



中华人民共和国国家标准

GB/T 24581—2022

代替 GB/T 24581—2009

硅单晶中Ⅲ、Ⅴ族杂质含量的测定 低温傅立叶变换红外光谱法

Test method for Ⅲ and Ⅴ impurities content in single crystal silicon—
Low temperature FT-IR analysis method

2022-03-09 发布

2022-10-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照 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》的规定起草。

本文件代替 GB/T 24581—2009《低温傅立叶变换红外光谱法测量硅单晶中Ⅲ、Ⅴ族杂质含量的测试方法》，与 GB/T 24581—2009 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 删除了“目的”(见 2009 年版的第 1 章)；
- b) 更改了硼(B)、磷(P)、砷(As)、铝(Al)、锑(Sb)、镓(Ga)的测定范围，并增加了铟(In)含量的测定(见第 1 章，2009 年版的第 2 章)；
- c) 更改了术语和定义(见第 3 章，2009 年版的第 5 章)；
- d) 增加了杂质含量小于 $5.0 \times 10^{11} \text{ cm}^{-3}$ 的样品的测量条件(见 5.6)；
- e) 增加了用次强吸收谱带 $P(275 \text{ cm}^{-1})$ 来计算磷(P)元素的含量(见 5.8)；
- f) 增加了掺杂硅单晶对测量的影响(见 5.9)；
- g) 更改了多晶转变为单晶的方法(见 5.12，2009 年版的 8.1)；
- h) 更改了傅立叶变换红外光谱仪的要求(见 7.4，2009 年版的 7.4)；
- i) 增加了千分尺及其精度要求(见 7.5)；
- j) 更改了非零响应值谱线范围(见 9.2，2009 年版的 10.2)；
- k) 更改了背景光谱的扫描次数(见 9.7，2009 年版的 11.5)；
- l) 更改了样品的扫描次数(见 9.10，2009 年版的 11.8)；
- m) 表 1 中增加了 $P(275 \text{ cm}^{-1})$ 对应的峰位置、基线和积分范围及校准因子(见 10.1)；
- n) 更改了杂质含量的单位，并对计算公式进行了相应的修约(见 10.4，2009 年版的 13.1、13.2)；
- o) 更改了测量结果的精密度(见第 11 章，2009 年版的第 15 章)；
- p) 更改了试验报告的内容(见第 12 章，2009 年版的第 14 章)；
- q) 删除了偏差、关键词(见 2009 年版的第 16 章、17 章)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国半导体设备和材料标准化技术委员会(SAC/TC 203)与全国半导体设备与材料标准化技术委员会材料分技术委员会(SAC/TC 203/SC 2)共同提出并归口。

本文件起草单位：乐山市产品质量监督检验所、青海芯测科技有限公司、江苏中能硅业科技发展有限公司、亚洲硅业(青海)股份有限公司、新特能源股份有限公司、有研半导体硅材料股份公司、四川永祥股份有限公司、陕西有色天宏瑞科硅材料有限责任公司、江苏鑫华半导体材料科技有限公司、洛阳中硅高科技有限公司、新疆协鑫新能源材料科技有限公司、国标(北京)检验认证有限公司、有色金属技术经济研究院有限责任公司、宜昌南玻硅材料有限公司、江苏秦烯新材料有限公司、义乌力迈新材料有限公司。

本文件主要起草人：梁洪、赵晓斌、万涛、薛心禄、魏东亮、王彬、邱艳梅、杨素心、李素青、李朋飞、赵培芝、王永涛、魏强、楚东旭、周延江、刘文明、刘红、何建军、皮坤林。

本文件于 2009 年首次发布，本次为第一次修订。

硅单晶中Ⅲ、Ⅴ族杂质含量的测定

低温傅立叶变换红外光谱法

1 范围

本文件描述了用低温傅立叶变换红外光谱法测定硅单晶中Ⅲ、Ⅴ族杂质含量的方法。

本文件适用于硅单晶中的Ⅲ、Ⅴ族杂质铝(Al)、锑(Sb)、砷(As)、硼(B)、镓(Ga)、铟(In)和磷(P)含量的测定,各元素的测定范围(以原子数计)为 $1.0 \times 10^{10} \text{ cm}^{-3} \sim 4.1 \times 10^{14} \text{ cm}^{-3}$ 。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 8322 分子吸收光谱法 术语

GB/T 14264 半导体材料术语

GB/T 29057 用区熔拉晶法和光谱分析法评价多晶硅棒的规程

3 术语和定义

GB/T 8322、GB/T 14264 界定的术语和定义适用于本文件。

4 方法原理

将硅单晶样品冷却至 15 K 以下,此时红外光谱主要是由杂质元素引起的一系列吸收谱带。用一个连续白光光源照射样品,使其光线能量大于补偿杂质的能带。将红外光束直接透射样品,采集透射光谱,该光谱扣除背景光谱后转化为吸收光谱。在杂质元素特征吸收谱带上建立基线并计算其吸收谱带面积。根据通用吸收定律及本文件给出的Ⅲ、Ⅴ族杂质元素校准因子计算出Ⅲ、Ⅴ族杂质元素的含量。

5 干扰因素

5.1 为消除自由载流子的影响,样品应冷却至 15 K 以下测量Ⅲ、Ⅴ族杂质元素。将样品固定在冷头上时,样品和冷头之间应保持良好的接触,以获得较高的热传导效率。氧在 $1\,136 \text{ cm}^{-1}$ 和 $1\,128 \text{ cm}^{-1}$ 的吸收谱带对温度十分灵敏,可用于判断样品温度。当样品温度高于 15 K 时,氧在 $1\,136 \text{ cm}^{-1}$ 的吸收强度是 $1\,128 \text{ cm}^{-1}$ 吸收强度的 3 倍;而低于 15 K 时,其比率将大于 3。

5.2 如果没有足量连续的白光,补偿的施主和受主将不产生吸收,故应有足够强度的白光以完全抵消所有施主和受主的补偿。可通过逐步增加仪器白光强度来确定Ⅲ、Ⅴ族杂质吸收峰的面积或高度不再受光强增加影响的最佳白光强度。