



中华人民共和国国家标准

GB/T 39144—2020

氮化镓材料中镁含量的测定 二次离子质谱法

Test method for magnesium content in gallium nitride materials—
Secondary ion mass spectrometry

2020-10-11 发布

2021-09-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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)与全国半导体设备和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。

本标准起草单位:中国电子科技集团公司第四十六研究所、北京聚睿众邦科技有限公司、东莞市中镓半导体科技有限公司、有色金属技术经济研究院、厦门市科力电子有限公司。

本标准主要起草人:马农农、何友琴、陈潇、刘立娜、何烜坤、杨素心、闫方亮、杨丽霞、颜建锋、倪青青。



氮化镓材料中镁含量的测定

二次离子质谱法

1 范围

本标准规定了氮化镓材料中镁含量的二次离子质谱测试方法。
本标准适用于氮化镓材料中镁含量的定量分析,测定范围为不小于 $5 \times 10^{14} \text{ cm}^{-3}$ 。
注:氮化镓材料中的镁含量以每立方厘米中的原子数计。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 14264 半导体材料术语
GB/T 22461 表面化学分析 词汇
GB/T 32267 分析仪器性能测定术语

3 术语和定义

GB/T 14264、GB/T 22461 和 GB/T 32267 界定的术语和定义适用于本文件。

4 方法原理

在高真空(真空度优于 10^{-6} Pa)条件下,氧离子源产生的一次离子,经过加速、纯化、聚焦后,轰击氮化镓样品表面,溅射出多种粒子。将其中的离子(即二次离子)引出,通过质谱仪将不同质荷比的离子分开,记录并计算样品中镁与镓的离子计数率之比,利用相对灵敏度因子定量分析并计算出氮化镓材料中的镁含量。

5 干扰因素

- 5.1 二次离子质谱仪存在记忆效应,若测试过镁含量较高的样品,仪器样品室内会残留高含量镁,影响镁含量的测试结果。
- 5.2 仪器型号不同或者同一仪器的状态不同(例如电子倍增器效率、光圈大小、一次束流大小、聚焦状态等),会影响本方法的检出限。
- 5.3 在样品架窗口范围内的样品分析面应平整,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,否则会降低测试的准确度。
- 5.4 样品表面吸附的镁离子可能影响镁含量的测试结果。
- 5.5 测试的准确度随着样品的表面粗糙度增大而显著降低,应通过对样品表面化学机械抛光或者化学腐蚀抛光降低表面粗糙度。
- 5.6 标准样品中镁含量的不均匀性会限制测试结果的准确度。
- 5.7 标准样品中镁标称含量的偏差会导致测试结果的偏差。

GB/T 39144—2020

6 仪器设备

扇形磁场二次离子质谱仪(SIMS),应配备有氧一次离子源、能检测正二次离子的电子倍增器、法拉第杯检测器和样品架。其中,样品架应使样品的分析面处于同一平面并垂直于引出电场(一般 $5\,000\text{ V} \pm 500\text{ V}$,根据仪器型号的不同而不同)。

7 样品

7.1 标准样品

体掺杂的镁含量范围为 $5 \times 10^{15}\text{ cm}^{-3} \sim 1 \times 10^{20}\text{ cm}^{-3}$ 的氮化镓单晶作为标准样品,分布不均匀性不大于 5%。标准样品的分析面应平坦光滑,表面粗糙度 Ra 不大于 2 nm。

7.2 空白样品

镁含量小于 $5 \times 10^{14}\text{ cm}^{-3}$ 的氮化镓单晶样品作为空白样品。空白样品的分析面应平坦光滑,表面粗糙度 Ra 不大于 2 nm。

7.3 测试样品

测试样品的分析面应平坦光滑,表面粗糙度 Ra 不大于 2 nm。典型样品的尺寸为边长 5 mm ~ 10 mm 的近似正方形,厚度为 0.5 mm ~ 2.0 mm。

8 试验步骤

8.1 样品装载

将样品装入二次离子质谱仪的样品架,检查确认样品平坦地放在窗口背面,并尽可能多地覆盖窗口。一次装入的样品应包括标准样品、空白样品和测试样品。

8.2 仪器调试

按照仪器说明书开启仪器并调试,直至二次离子质谱仪各项指标达到仪器说明书规定的要求。

8.3 测试条件

8.3.1 使用聚焦良好的氧一次离子束,调节衬度光圈和视场光圈,得到最大的⁶⁹Ga⁺离子计数率。在不扫描的情况下,法拉第杯检测器上得到的离子计数率应大于 $1 \times 10^8\text{ s}^{-1}$ 。

8.3.2 先根据氧一次离子束的束斑大小,使用几百微米×几百微米的第一扫描面积进行扫描(典型扫描面积为 $250\text{ }\mu\text{m} \times 250\text{ }\mu\text{m}$),以除去样品的表面自然氧化层及表面沾污;然后使用第二扫描面积进行扫描,第二扫描面积应较第一扫描面积有减少(典型扫描面积为 $50\text{ }\mu\text{m} \times 50\text{ }\mu\text{m}$)。采用计数时间为 1 s。

8.4 样品测定

8.4.1 移动样品架,使测试时样品上形成的溅射坑在窗口的中心位置附近。

8.4.2 调节氧一次离子束的位置,使其处于分析区域的中心,开始二次离子质谱剖析。首先以第一扫描面积溅射样品 50 个~100 个磁场周期,直到镁的信号强度稳定。减小扫描面积到第二扫描面积,继续溅射样品,直到镁的信号强度稳定。

8.4.3 每次剖析结束后,仪器自动记录电子倍增器上²⁴Mg⁺的离子计数率和法拉第杯检测器上主元

素⁶⁹Ga⁺的离子计数率,对最后 20 个磁场周期的²⁴Mg⁺、⁶⁹Ga⁺离子计数率的测试结果进行平均并输出。根据²⁴Mg⁺、⁶⁹Ga⁺离子计数率的输出值,计算出二者离子计数率之比。

8.4.4 按照标准样品、空白样品、测试样品的测试顺序分别重复 8.4.1~8.4.3 步骤,对样品架上的样品进行测试。

8.4.5 如果测试的空白样品中的²⁴Mg⁺离子计数率和⁶⁹Ga⁺离子计数率之比超过测试样品的 20%~50%,则停止测试,分析造成仪器背景较高的原因。

9 试验数据处理

9.1 镁的相对灵敏度因子按式(1)计算:

$$RSF_{(Mg)} = \frac{[Mg]}{(^{24}Mg^{+})/(^{69}Ga^{+})}$$

.....(1)

式中:

- $RSF_{(Mg)}$

——镁的相对灵敏度因子;
- $[Mg]$

——标准样品中镁的标称含量,单位为每立方厘米(cm^{-3});
- $(^{24}Mg^{+})/(^{69}Ga^{+})$

——标准样品中²⁴Mg⁺离子计数率和⁶⁹Ga⁺离子计数率之比。

9.2 测试样品中的镁含量按式(2)计算:

$$[Mg]_u = Su_{(Mg)} \times RSF_{(Mg)}$$

.....(2)

式中:

- $[Mg]_u$

——测试样品中镁的含量,单位为每立方厘米(cm^{-3});
- $Su_{(Mg)}$

——测试样品中²⁴Mg⁺离子计数率和⁶⁹Ga⁺离子计数率之比;
- $RSF_{(Mg)}$

——镁的相对灵敏度因子。

10 精密度

在同一实验室,选取 2 片氮化镓单晶片,分别选取 10 个测试位置,采用二次离子质谱仪按照本标准规定的方法进行测试。该方法单一实验室对镁含量测试的相对标准偏差不大于 10%。

11 试验报告



试验报告应包括以下内容:

- a) 样品来源及编号;
- b) 标准样品和测试样品的编号;
- c) 测试样品的取样位置;
- d) 镁的相对灵敏度因子;
- e) 测试样品和空白样品中的镁含量;
- f) 使用的仪器型号;
- g) 操作者及测试日期;
- h) 本标准编号;
- i) 其他与本标准不一致的内容。
