国家标准《硅和锗体内少数载流子寿命测定 光电导衰减法》 编制说明（预审稿）

一、 工作简况

1. 立项目的和意义

半导体材料（尤其是集成电路工业）是电子信息产业的基础和核心，是国民经济现代化与信息化建设的先导与支柱产业。单晶的寿命间接反映了半导体中的金属沾污水平及晶体结构的完整性，对双极型器件的电流增益、正向压降和开关速度等起着决定性作用，也与太阳能电池的换能效率、半导体探测器的探测率和发光二极管的发光效率有关。由于晶体的纯度非常高，作为集成电路衬底的硅片金属沾污的含量要求是非常低（一般要求在几个 ppta 或更低），这也就使得检测非常困难，也正因为如此，利用测量单晶棒或单晶锭的寿命来评价硅、锗中的金属沾污水平的方法一直是半导体材料测试的重要方法，也是单晶检验的基础指标之一。

最早最传统的测试方法就是本标准对应的少数载流子寿命的光电导衰减法。该方法从上世纪 60-70 年代就是硅、锗单晶最基本的常规测试方法，也是单晶质量最基本的评价参数，也是国内外的多晶、单晶企业目前普遍使用的方法。

目前，测量半导体材料寿命的方法有很多种，如：直流光电导、高频光电导、微波光电导、稳态表面光电压、准稳态光电导等等。不同方法对应了不同的测试对象，不同的测试参数。例如：直流光电导和高频光电导主要用于单晶棒或块状样品；稳态表面光电压可以测试轻掺样品中的扩散长度和 P 型硅片中的铁含量；微波光电导主要用于太阳能电池用硅片的测试，相对来说要求样品的电阻率较低，厚度较薄，等等。前三者方法测量的是是非平衡少数载流子寿命，而后两者方法测量的是是非平衡载流子复合寿命。虽然这几种方法都被使用，但行业内对这几种测试寿命的方法的应用对象和检测参数的差别不清楚，混淆了该标准和其他测试方法的区别。通过本次标准的修改将严格限制和区分本方法的测试条件。

2. 任务来源

根据国家标准委发[2021]12 号文件要求，由有研半导体硅材料股份公司负责

国家标准《硅和锗体内少数载流子寿命测定 光电导衰减法》的修订工作，计划编号为 20210889-T-469。2021 年 6 月 4 日，有研半导体材料有限公司正式更名为有研半导体硅材料股份公司，公司名称变更通知函见附件。

3. 项目承担单位概况

有研半导体硅材料股份公司（以下简称“有研半导体”）成立于 2001 年 6 月，系中央企业有研科技集团有限公司（以下简称“有研科技集团”）的下属公司，注册资本 130161 万元人民币。有研半导体是国家级高新技术企业和首批国家技术创新示范企业，拥有半导体材料国家工程研究中心、国家企业技术中心，共建了国家有色金属及电子材料分析测试中心，位于北京市高新技术产业云集的中关村科技园区，员工七百余人，拥有整套具有自主知识产权的半导体硅材料的核心技术和符合国际标准的先进厂房设备。公司前身为有研科技集团 401 室，自上世纪 50 年代开始硅材料研究，承担了国家 908、909、科技重大专项等重大工程和专项，拥有多项第一科研和产业化成果：拉制出国内第一根直拉硅单晶和第一根区熔硅单晶，生长出国内第一根 12 英寸硅单晶并为院士联合评为 1997 年十大科技新闻，第一家实现 8 英寸硅片批量产出，第一家建立 12 英寸硅片中试线。目前主要从事硅和其它电子材料的研究、开发与生产，提供相关技术开发、技术转让和技术咨询服务。主要产品包括数字集成电路用 6-12 英寸硅单晶及硅片、功率集成电路用 6-8 英寸硅片、3-8 英寸区熔硅单晶及硅片、集成电路设备用超大直径硅单晶及硅部件等，产品可应用于集成电路、功率器件、太阳能等多个领域，远销美国、日本、韩国、台湾等多个地区，在国内外市场具有较高的知名度和影响力。

山东有研半导体材料有限公司成立于 2018 年 8 月，由有研半导体硅材料股份公司和德州经济技术开发区景泰投资有限公司共同出资成立，注册资本 150000 万元，承接有研半导体硅材料股份公司的资产和业务，公司主营业务是半导体材料及其他新材料的研发、生产、销售、贸易；相关技术开发、转让和咨询服务；相关器件、零部件、仪器设备的研制、销售、贸易；进料加工和“三来一补”业务等。2020 年 10 月山东有研正式通线，主要 8 英寸-6 英寸抛光片已经量产。

4. 主要工作过程

4.1 起草阶段

本项目在立项后，成立了专门的标准编制小组，进行了设备、用户要求、相关标准应用等方面的调研和收集；结合多年来国内外用户对硅和锗体内少数载流子寿命测定的要求和测试实践，提出了本标准的初审稿，并制定了涉及精密度的单个实验室和多个实验室的测试方案。

4.2 召开工作会议阶段

2021年10月9日，由全国半导体设备和材料标准化技术委员会材料分会组织，《硅和锗体内少数载流子寿命测定 光电导衰减法》国家标准第一次工作会议（讨论会）在新疆维吾尔自治区乌鲁木齐市召开，参会有广州昆德半导体测试技术有限公司、青海芯测科技有限公司、江苏中能硅业科技发展有限公司、中国电子科技集团公司第四十六研究所、北京有色金属研究总院等24个单位38名专家。经与会专家们充分讨论后，取得了征求意见稿的修改共识及意见，标准工作组据此对征求意见稿进行了修改。

5. 标准主要起草单位及人员所做的工作

本文件的主要起草单位为有研半导体硅材料股份公司、广州昆德半导体测试技术有限公司、青海芯测科技有限公司、云南临沧鑫圆锗业股份有限公司。其中有研半导体硅材料股份公司为牵头单位，负责标准主要内容的确定及标准文本、编制说明的编写工作。广州昆德半导体测试技术有限公司、青海芯测科技有限公司、云南临沧鑫圆锗业股份有限公司参加了多个实验室的巡回测试；同时分别负责了标准中的不同部分，为确定技术指标时提出了宝贵意见，为标准文本的完善做出了贡献。

本文件主要起草人孙燕、宁永铎、朱晓彤、薛心禄、王昕、普世坤

	姓名	工作内容
主要 研 制 人 员	孙燕	组织标准的编制和巡回测试，对标准文本、编制说明的编写及试验数据进行统计审核
	宁永铎	标准文本的审核和完善
	朱晓彤	参与标准文本的编写，负责编制说明
	薛心禄	负责直流光电导方法部分的修订；参与标准的巡回测试和测试数据的讨论，并对标准的文本提出意见。
	王昕	负责高频光电导方法部分的修订；参与标准的巡回测试和测试数据的讨论，并对标准的文本提出意见

	普世坤	主要审核标准中锗单晶部分的内容，参与标准的巡回测试和测试数据的讨论，并对标准的文本提出意见
--	-----	---

二、 标准编制原则和确定标准主要内容的依据

1. 编制原则

1) 本文件编制主要依据 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》、GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的原则进行起草。

2) 标准编制过程中，引用了 GB/T 1551《硅单晶电阻率的测定 直排四探针法和直流两探针法》、GB/T 26074《锗单晶电阻率直流四探针测量方法》、GB/T 14264《半导体材料术语》、GB/T 1550《非本征半导体材料导电类型测试方法》的内容。

3) 有研半导体是隶属于有研集团，从上世纪60年代开始拥有和使用过锗、硅单晶的多种载流子寿命测试设备，包括高频光电导方法、微波光电导方法、直流光电导方法、表面光电压方法等在内的多台国内外的寿命测试设备，积累了丰富的实践中经验，我们在参照国外标准的同时，结合多年来的实践，研究各种寿命之间的关系以及各种测试方法的特点，在标准中融入了多年来测试、校准的经验。

4) 本次标准编制过程，我们主要联合了设备制造商广州昆德半导体测试技术有限公司和拥有 CNAS 资质且主要进行多晶硅检测的青海芯测科技有限公司，同时，在三家一起完成了高频光电导国家标准样品研制任务的基础上对本标准进行修订。

2. 主要变动内容及依据

本标准代替 GB/T 1553-2009《硅和锗体内少数载流子寿命测定 光电导衰减法》。本标准与 GB/T 1553-2009 相比，主要有以下变动：

1) 由于现在国内厂家普遍使用高频光电导法，高频光电导和直流光电导方法测量少子寿命的地位相当，只是两个测试方法中样品的要求不同，因此除保留直流光电导测试方法之外，将附录中的高频光电导方法移至正文中；

2) 封面标准的英文名称将“silicon”和“germanium”的顺序颠倒,删除“by”,增加“——”。

标准的中文名称是硅和锗,将英文名称一一对应。

3) 范围中增加了适用于直流光电导衰减方法的样品要求“具有特殊的尺寸和欧姆接触的长方体单晶样品”。(见第1章)。

高频光电导测试方法中样品是有一定的形状尺寸,一般情况下以块状为主,因此在本标准中规定了样品的尺寸大小。

4) 范围中增加了硅单晶及锗单晶的适用范围。硅单晶:电阻率(10~5000) $\Omega\cdot\text{cm}$, 寿命 100~5000 μs ; 锗单晶:(范围待定)。(见第1章)。

5) 规范性引用文件中将 GB/T 1551-2009《硅、锗单晶电阻率测定 直流两探针法》替换为 GB/T 2021《硅单晶电阻率的测定 直排四探针法和直流两探针法》;增加了 GB/T 26074-2010《锗单晶电阻率直流四探针测量方法》。(见第2章)

6) 修改了少数载流子寿命的定义,删除了表观寿命;增加了灯丝寿命、少数载流子寿命、注入水平的定义;并且修改了体寿命的定义。(见第3章)

因本标准是针对少数载流子寿命的测量,所以增加了少数载流子寿命的定义。原标准的表观寿命释义实则是 $1/e$ 寿命,而 $1/e$ 寿命又称表观寿命,因此在本标准中删除了表观寿命的术语,增加了 $1/e$ 寿命术语。

7) 干扰因素是针对测试中可能碰到的问题提出的,是从人、机、料、法、环不同方面出发,结合多年来实践中的经验积累,甚至是经验教训提出的,是对依据本标准得到具有很好重复性、稳定性的正确测试结果的提示。

将原标准的 8.9 加入本标准干扰因素 4.1 陷阱效应的影响中,删除“沿衰减曲线进一步延伸,由衰减曲线.....,消除方法见 8.9”。(见第4章)

8) 干扰因素中增加了“注入比”对测试结果的影响。

注入比严重影响测试结果,少数载流子寿命测试需要保证在小注入条件下进行。若不在小注入条件下,不能检测出少数载流子寿命,使检测数据有所偏差。

9) 干扰因素中增加了“电阻率”对测试结果的影响。

测试样品的电阻率会影响少数载流子的小注入条件,为了保证获得真实的寿命数据,限定测试样品的电阻率测试范围。

10) 干扰因素中修改了滤波片对测试结果的影响,删除了“应选择厚度 1 mm、

与被测样品材料相同”滤波片的限定条件。并增加了在直流光电导-脉冲光法测试时才使用滤波片，目的是来增加注入载流子密度的均匀性。

11) 干扰因素中增加了“样品尺寸及表面”对测试结果的影响。

传统的直流光电导测试-脉冲法中采用的样品一般是长方体，但是目前直流光电导-斩波光法也能测试圆柱体的样品，不同形状的样品对测试结果也存在不一样的影响。因此在干扰因素中增加了长方体样品及圆柱体的样品尺寸。

12) 干扰因素中增加了“研磨材料”对测试结果的影响。

样品的体复合寿命也会受研磨材料的影响。此外，研磨好的样品断面有利于形成良好的欧姆接触。

13) 干扰因素修改了“电场”对测试结果的影响

对于直流光电导衰减法来说，少数载流子被电流产生的电场扫出样品的一端，少数载流子就不会形成衰减曲线。而高频光电导测试方法却不受电流产生的电场影响。

14) 干扰因素讲“注入量的影响”修改为“电导率调幅效应”

对于直流光电导-脉冲光法和高频光电导方法测试时样品电导率调幅必须很小，这样样品上电势差的衰减才等价于光生载流子的衰减。

15) 调整了“本标准可测的最低寿命值为 $10\ \mu\text{s}$ ，取决于光源的内在特性....”及“本标准不适用于抛光片的验收测试”位置，将其归入直流光电导衰减法的方法原理一章。（见第 5 章）

16) 改了试剂和材料中研磨材料的要求（见 7.1.2，2009 版的 7.1.2），改为“氧化铝粉或合适的研磨材料”。

除了氧化铝粉，市场上流通的其他研磨材料很多，只要能满足要求都可以。

17) 改了测试装置中的光源要求（见 6.2，2009 版的 6.2），增加了“用于硅样品测量的光源光谱分布的最大值应在波长范围 $1.0\ \mu\text{m}$ - $1.1\ \mu\text{m}$ 、锗样品的波长 $1.5\ \mu\text{m}$ - $1.8\ \mu\text{m}$ 。用单色光源时，无需再光源前增加滤光片及矩形窗孔膜片”。

对于直流光电导-脉冲光测试方法来说，能够测试硅样品也能测试锗样品，对光源波长的要求也各不相同。因此在本标准中对硅和锗样品测试光源的波长范围进行了一定的约束。

18) 修改了示波器面板上指数衰减曲线的公式 $y = 6e^{\left(-\frac{x}{2.5}\right)}$ (见 6.7.2, 2009 版的 6.7.2)。增加了式中字母含义的解释“x 表示寿命时间, 单位为微秒 (μs); y 表示为光电导电压, 单位为伏特 (V)”。

19) 测试装置中增加了“计算机及软件系统 (含高速数据采集卡、计算机) 代替示波器。增加了数据采集卡和计算机的要求: “数据采集卡: 采样频率 ≥ 10 MHz, 输入范围 $\pm 5\text{V}$, 精度 DC $\pm 1\text{LSB}$; 计算机: 配置能够满足检测要求”。

20) 删除了清洗和干燥、研磨等设备。(见 7.6、7.7, 2009 年版的 7.6、7.7) 将清洗和干燥、研磨设备揉和在操作步骤里, 将设备单拎出来有点显得繁杂。

21) 将“欧姆接触材料和欧姆接触”揉和为“制备欧姆接触”

22) 增加了测试条件, 温度、湿度、大气压的限制条件

由于测试的温度对半导体杂质的复合特性影响非常强烈, 只有在适宜的温度下才能得到准确的测试数据; 湿度及大气压对仪器也有影响, 为了数据的稳定性, 还需要在适宜的湿度和大气压下进行测试。

23) 重新进行了单个实验室及多个实验室巡回测试, 计算了硅样品、锗样品的相对标准偏差作为直流光电导测试-脉冲光法的精密度。

24) 针对高频光电导测试方法, 高电阻和低电阻的样品对小注入满足的条件不一样。在本方法中明确满足小注入条件的要求, 同时规定测试样品的电阻率范围。

25) 在高频光电导测试方法原理中, 增加了“计算机的显示”
随着测试仪器的改造升级, 计算机能够更直观地看出衰减曲线的变化, 帮助测试者更好地读取测试数据。

26) 修改了高频光电导测试方法的电路图, 电路图中增加了红外发光管或激光器等光源、数字存储示波器/计算机专用软件系统 (包含告诉数据采集卡及工控机); 删除了硅滤光片的示意图; 同时取样电阻修改为取样器

在使用氙灯光光源的时候, 需要透镜及滤光片来构成光学系统; 随着技术的升级与改造, 目前的光学系统有用红外发光二极管及激光器代替氙灯光光源。

27) 修改了高频电源的内容, 电源频率由原来的“25MHz~35MHz”修改为“频率 30MHz, 频率精度不低于 10^{-4} ”, 还增加了“当负载小于 $100\ \Omega$ 时, 输出功

率不低于 1W”

为了保证测试结果的稳定性,也为了避免因电源频率不稳定造成数据的偏差,在此操作过程中对电源频率进行了限定,还对频率精度进行了约束;此外考虑到负载比较小的时候,输出的功率也会影响测试的结果,因此又对输出功率进行不低于 1 W 的要求。

28) 扩大了检波器的频率响应范围,由“2Hz~1MHz”扩大到“2Hz~2MHz”。

29) 增加了高频光电导的精密度,希望帮助使用者对误差的了解。

30) 在附录增加了直流光电导-斩波光测试方法,涉及到斩波光法测试的范围、干扰因素、测试设备、测试步骤、测试条件,计算方法等,并给出此检测方法的测试精密度。

由于直流光电导-脉冲法只能测试硅和锗的长方体样品,而直流光光电导-斩波光法只能测试硅长方体或者圆柱体样品,二者相辅相成。

三、标准水平分析

本标准修订过程中参照国外标准的同时,也结合多年来的实践,在标准中融入了多年来测试、校准、维修的经验,目的是给国内单晶供需双方提供更好的依据,也为国内设备商对设备的研制提供了参考。修订后的标准中具有更普遍的实用性。本标准达到国际一般水平。

四、与我国有关的现行法律、法规和相关强制性标准的关系

本次修订与现行的法律、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。

五、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、信息分析和试验工作。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。

六、标准作为强制性标准或推荐性标准的建议

建议本标准作为推荐性国家标准发布实施。

七、代替或废止现行有关标准的建议

本标准颁布后,将代替 GB/T 1553-2009《硅和锗体内少数载流子寿命测定 光

电导衰减法》，GB/T 1553-2009 可废止。

八、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，能积极有效地规范国内半导体硅和锗体内少数载流子寿命的测试方法，有利于行业的发展，从而更好地满足半导体产业发展的需要。标准发布后建议组织标准宣贯推广会，促进标准的实施。

九、其他需要说明的事项

为了更好地发挥该标准的作用，使该标准在尽可能短的时间里在生产及使用单位得到应用，该标准发布实施后应及时进行宣贯。

本标准适用于非本征硅和锗单晶体内载流子复合过程中非平衡少数载流子寿命的测量，同时本标准也是生产、科研中应用广泛和非常实用的标准。

标准编制组

2022年7月14日