



CASA

第三代半导体产业技术创新战略联盟
China advanced semiconductor industry
innovation alliance

团体标准

T/CASA 009 《半绝缘 SiC 材料中痕量杂质浓度及分布的二次离子质谱检测方法(征求意见稿)》

编制说明

2019 年 8 月

目录

一、工作简况	1
1. 任务来源	1
2. 标准制定的意义	1
3. 起草单位	1
4. 编制过程	2
二、标准主要内容	2
1. 修订原则及流程	2
2. 主要技术内容的说明	2
2.1 适用范围	2
2.2 规范性应用文件	3
2.3 术语及定义	3
2.4 方法原理	3
2.5 干扰因素	3
2.6 试样准备	4
2.7 测试方法	4
2.8 结果计算	4
三、重大分歧意见的处理经过和说明	5
四、工作组层面征求意见情况	5
五、标准的属性	5
六、专利的知识产权说明	5
七、国外相关法律、法规和标准情况的说明	5
八、其他说明事项	5
附表 1 重要意见的采纳情况	6

《半绝缘 SiC 材料中痕量杂质浓度及分布的二次离子质谱检测方法（征求意见稿）》

编制说明

一、工作简况

1. 任务来源

为提高半导体材料 SiC 中痕量杂质的检测精度，改善 SiC 基电子器件的性能，2019 年第三代半导体产业技术创新战略联盟（CASA）标准化委员会于 2019 年 8 月正式立项联盟标准 CSA010-201X《碳化硅材料中痕量杂质浓度及分布的二次离子质谱检测方法》。

2. 标准制定的意义

第三代半导体材料是近 20 年刚刚发展起来的新型宽禁带半导体材料，已成为半导体设备中使用的主要材料之一，不仅满足下一代航天和其它系统装备的应用要求，同时在太阳能电池、发电传输等民用领域也展现出其巨大的应用潜力。自 20 世纪 80 年代以来，美、日、欧等发达国家将发展宽禁带半导体技术放在极其重要的战略位置。SiC 半导体材料具有高击穿电场、高热导率、高电子饱和速率和极佳的抗辐射能力，非常适合制作高温、高频和大功率电子器件。另外，由于其光学带隙较宽，可用于制备紫外光发光器件以及短波长激光器、微波功率器件等。因此，SiC 半导体材料有望在电子电路、微纳器件等民用和军事领域发挥重要的作用。

对于 SiC 半导体器件而言，SiC 中痕量杂质元素浓度及其分布是决定其性能的关键因素。因此，痕量杂质元素浓度及分布的高精度检测对于精密电子电路及器件的研制具有重大的指导意义。二次离子质谱仪是用来检测材料中痕量杂质元素浓度及分布的最常用且最精准的设备。目前我国关于二次离子质谱方法高精度检测半导体材料 SiC 中的痕量杂质（Al、V）浓度及分布仍未形成一套完善的标准体系，因此制定出一套相应的标准对于 SiC 半导体材料在微电子器件中的应用具有重要的理论意义和实际应用价值。

3. 起草单位

北京科技大学

中国科学院半导体研究

深圳第三代半导体研究所

中国科学院苏州纳米所

北京大学

.....

4. 编制过程

2019 年 3 月,《碳化硅材料中痕量杂质浓度及分布的二次离子质谱检测方法标准》(下文统一简称《标准》)标准计划立项。

2019 年 3-4 月,组建起草组,起草组成员包括:北京科技大学、中国科学院半导体研究所、深圳第三代半导体研究所、中国科学院苏州纳米所、北京大学。

2019 年 5 月在中国科学院半导体研究所召开起草组第一次会议。会议讨论了 GB/T 16555 和 GB/T 22461 两个标准内容之间的异同点,参照以上标准据初步制定《标准》初稿。另外,在本月通过电话会议的形式再次对《标准》初稿内容进行了讨论,并就具体内容进行分工。

2019 年 6 月,根据起草组内各成员单位完成的工作进行讨论,并对《标准》初稿中的争议点进行讨论,最终,完成各部分内容的合稿,并形成《标准》讨论稿。

2019 年 7 月,邀请国内相关专家,在中国科学院半导体研究所召开联盟标准技术研讨会,对讨论稿有异议内容进行讨论,并定向征求了国内有关专家和技术人员的意见。

2017 年 8 月,完成标准草案,在工作组层面征集意见。

2017 年 9 月,起草组内各成员单位通过电话会议就草案反馈意见进行讨论,针对讨论结果安排后续修改工作,向意见人反馈讨论结果,并形成征求意见稿。

二、标准主要内容

1. 修订原则及流程

以 GB/T 16555(含碳、碳化硅、氮化物耐火材料化学分析方法)为主干,结合 GB/T 22461(表面化学分析词汇),并据具体内容和碳化硅中痕量杂质检测方法进行《标准》的制定。内容均在广泛调研的基础上,先由起草组内讨论后提出标准初稿,然后再以通讯和会议两种形式听取国内有关专家和技术人员的意见,反复修改、增补和删除后,形成标准草案。

2. 主要技术内容的说明

本节的内容采用本文的编排方式,与标准中对应内容的章节编号并不一致。

2.1 适用范围

本标准界定了碳化硅材料中痕量杂质浓度及分布的二次离子质谱检测方法相关的术语、定义和测试方法,适用于半导体碳化硅材料中痕量杂质(铝、钒)浓度及分布的二次离子质谱检测等领域,其它杂质的检测也可参照本标准。

2.2 规范性应用文件

GB/T 14264 界定的以及下列术语和定义适用本文件

GB/T 16555 含碳、碳化硅、氮化物耐火材料化学分析方法

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

SN/T 0256 出口碳化硅分析方法 碳化硅含量的测定

2.3 术语及定义

GB/T 14264、GB/T 22461 界定的以及下列术语和定义适用本文件。

2.4 方法原理

该部分内容对应《标准》的第4章内容，详细阐述了二次离子质谱仪检测半导体碳化硅材料中的痕量杂质铝、钒浓度及分布的方法原理。经过讨论和征求意见后决定予以保留 GB/T 16555 中的一般性描述，对部分内容做出以下主要改动：

- (1) 补充了痕量杂质定量分析的具体操作方法，即通过计算相对灵敏度因子，将时间-离子强度曲线转化为深度-浓度曲线。
- (2) 补充了二次离子质谱仪工作原理图，具体原理见图1。

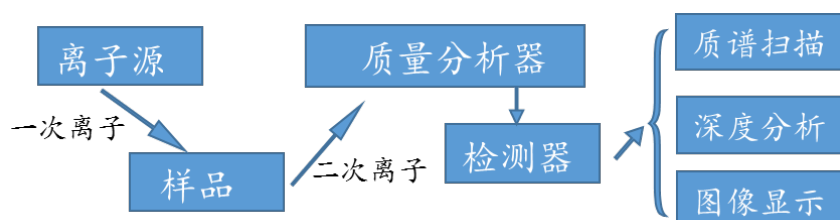


图1 二次离子质谱仪工作原理图

2.5 干扰因素

本部分内容对应《标准》的第5章内容，描述了碳化硅材料在进行痕量杂质浓度及分布的检测过程中存在的干扰因素。由于 GB/T 16555 中的大部分内容适用且采用的也是二次离子质谱仪的检测方法，经过讨论和征求意见后决定予以保留，对比 GB/T 22461，对部分内容做出以下主要改动：

- (1) 删除“在样品架窗口范围内的样品表面应平整，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，否则测量的准确度和精度会降低”这一项。经过广泛讨论后认为标准中要求的样品架窗口范围内的样品表面应平整，这是对样品表面的要求，与干扰因素中的“样品表面粗糙度对检测结果有影响”相互重复，因此删除该项。

(2) 删除“标准样品中铝、钒分布不均匀会影响测量精度”这一项。经过广泛讨论后认为，既然确定为标准样品，其中的目标杂质元素就应该是非常均匀的，不然无法被当做标准样品。该说法自相矛盾，因此删除该项。

2.6 试样准备

该部分内容对应《标准》的第 7 章内容，描述了半导体材料碳化硅在用二次离子质谱仪进行痕量杂质检测时，对检测样品的要求。由于 GB/T 16555 中的大部分内容适用且采用的也是二次离子质谱仪的检测方法，经过讨论和征求意见后决定予以保留，对比 GB/T 22461，对部分内容做出以下主要改动：

- (1) 规范了标准样品的尺寸大小，其具体尺寸约为 10mm×10mm。
- (2) 规范了空白样品的尺寸大小，其具体尺寸约为 10mm×10mm。
- (3) 规范了测试样品的尺寸大小，其具体尺寸约为 10mm×10mm。

2.7 测试方法

该部分内容对应《标准》的第 8 章内容。为了使碳化硅中痕量杂质的检测具有更高的精确度，同时优化二次离子质谱仪的检测极限，在对二次离子质谱仪进行操作时，应当对设备的相关参数进行优化，以达到高精度、低检测限的要求。通常对检测限有影响的参数如表 1 所示，在开始实验前，应根据基底材料及杂质元素的性质，选择最优的测试条件，以达到最好的检测结果。

另外，为验证测试结果的可靠性，本标准对每个样品中检测点的取点方法进行了介绍，基于测试材料的尺寸大小约为 10mm×10mm，通常采用的取点方法为 5 点取样法，借此以避免样品的不均匀性给实验结果带来的影响。

表 1 碳化硅中痕量杂质的检测相关参数

参数 样品	一次离子 源	一次离子 束流	一次离子 能量	溅射面积	分析面积	相对灵敏 度因子
1						
2						
3						
...						

2.8 结果计算

该部分内容对应《标准》的第 9 章内容，具体地给出了利用相对灵敏度因子法将时间-强度曲线转化为深度-浓度曲线，实现了碳化硅材料中杂质的定量分析。由于 GB/T 16555 中对杂质元素的定量分析也是采用相对灵敏度因子法，其结果计算板块大部分内容适用，经过讨论和征求意见后决定予以保留。

三、重大分歧意见的处理经过和说明

本标准在起草的过程中通过邮件、会议等形式，反复征求意见并修改，在征求起草组内部相关专业成员的意见的同时，也积极征求了起草组以外行业专家的意见。对于个别术语的定义，实在不能统一的，以征求起草组成员多数意见为准。现提交的标准稿已经过充分讨论，全体起草组成员同意送审，无原则性分歧意见。

四、工作组层面征求意见情况

2019年8月，起草组就《标准（草案）》向工作组内各单位征求意见，共收到征求意见数目5条。起草组于9月就收到的意见通过电话会议进行讨论，确认采纳、部分采纳的意见5条，未采纳0条。重要意见的采纳情况见附表1。

五、标准的属性

本标准团体标准、本标准首次发布。

六、专利的知识产权说明

本标准规定的内容不涉及专利。

七、国外相关法律、法规和标准情况的说明

该标准属方法标准，不涉及国外相关法律、法规。目前国外尚无同类标准。

八、其他说明事项

无

附表 1 重要意见的采纳情况

序号	涉及章节	意见内容	采纳情况	理由
1	7.2	空白样品要求挺高。具体可以咨询国内的EAG测试方法。这个方法很成熟了。有必要建立标准吗？待讨论吧。	采纳	有必要建立标准。EAG 的空白样品是指不包含待测元素的样品；我们的空白样品是指近乎无杂任何杂质的洁净样品，这样会减小因为基体效应而引起的测量误差，而且对腔体的污染也会减小。
2	2.3	“2.3 一般术语”一节的标题不对，这节的内容不是术语，改为缩略语？	采纳	
3	2.4	补充原理图，记录表格式	采纳	二次离子质谱仪是一种检测精度极高的检测设备，补充该设备的工作原理图有助于对检测过程有个更清晰的认识，方便对此标准的理解。
4	6.1	两个附件所描述的内容和解决的技术难题完全一致，且内容上有大量相同的描述。是否考虑针对该问题“半导体材料中的痕量杂质元素浓度及分布的高精度检测仍是一技术难题而痕量杂质元素浓度及分布对其微电子器件的性能具有重大的影响”，梳理一个更具有普适性的标准。 文中存在笔误，请仔细修改。	采纳	两种设备的分析原理都是根据质荷比不同来分辨元素，不同的是不同离子在分析器中飞行的时间不一样进行筛选，CAMECA 是根据磁偏转角度，把不在范围内的排除掉；除此之外，TOF 的 survey 范围更广，CAMECA 的检测限更低，根据不同需求，选择不同的检测仪器。
5	4	概述中并不明确半绝缘 SiC 材料有几种检测方法，为什么用二次离子质谱	采纳	（1）激光剥蚀电感耦合等离子体质谱法 激光剥蚀电感耦合等离子体质谱法作为一种固体直接进样和微区

		这个检测方法？建议补充说明。另外，SiC 材料采用飞行时间二次离子质谱仪，而 SiC 材料采用双聚焦二次离子质谱仪，也建议把这个测试仪器及主要区别说清楚。	分析技术，广泛应用于地质，金属，生物和晶体中元素含量和分布分析。然而校准方法一直是其面临的巨大挑战之一，另外基体效应和元素的分馏效应是影响分析结果准确性和精确性的重要因素。样品前处理复杂，可能带来污染，制样复杂耗时，不能检测 S, I, F (2) 二次离子质谱法 1.获得样品最表层 1-3 个原子信息深度信息； 2.可以检测同位素，用于同位素分析； 3.达到 ppm~ ppb 级的探测极限。 4. 可以并行探测所有元素和化合物，离子传输率可以达到 100%。 (3) 辉光放电质谱法 微区分辨能力不足 (4) 傅里叶红外光谱法 多晶样品需要区域熔炼成单晶，步骤繁琐
--	--	--	--