

中华人民共和国国家标准

GB/T 4058—1995

硅抛光片氧化诱生缺陷的检验方法

Test method for detection of oxidation
induced defects in polished silicon wafers

代替 GB 4058—83

GB 6622—86

GB 6623—86

1 主题内容与适用范围

本标准规定了硅抛光片氧化诱生缺陷的检验方法。

本标准适用于硅抛光片表面区在模拟器件氧化工艺中诱生或增强的晶体缺陷的检测。

2 引用标准

GB/T 1554 硅晶体完整性化学择优腐蚀检验方法

YS/T 209 硅材料原生缺陷图谱

3 方法提要

模拟器件工艺的氧化条件,利用氧化来缀饰或扩大硅片中的缺陷,或两者兼有,然后用择优腐蚀液显示缺陷,并用显微技术观测。

4 试剂和材料

4.1 三氧化铬。

4.2 氢氟酸(42%),优级纯。

4.3 硝酸(ρ 1.4 g/mL),优级纯。

4.4 氨水(ρ 0.90 g/mL),优级纯。

4.5 盐酸(ρ 1.18 g/mL),优级纯。

4.6 乙酸(ρ 1.05 g/mL),优级纯。

4.7 过氧化氢(30%),优级纯。

4.8 高纯水,25℃时的电阻率大于 $10 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 。

4.9 清洗液 1#:

水:氨水(4.4):过氧化氢(4.7)=4:1:1(V/V)。

4.10 清洗液 2#:

水:盐酸(4.5):过氧化氢(4.7)=4:1:1(V/V)。

4.11 化学抛光液采用表 1 中诸配方之一。

表 1 四种常用化学抛光液配方

| 配 方 | 体 积 比 (V/V) | | |
|-----|-------------|----------|---------|
| | 硝酸(4.3) | 氢氟酸(4.2) | 乙酸(4.6) |
| A | 6 | 1 | 1 |
| B | 5 | 3 | 3 |
| C | 5 | 10 | 14 |
| D | 3~6 | 1 | |

4.12 铬酸溶液 B: 称取 75 g 三氧化铬(4.1)于烧杯中,加水溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.13 Schimmel 腐蚀液 A:

铬酸溶液 B(4.12): 氢氟酸(4.2)=1:2(V/V)使用前配制。

4.14 Schimmel 腐蚀液 B:

铬酸溶液 B(4.12): 氢氟酸(4.2): 水=1:2:1.5(V/V)

使用前配制。

4.15 研磨材料,采用 W20、W10 碳化硅或氧化铝金刚砂。

5 设备和仪器

5.1 金相显微镜:具有 X-Y 机械载物台及载物台测微计,放大倍数不低于 100 倍。

5.2 平行光源:照度 100~150 lx,观察背景为无光泽黑色。

5.3 氧化炉:满足执行表 2 所要求的热循环能在炉管中央部位有不小于 300 mm 长的恒温区,并在恒温区保持 1 000~1 200℃的温度,控温误差±10℃。

5.4 气源:能提供足够的干氧、湿氧或水汽。

5.5 试样舟:石英舟或硅舟。

5.6 推拉棒:带有小钩的石英棒。

5.7 氟塑料花篮。

5.8 氟塑料或石英等非金属材料制成的硅片夹持器。

6 试样制备

6.1 对于硅单晶锭,用于检测的试样应取自接近头尾切除部分的保留晶体,或在供需双方指定的部位切取试样,厚度为 1~3 mm。

6.2 切得的试样经金刚砂研磨,用化学抛光液(4.11)抛光或机械抛光,充分去除切割损伤。如果硅片已经抛光,则可按 7.2.1 条对试样进行清洗。

6.3 试样待测面应呈镜面,要求表面无浅坑,无氧化,无划痕。

7 检测程序

7.1 检测环境

试样清洗和氧化的局部环境清洁度应达到 1 000 级。

7.2 试样和氧化系统的清洗处理

7.2.1 试样清洗步骤:

7.2.1.1 把试样放入氟塑料花篮,使试样相互隔开。

7.2.1.2 在足够的清洗液 1[#](4.9)中,于 80~90℃煮 10~15 min,用水冲洗至中性。

7.2.1.3 在氢氟酸(4.2)中浸泡 2 min,用水冲洗至中性。

7.2.1.4 在足够的清洗液 2[#](4.10)中,于 80~90℃煮 10~15 min,用水冲洗至中性。

7.2.1.5 清洗后的试样用经过干燥过滤的氮气吹干,或用适当的方法使试样干燥。

7.2.2 氧化系统和器皿的清洗处理步骤:

7.2.2.1 炉管、试样舟、气源装置等用 1 个体积氢氟酸(4.2)和 10 个体积的水的混合液浸泡 2 h,并用水冲洗干净。

7.2.2.2 氧化系统在 1 000~1 200℃预处理 5~10 h。

7.3 氧化方法

7.3.1 把清洗干净并干燥的试样装入试样舟放在炉口处,按表 2 程序,把舟推至恒温区中央。

7.3.2 试样完成表 2 程序的热循环以后,把试样舟移到洁净通风柜内降至室温。

表 2 氧化的操作步骤

| 氧化步骤 | 1(Bipolar) | 2(MOS) | 3(CMOS) |
|------|------------------|------------------|------------------|
| 推 | | | |
| 气氛 | 干 O ₂ | 干 O ₂ | 干 O ₂ |
| 温度 | 800℃ | 1000℃ | 900℃ |
| 速率 | 203 mm/min | 203 mm/min | 203 mm/min |
| 升温 | | | |
| 气氛 | 干 O ₂ | | 干 O ₂ |
| 速率 | 5℃/min | — | 8℃/min |
| 最后温度 | 1100℃ | | 1200℃ |
| 氧化 | | | |
| 气氛 | 湿 | 湿 | 湿 |
| 温度 | 1100℃ | 1000℃ | 1200℃ |
| 时间 | 60 min | 60 min | 120 min |
| 降温 | | | |
| 气氛 | 干 O ₂ | | 干 O ₂ |
| 速率 | 3.5℃/min | — | 3.5℃/min |
| 最后温度 | 800℃ | | 900℃ |
| 拉 | | | |
| 气氛 | 干 O ₂ | 干 O ₂ | 干 O ₂ |
| 温度 | 800℃ | 1000℃ | 900℃ |
| 速率 | 203 mm/min | 203 mm/min | 203 mm/min |

7.4 缺陷的腐蚀显示

7.4.1 把试样移到氟塑料花蓝中。

7.4.2 用足够量的氢氟酸浸泡试样 2~3 min。

7.4.3 清洗后,用缺陷腐蚀液进行腐蚀显示,对电阻率不小于 0.2 Ω·cm 的试样,使用 Schimmel 腐蚀液 A(4.13);对电阻率小于 0.2 Ω·cm 的试样,使用 Schimmel 腐蚀液 B(4.14)。

7.4.4 使腐蚀液液面高出花蓝中试样顶部 4 cm,腐蚀过程中应连续不断地晃动花蓝,腐蚀时间为 2~5 min。

7.4.5 将试样充分清洗干净并按 7.2.1.5 条的方法进行干燥。

7.5 缺陷观测

7.5.1 在无光泽黑色背景平行光下,肉眼观察试样上缺陷的宏观特征。

7.5.2 在金相显微镜下观察缺陷的微观特征。

7.5.3 测点选取:在两条与主参考面不相交的相互垂直的直径上取九点,选点位置见图 1,即边缘取 4 点(见表 3), $R/2$ 处取 4 点,中心处一点,共 9 个点,以 9 点平均值报数。

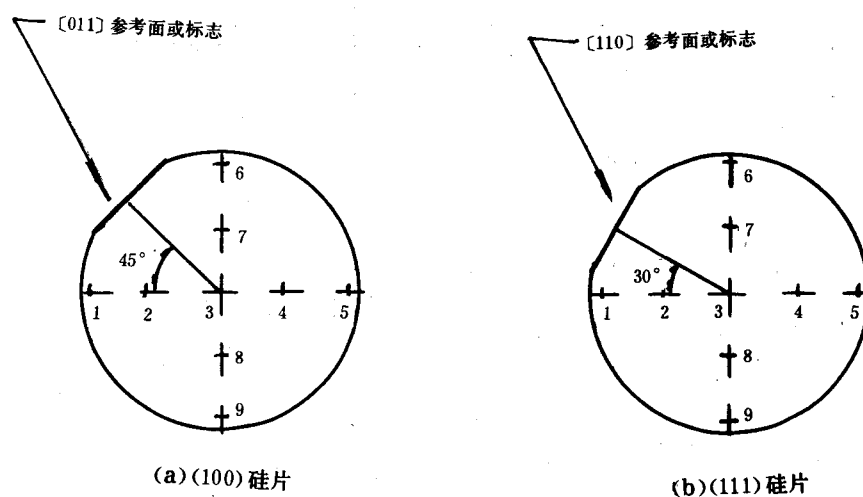


图 1 选点位置

表 3 边缘选点位置表

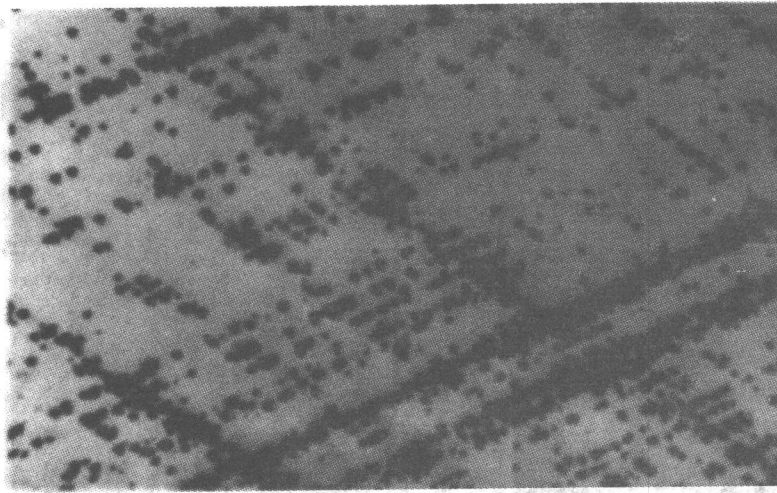
mm

| 直 径 | 距边缘(互相垂直直径上) |
|-----|--------------|
| 38 | 3.1 |
| 50 | 3.8 |
| 51 | 3.9 |
| 63 | 4.6 |
| 75 | 5.3 |
| 76 | 5.4 |
| 100 | 6.8 |
| 125 | 8.3 |
| 150 | 9.8 |

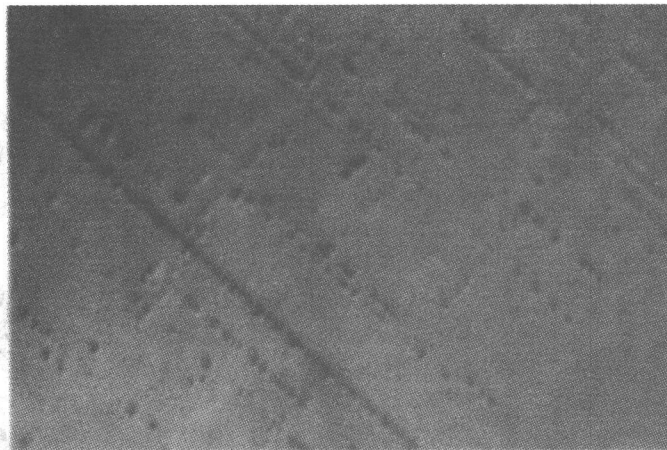
7.5.4 显微镜视场面积的选取:当缺陷密度不大于 1×10^4 个/ cm^2 时,取 1 mm^2 ;当缺陷密度大于 1×10^4 个/ cm^2 时,取 0.2 mm^2 。

7.6 缺陷的特征

7.6.1 滑移——由多个不一定相互接触的呈直线排列的位错蚀坑图形构成(见图 2)。



(a) <111>晶面上的滑移



(b) <100>晶面上的滑移

图 2 滑移

7.6.2 雾——硅片经热氧化和化学腐蚀后,表面上出现的一种由高密度浅蚀坑形成的云雾状外貌(见图 3)。

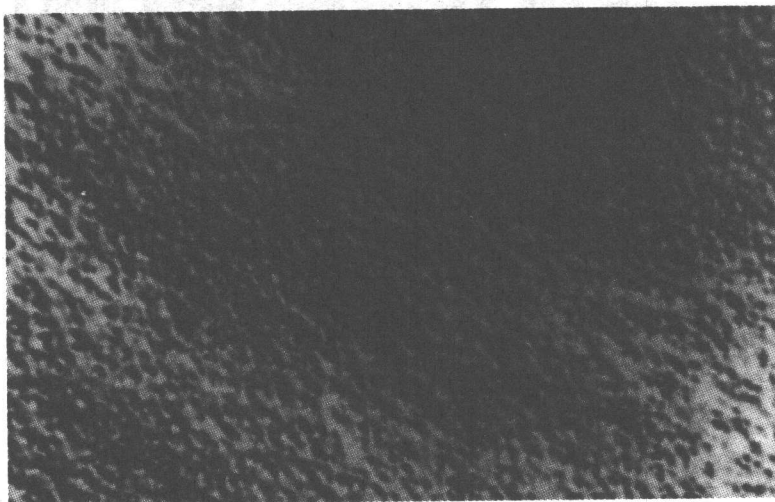
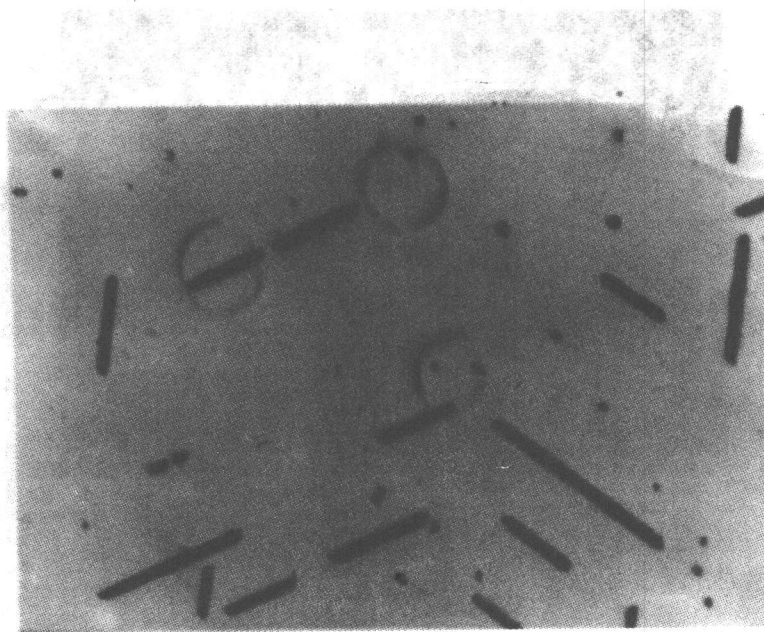


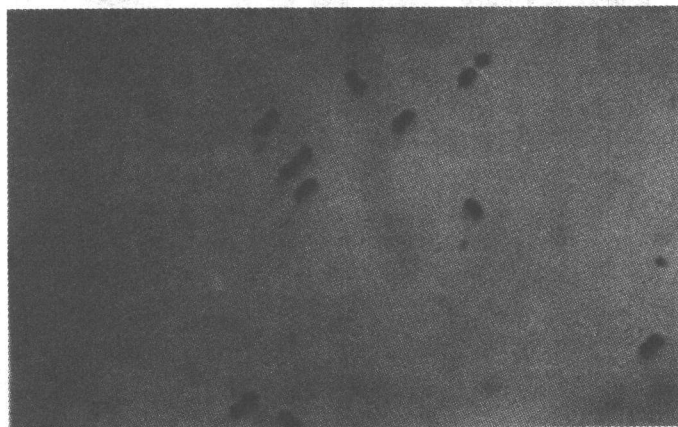
图 3 雾

7.6.3 氧化层错——宏观上可能形成同心圆、漩涡状等图形,微观上为大小不一的船形、弓形、卵形及杆状蚀坑(见图 4)。



(a)(111)晶面上的体氧化层错

图 4 体氧化层错



(b)(100)晶面上的体氧化层错

续图 4

7.6.4 条纹——宏观上为一系列同心环状或螺旋状的腐蚀图形(见 GB/T 1554 的图 6)。在 100 倍或更高放大倍数下呈连续的表面凹凸条纹。

7.6.5 旋涡——宏观上为同心圆、螺旋、波浪和弧状等图形(见图 5)。在 100 倍或更高放大倍数下呈不连续的蝶形(浅)蚀坑。

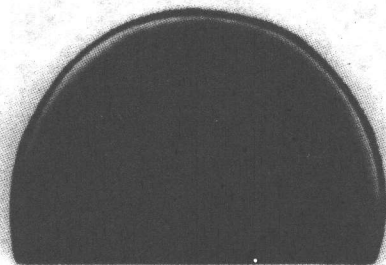


图 5 旋涡

7.6.6 其他有关缺陷腐蚀特征见 YS/T 209 中相应的图片。

7.7 干扰因素

7.7.1 由机械加工带来的表面损伤引起的氧化层错其蚀坑一般为梯形或弓形,尺寸大小一致(见图 6)。

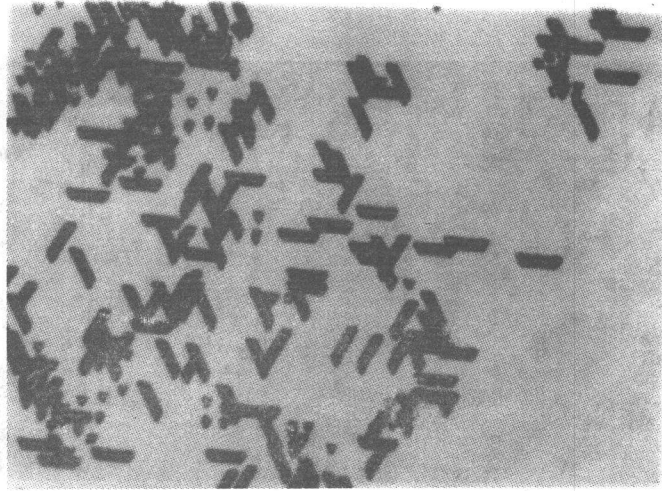


图6 机械损伤引起的氧化层错

7.7.2 由镊子夹伤和擦伤引起的蚀坑沿损伤处分布(见图7)。

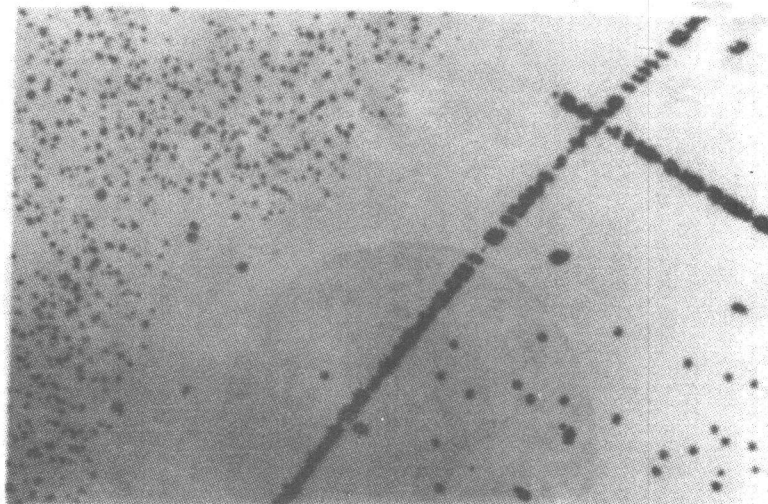


图7 夹伤 划伤

7.7.3 由腐蚀液沉淀引起的蚀坑或丘,其晶向特征不明显(见图8)。

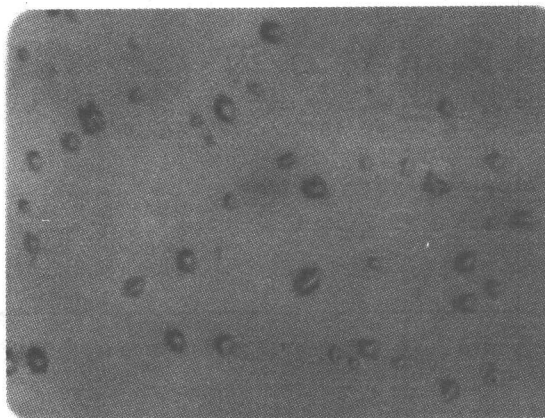


图 8 腐蚀液沉淀

8 检测结果计算

8.1 缺陷密度按公式(1)计算:

$$N = \frac{n}{S} \dots\dots\dots (1)$$

式中: N ——缺陷密度,个/ cm^2 ;

n ——视场内缺陷蚀坑数,个;

S ——视场面积, cm^2 。

9 精密度

9.1 精密度由循环测试确定。

10 试验报告

10.1 试验报告应包括以下内容:

- a. 硅片导电类型、晶向、电阻率;
- b. 腐蚀液和腐蚀时间;
- c. 缺陷的名称;
- d. 缺陷的平均密度;
- e. 本标准编号;
- f. 检测单位及检测者;
- g. 检测日期。

附加说明:

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由峨眉半导体材料厂负责起草。

本标准主要起草人吴道荣、王向东、胡政、刘文魁。