的表面粗糙度增大而显著降低，对于不平整样品，应对样品表面化学机械抛光或者化学腐蚀抛光从而降低表面粗糙度。

5.6 标准样品中镁和镓的含量偏差会导致测试结果偏差。

5.7 标准样品中镁和镓的含量不均匀性会影响测试结果的准确性。

1. 试验条件

温度范围19-23 ℃，相对湿度30%-75%。

1. 仪器设备

二次离子质谱仪（SIMS）：应配备有氧离子源，具有分析筛选二次离子的能力，配备能检测正负二次离子的电子倍增器和法拉第杯，仪器分析腔的真空度优于10-7 Pa，仪器质量分辨率应优于1833。

样品架应使样品的分析面处于同一平面并垂直引出电场。

1. 样品
   1. 通用要求

样品的分析面应平坦光滑（粗糙度Ra≤2 nm）。典型样品的尺寸要求边长为6 mm～10 mm的近似正方形（至少一边不小于6 mm，两边长均不大于10 mm），总厚度范围为0.5 mm～2.0 mm。具体根据样品架尺寸要求确定样品尺寸。

由于氮化铝样品导电性差，测试时容易产生电荷积累导致样品电压发生畸变。通常建议对样品正反面蒸镀金/铂等以增加其导电性，正面的导电层厚度建议10 nm～20 nm。

* 1. 标准样品

通过离子注入在厚度大于1 μm的氮化铝单晶中分别注入69Ga或24Mg离子，分布不均匀性不大于5%，镁、镓元素最大浓度低于基体元素浓度的1%。

* 1. 待测样品

满足8.1要求。

1. 试验步骤
   1. 样品装载

将样品（待测样品与标准样品）放入样品架，操作过程中应避免样品污染，并检查确认样品是否平坦地放在窗口背面，并多覆盖窗口。一次装入的样品包括：一个标准样品，一个或多个待测样品。

将装有样品的样品架提前送入SIMS仪器的储存室，等储存室真空恢复到10-5 Pa。

将样品架传送到分析腔，等待恢复分析腔的真空度至10-7 Pa。

* 1. 仪器调试

开启仪器并设定所需的仪器参数。

确保一次离子束流和质谱仪的稳定性。

质谱仪的传输效率是可以调整改变的，在分析标准样品和待测样品时，应使用相同的传输效率。

* 1. 样品检测

移动样品架，对中测试样品在靠近窗口中央的地方进行溅射，对中一次离子束，选择合适的狭缝宽度来提升仪器质量分辨能力，进行质量校准。

选择合适的一次离子束束流和扫描面积，通过调整光阑来调整二次离子分析面积，要求扫描面积应大于分析面积的3倍以上。

打开电子枪，并根据二次离子计数率进行调试至最佳补偿条件。

运行SIMS仪器，进行样品剖析，采集杂质元素24Mg、69Ga和基质主元素27Al的二次离子，得到杂质二次离子相对强度-溅射时间曲线。对于离子注入样品，测到仪器检出限后20个周期以上为止；对于均匀掺杂样品，测试到指定深度。

用与测试标准样品同样的条件测试待测样品。

采用相对灵敏度因子法进行二次离子质谱定量分析。通过相对灵敏度因子计算公式与测试数据，计算出待测氮化铝中镁、镓元素的浓度。

1. 试验数据处理

为避免样品表面污染对实验结果造成的影响，建议去掉测试数据中前几个nm的异常信号。

* 1. 利用积分法求相对灵敏度因子如公式（1）所示：

………… ………………（1）

式中：

RSF——将离子强度比转换为浓度的相对灵敏度因子，atoms/cm3；

*Φ*R——标准样品中杂质离子(镓或镁)注入剂量，atoms/cm2；

*d*——测试分析结束后，溅射坑的深度，cm；

*I*R——基质体元素铝的二次离子强度，counts/s；

*I*b——仪器的本底信号强度，counts/s；

*I*A——杂质元素离子强度，counts/s。

* 1. 使用公式（2）和（3）分别计算待测均匀掺杂样品的杂质浓度CA以及待测离子注入样品杂质注入剂量：

*C*A=RSF×(*I*A/*I*R)…………………………………………（2）

…………………………………………（3）

式中：

*C*A——待测元素的原子浓度，atoms/cm3；

——待测元素的注入剂量，atoms/cm2；

如果需要对数据结果进行图形表达时，应将待测元素的二次离子强度*I*A-溅射时间*t*曲线转换为二次离子浓度*C*A-溅射深度曲线，给出所需测试周期内的测试结果分布图。

1. 精密度

该方法单一实验室Mg、Ga的浓度测量的相对标准偏差（RSD）不大于10%。

（该精密度是由同一实验人员在同一实验中对从同一材料上取不同的10个区域依次测试得到。）

1. 试验报告

试验报告应包括以下内容：

1. 测试环境（温度、湿度）、测试所用标准编号；
2. 所用SIMS仪器型号、实验人员、测试日期；
3. 一次离子束的类型、轰击能量；
4. 测试样品编号、标准样品的编号；
5. 结果及其表达形式；
6. 编制、审核、批准人签字。

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