

UDC 669.782 : 621.193.4
H 26



中华人民共和国国家标准

GB/T 1554—1995

硅晶体完整性化学择优腐蚀检验方法

Test method for crystallographic perfection
of silicon by preferential etch techniques

1995-04-18 发布

1995-12-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

硅晶体完整性化学择优腐蚀检验方法

GB/T 1554—1995

Test method for crystallographic perfection
of silicon by preferential etch techniques

代替 GB 1554—79
GB 4057—83

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用择优腐蚀技术检验硅晶体完整性的方法。

本标准适用于晶向为〈111〉或〈100〉、电阻率为 $10^{-3} \sim 10^4 \Omega \cdot \text{cm}$ 、位错密度在 $0 \sim 10^5 \text{cm}^{-2}$ 之间的硅单晶锭或硅片中原生缺陷的检验。

2 引用标准

GB/T 4058 硅抛光片氧化诱生缺陷的检验方法

YS/T 209 硅材料原生缺陷图谱

3 方法原理

试样经择优腐蚀液腐蚀,在有缺陷的位置被腐蚀成浅坑或丘,在宏观上可能组成一定的图形,在微观上呈现为分立的腐蚀浅坑或丘。用肉眼和金相显微镜进行观察。

4 试剂和材料

4.1 三氧化铬,化学纯。

4.2 氢氟酸(42%)。

4.3 硝酸($\rho 1.4 \text{ g/mL}$)。

4.4 乙酸(冰乙酸)($\rho 1.05 \text{ g/mL}$)。

4.5 高纯水,电阻率大于 $10 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ (25°C)。

4.6 化学腐蚀抛光液,采用表1中诸配方之一。

表1 化学腐蚀抛光液配方

配 方	体 积 比		
	硝酸(4.3)	氢氟酸(4.2)	乙酸(4.4)
A	6	1	1
B	5	3	3
C	5	10	14
D	3~6	1	

- 4.7 铬酸溶液 A:称取 500 g 三氧化铬(4.1)于烧杯中,用水完全溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。
- 4.8 铬酸溶液 B:称取 75 g 三氧化铬(4.1)于烧杯中,用水完全溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。
- 4.9 Sirtl 腐蚀液:铬酸溶液 A(4.7):氢氟酸(4.2)=1:1(V/V),使用前配制。
- 4.10 Schimmel 腐蚀液 A:铬酸溶液 B(4.8):氢氟酸(4.2)=1:2(V/V),使用前配制。
- 4.11 Schimmel 腐蚀液 B:铬酸溶液 B(4.8):氢氟酸(4.2):水=1:2:1.5(V/V),使用前配制。
- 4.12 研磨材料,采用 W20 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。

6 试样制备

- 6.1 对于硅单晶锭,用于检验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 把取得的试样研磨,用化学抛光液(4.6)抛光或机械抛光。如果硅片已经抛光并清洗干净,则按 7.1.1 或 7.1.2 条直接进行缺陷腐蚀。
- 6.3 试样待测面应呈镜面,要求无划道、无浅坑、无氧化,并经充分清洗。

7 检测程序

7.1 缺陷显示

7.1.1 (111)面缺陷显示

7.1.1.1 将试样待测面向上放入耐氢氟酸烧杯里,用足够量的 sirtl 腐蚀液(4.9)浸没进行腐蚀,使液面高出试样约 1 cm,腐蚀时间 4~6 min,缓慢搅拌。对于电阻率小于 $0.2 \Omega \cdot \text{cm}$ 的试样可延长腐蚀时间至 10~15 min。

7.1.2 (100)面缺陷显示

7.1.2.1 将试样待测面向上放入耐氢氟酸烧杯里,用足够量的 Schimmel 腐蚀液浸没进行腐蚀,使液面高出样品 2.5 cm。电阻率不小于 $0.2 \Omega \cdot \text{cm}$ 的试样,用 Schimmel 腐蚀液 A(4.10)腐蚀;电阻率小于 $0.2 \Omega \cdot \text{cm}$ 的试样,用 Schimmel 腐蚀液 B(4.11)腐蚀。

7.1.2.2 电阻率不小于 $0.2 \Omega \cdot \text{cm}$ 的试样腐蚀 5 min;电阻率小于 $0.2 \Omega \cdot \text{cm}$ 的试样腐蚀 15 min。

7.1.3 腐蚀后试样用水充分清洗干净。

7.2 缺陷观测

7.2.1 在无光泽黑色背景的平行光下,用肉眼观察试样上缺陷的宏观分布。

7.2.2 在金相显微镜下观察缺陷的微观特征。

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

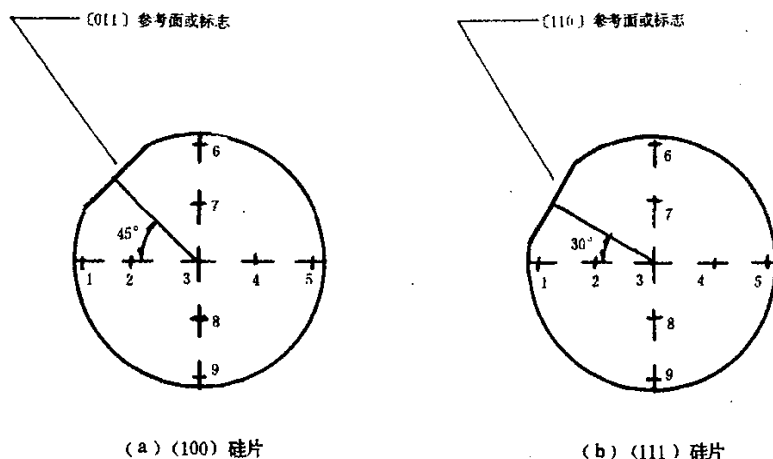


图 1 选点位置图

表 2 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

7.2.4 视场面积选取:当缺陷密度不大于 1×10^4 个/cm² 时,取 1 mm²;当缺陷密度大于 1×10^4 个/cm² 时,取 0.2 mm²。

7.3 缺陷特征

7.3.1 典型的位错及浅蚀坑见图 2。

7.3.1.1 (111)面上的位错蚀坑呈三角形,其侧面也近似呈三角形,并以三角形的顶对着坑底。当位错线与显示面成小于 90°角时,将呈变形的三角形。见图 2。

7.3.1.2 (100)面上的位错蚀坑呈方形,当位错线与显示面不垂直或增加腐蚀时间时,将呈椭圆形、圆形。见图 2。

7.3.2 硅片内的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 GB/T 4058 的图 2。该蚀坑排列的直线在<110>方向。

7.3.2.1 (111)面上的滑移线由多个底边在同一条直线上的三角形蚀坑构成,在晶体断面上呈三角形或六角图形。

- 7.3.2.2 (100)面上的滑移呈直线外貌,在晶体断面上呈离开晶片边缘的直线或正方形。
- 7.3.3 多晶——在宏观上呈嵌镶块图形,见图3。
- 7.3.4 小角度晶界——由位错蚀坑顶点对着底边排列而构成,且蚀坑线密度大于25个/mm,见图4(a)、(b)。
- 7.3.5 孪晶界——由两个取向不同的单晶体所共有的界面构成,见图5。
- 7.3.6 条纹——在宏观上为一系列同心环状或螺旋状的腐蚀图形,见图6。在100倍或更高放大倍数下是连续的表面凹凸状条纹。
- 7.3.7 旋涡——在宏观上为螺旋状、同心圆、波浪和弧状等图形,见图7。在100倍或更高放大倍数下是由不连续的蝶形(浅)蚀坑组成,见图2。
- 7.3.8 层错——是晶体中原子错排面与显示表面的交界线,腐蚀后表现为直线沟槽,其两端为位错坑,见图8。
- 7.3.9 杂质析出——宏观上为弧穗状图形,在100倍或更高的放大倍数下是连续的表面凹凸状条纹,见图9。
- 7.3.10 管道——是 $\langle 111 \rangle$ 晶向生长的单晶,经腐蚀后(111)横断面上呈圆形或圆弧状的腐蚀线条,见图10。
- 7.3.11 其他有关缺陷腐蚀特征见YS/T 209中相应的图片。

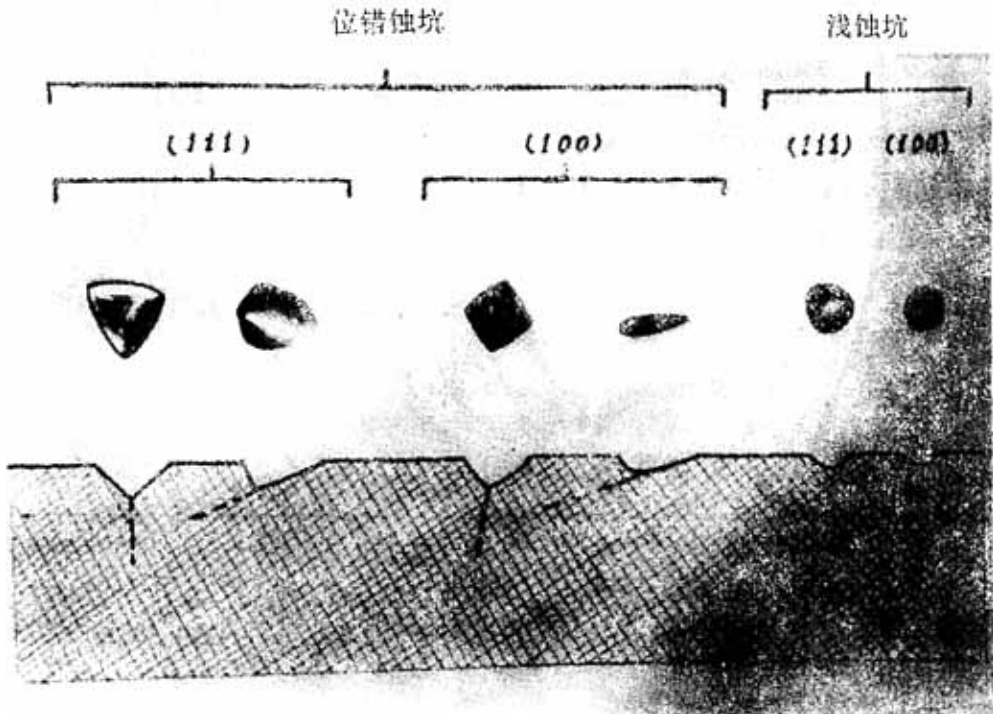


图2 典型的位错蚀坑和浅蚀坑

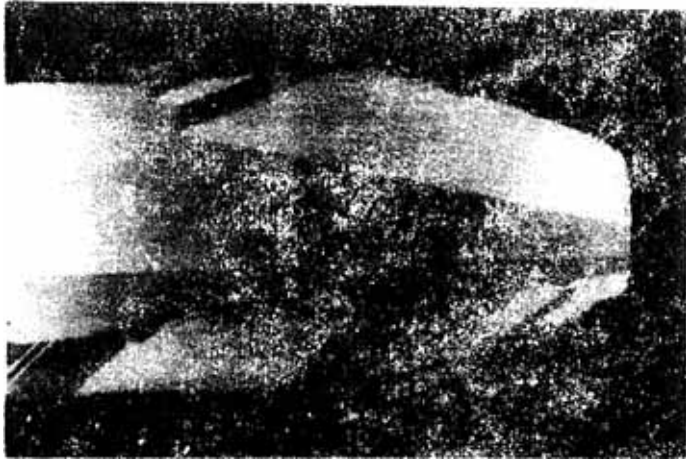
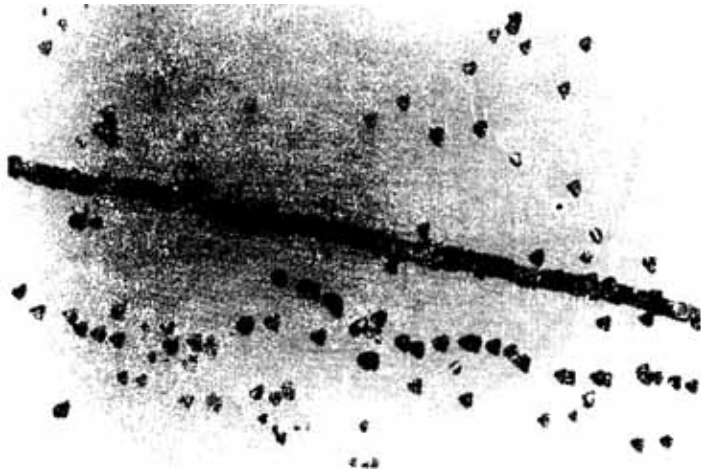


图 3 多晶镶嵌



(a) C111晶面上的小角度晶界

图 4 小角度晶界



(b) (100)晶面上的小角度晶界
续图 4



图 5 孪晶



图 6 条纹



(a) 旋涡宏观图形

图 7 旋涡



(b) 旋涡微观图形
续图 7



图 8 层错

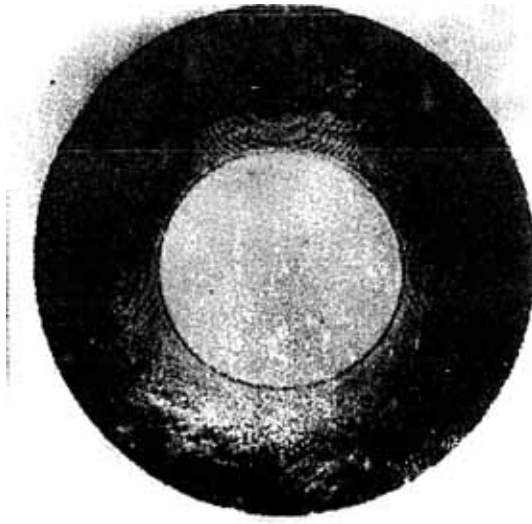


图 9 杂质析出和管道



图 10 管道

8 检测结果计算

用下式计算缺陷密度:

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

式中: N ——缺陷密度,个/cm²;
 n ——视场内缺陷蚀坑数,个;
 S ——视场面积,cm²。

9 精密度

9.1 从九个指定的计算位置求平均密度时,精密度为平均位错蚀坑密度的 $\pm 35\%$ (R2S)。

9.2 精密度主要受硅单晶内蚀坑分布规则程度影响,因而影响位错蚀坑的测量结果。

10 试验报告

10.1 试验报告应包括如下内容:

- a. 晶体导电类型、晶向、电阻率;
- b. 腐蚀液和腐蚀时间;
- c. 缺陷的名称;
- d. 缺陷平均密度;
- e. 本标准编号;
- f. 检验单位及检测者;
- g. 检验日期。

附加说明:

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由峨嵋半导体材料厂负责起草。

本标准主要起草人曹宗瑞、吴道荣、陈永桐、刘文魁、王鸿高。

本标准等效采用美国材料与试验协会标准 ASTM F47—88《硅晶体完整性择优腐蚀技术检测方法》。