



中华人民共和国国家标准

GB/T 29057—2012

用区熔拉晶法和光谱分析法评价 多晶硅棒的规程

Practice for evaluation of polocrystalline silicon rods by float-zone
crystal growth and spectroscopy

(SEMI MF1723-1104, MOD)

2012-12-31 发布

2013-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准修改采用国际标准 SEMI MF1723-1104《用区熔拉晶法和光谱分析法评价多晶硅棒的规程》。为方便比较,资料性附录 A 中列出了本标准章条和对应的国际标准章条的对照一览表。

本标准在采用 SEMI MF1723-1104 时进行了修改。这些技术差异用垂直单线标识在它们所涉及的条款的页边空白处。主要技术差异如下:

- 在“规范性引用文件”中,凡我国已有国家标准的,均用相应的国家标准代替 SEMI MF1723-1104 中的“引用文件”。
- 增加规范性引用文件 GB/T 1553《硅和锗体内少数载流子寿命测定 光电导衰减法》。
- 将 6.2 中“…ISO 14644-1 中规定的 ISO 5 级…”改为“…GB 50073 中规定的 5 级…”。
- 将 7.2.1 中“…ISO 14644-1 中规定的 ISO 6 级…”改为“…GB 50073 中规定的 6 级…”。
- 将 7.3.1 中“…ISO 14644-1 中规定的 ISO 6 级…”改为“…GB 50073 中规定的 6 级…”。
- 将 7.3.1 中“ 1×10^{-6} torr…”改为“ 1.3×10^{-4} Pa…”。
- 将 8.1 中“硝酸(HNO₃)——符合 SEMI C35 2 级”改为“硝酸(HNO₃)——符合 GB/T 626 优级纯”。
- 将 8.2 中“氢氟酸(HF)——符合 SEMI C28 2 级”改为“氢氟酸(HF)——符合 GB/T 620 优级纯”。
- 将 8.4 中“去离子水——纯度等于或优于 ASTM D5127 中的 E-2 级”改为“去离子水——纯度等于或优于 GB/T 11446.1 中的 EW-2 级”。
- 将 8.5 中“高纯氩气——符合 SEMI C3.42”改为“高纯氩气——符合 GB/T 4842 优等品”。
- 增加 12.5.2.4“按照 GB/T 1553 检测晶棒体内少数载流子寿命。”
- 将 12.6.1 中“…根据 SEMI MF1391 分析碳含量…”改为“…根据 GB/T 1558 分析碳含量…”。
- 将 12.6.3.3 中“…按测试方法 SEMI MF1391…”改为“…按测试方法 GB/T 1558…”。
- 将 13.3.5.1 中“…见 SEMI MF723…”改为“…见 GB/T 13389…”。
- 将 14.1 中“…在 SEMI MF1391 中…”改为“…在 GB/T 1558 中…”。

本标准由全国半导体设备和材料标准化技术委员会(SAC/TC 203)提出并归口。

本标准起草单位:四川新光硅业科技有限责任公司、乐山乐电天威硅业科技有限责任公司、天威四川硅业有限责任公司。

本标准主要起草人:梁洪、刘畅、陈自强、张新、蓝志、张华端、瞿芬芬。

用区熔拉晶法和光谱分析法评价 多晶硅棒的规程

1 目的

- 1.1 本标准采用区熔拉晶法和光谱分析法来测量多晶硅棒中的施主、受主杂质浓度。测得的施主、受主杂质浓度可以用来计算按一定的目标电阻率生长单晶硅棒所需要的掺杂量,也可以用来推算非掺杂硅棒的电阻率。
- 1.2 多晶硅中施主、受主杂质的浓度及碳浓度可以用来判定多晶硅材料是否满足要求。
- 1.3 多晶硅中的杂质浓度可以用来监测多晶硅生产原料的纯度、生产工艺以及产品的合格性。
- 1.4 本标准描述了分析多晶硅中施主、受主及碳元素所采用的取样和区熔拉晶制样工艺。

2 范围

- 2.1 本标准包括多晶硅棒取样、将样品区熔拉制成单晶以及通过光谱分析法对拉制好的单晶硅棒进行分析以确定多晶硅中痕量杂质的程序。这些痕量杂质包括施主杂质(通常是磷或砷,或二者兼有)、受主杂质(通常是硼或铝,或二者兼有)及碳杂质。
- 2.2 本标准中适用的杂质浓度测定范围:施主和受主杂质为(0.002~100)ppba(十亿分之一原子比),碳杂质为(0.02~15)ppma(百万分之一原子比)。样品中的这些杂质是通过低温红外光谱法或光致发光光谱法分析的。
- 2.3 本标准仅适用于评价在硅芯上沉积生长的多晶硅棒。

3 局限性

- 3.1 有裂缝、高应力或深度枝状生长的多晶硅棒在取样过程中容易碎裂,不宜用来制备样芯。
- 3.2 钻取的样芯应通过清洗去除油脂或加工带来的沾污。表面有裂缝或空隙的多晶硅样芯不易清洗,其裂缝或空隙中的杂质很难被完全腐蚀清除;同时,腐蚀残渣也可能留在样芯裂缝中造成污染。
- 3.3 腐蚀用的器皿、酸及去离子水中的杂质都会对分析的准确性、重复性产生影响,因此应严格控制酸和去离子水的纯度。空气、墙壁、地板和家具也可能造成污染,因此应在洁净室中进行腐蚀和区熔。其他如酸的混合比例、酸腐蚀温度、酸腐蚀剥离的速率、腐蚀冲洗次数以及暴露时间等都可能产生杂质干扰,应加以控制;所有与腐蚀后的样芯接触的材料和容器都可能沾污,应在使用前清洗;手套和其他用来包裹腐蚀后样芯的材料应检测和监控。
- 3.4 区熔炉的炉壁、预热器、线圈和密封圈等都是常见的污染源,应保持洁净。
- 3.5 区熔过程的任何波动都会影响易挥发杂质在气相、液相和固相中的分布,从而改变测试结果。样芯直径、熔区尺寸、拉速、密封圈纯度与炉膛条件的变化都可能改变有效分凝系数或蒸发速率,使晶体中的杂质含量发生变化。
- 3.6 每种施主或受主元素以及碳元素都有其特定的分凝系数,拉制几支30倍熔区长度的晶体,可以测出和公开发表的数值一致的有效分凝系数。只能从晶棒上与分凝系数对应的平衡位置处切取硅片,从其他部分切取的硅片不能准确代表多晶硅中的杂质含量。如果单晶不能拉制到足够长度,就不能获得轴向浓度分布曲线的平坦区;在此情况下,可从晶棒上切取硅样片,并根据重复测量监控棒得到的有效分凝系数来修正测量结果。