

国家标准《半导体晶片表面金属沾污的测定 全反射 X 射线荧光光谱法》 (讨论稿) 编制说明

一 工作简况

1. 立项目的和意义

集成电路和光伏产业是信息技术产业的核心，是国家重要的基础性、先导性和战略性产业，是推动国民经济和信息化发展最主要的高新技术。近 10 年来，我国的集成电路和光伏产业发展迅猛，核心工艺技术水平 and 世界先进水平的差距不断缩小。

半导体晶片是信息技术产业中半导体制造业的基础材料，在加工使用过程中的金属杂质控制与检测是关乎产品性能的重要手段与指标。在工艺生产过程中晶片表面极其少量的金属污染的存在都有可能对导致器件功能失效或可靠性变差，因此在制造生产过程中对晶片表面金属杂质污染的控制尤为重要，检测规范非常严格。

目前，在半导体行业晶片表面金属沾污的检测方法很多。化学分析电子能谱法、俄歇电子能谱法、二次离子质谱法、电感耦合等离子体质谱法、气相分解原子吸收光谱法等。但是化学分析电子能谱法，其元素的表面面密度检测限为 10^{13} atoms/cm²；俄歇电子能谱法其元素的表面面密度检测限为 10^2 atoms/cm²，且二次离子质谱法对原子序数在 22~30 的钛和锌之间的过渡元素不能提供足够的检测极限，这些方法虽然是非破坏性的，但由于检测限比较低，对于一些特定的元素不能检出。二次离子质谱法、电感耦合等离子体质谱法、气相分解原子吸收光谱法都是破坏性的，检测受限，且气相分解原子吸收光谱法没有有效空间信息，分析时间比较长。综合之下，全反射 X 射线荧光光谱法（简称 TXRF）是非破坏性检测、检测时间短、检测范围大、制样简单等被半导体行业广泛使用。

但由于之前此方法只是在硅厂家使用比较多，近年来砷化镓、碳化硅等化合物半导体材料迅速兴起，其对表面金属的要求与 200mm（8 英寸）以下的硅片要求相当，因此 TXRF 方法因无损检测、样品制备简单、干扰因素少等特点被越来越多地用于砷化镓、碳化硅等化合物及其他半导体材料镜面晶片的表面金属测试。目前有企业或联盟申报制定碳化硅表面金属沾污的 TXRF 测试方法标准，但当同一方法、同一设备测试不同样品，又不存在样品测试处理上的根本差别时，如果出现两个不同的测试方法标准，可能涉及应用上不必要的技术纠纷，特别是对于第三方检测机构和涉及仲裁而言。本次标准的修订意将其他化合物半导体也容纳在内，并进行巡回测试，满足我国当前的半导体材料的现状，有利于规范和统一国内晶片表面金属杂质测试操作流程，有助于提升国内半导体材料的产品质量，提高国内半导体材料在国内和

国际市场的竞争力和影响力，促进我国半导体行业与国际标准接轨。

2. 任务来源

根据《国家标准委关于下达 2021 年第一批国家标准制修订计划的通知》（国标委综合[2021] 号）的要求，由有研半导体硅材料股份公司负责牵头编制《半导体晶片表面金属沾污的测定 全反射 X 射线荧光光谱法》，计划编号：20211956-T-469。

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

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全反射 X 射线荧光光谱法的要求和实践，提出了本标准的讨论稿，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。

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 14264《半导体材料术语》、GB/T 25915.1-2021《洁净室及相关受控环境 第1部分：按粒子浓度划分空气洁净度》的内容。

2. 本标准是在对 GB/T 24578-2015《硅片表面金属沾污的全反射 X 光荧光光谱测试方法》国际先进标准的充分理解、消化吸收和实践的基础上，对原有的国家标准进行修订。

3. 与原标准相比，本次修订主要有如下变化：

3.1 在 1.2 中除硅抛光片外，增加了：“本文件适用于硅片、SOI、砷化镓、碳化硅、蓝宝石等抛光晶片表面金属沾污的测定。尤其适用于硅片清洗后自然氧化层，或经化学方法生长的氧化层中沾污元素面密度的测定。”在该标准 2009 年发布至今，我们再承接大量硅抛光片和外延片的表面金属测试时，也应测试单位的要求，对砷化镓、SOI、碳化硅、蓝宝石不同衬底进行了表面金属的测试和究。为此我们查阅了国内外的相关资料，并对这些材料测试的重复测量、片子表面洁净程度及粗糙程度的影响进行了验证。

3.2 在引用文件中，将原来的 GB 50073-2013《洁净厂房设计规范》更改为 GB/T 25915.1-2021《洁净室及相关受控环境 第1部分：按粒子浓度划分空气洁净度》。

3.3 在术语中增加了全反射这一术语的解释。并修改了掠射角的解释。

掠射角之前的解释：全反射X光荧光光谱测试方法中X射线的入射角度。这句话未能很清楚明白解释掠射角的定义，因此在参考别的标准时将定义修改为：“样品表面平面与包含入射到样品表面的X射线的虚拟平面之间的夹角”这一解释很的诠释了掠射角并符合术语定义的要求。

3.4 测试条件中增加了温度、相对湿度及空气洁净度的要求。

在测试过程中，湿度和温度不仅对测试设备有影响，当湿度比较大的时候，在测试过程中可能会引起测试样品表面金属沾污，对测试结果有一定的影响。

3.5 增加了测试环境干扰因素。并将设备、TXRF 测试方法、晶片表面的干扰因素分开。

3.6 在测试步骤中删除了“X 射线源的电压、X 射线源的电流、X 射线源能量、掠射角、积分时间、分析室的环境、样品上的测试位置，可由供需双方协商确定”等。

在实际测试的过程中，针对相同的测试样品，X 射线源的电压、电流、能量是恒定不变的，

相同样品的掠射角在测试过程中也是不变的，因此在这一过程中根据待测样品选择合适的分析条件即可。

3.7 精密度增加砷化镓、碳化硅抛光片（可能的话，加上其他材料抛光片）的巡回测试数据。

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、校准的经验，目的是给国内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。

四 与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系

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 标准作为强制性或推荐性标准的建议

建议本标准为推荐性的国家标准。

七 代替或废止现行有关标准的建议

本标准是首次制定标准，无代替或废止现行标准的建议。

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晶片表面金属沾污的测定，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 其他需要说明的问题

本标准是硅抛光片的在线测试方法标准，也是生产、科研中应用广泛和非常实用的标准。具有非破坏性、无接触、准确性的优点了修改后的标准适用范围扩大，应用于砷化镓、SOI、碳化硅、蓝宝石等多种衬底材料的表面金属测试，具有很强的实用性和良好的经济、社会效益。