



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 30701—2014/ISO 17331:2004

---

## 表面化学分析 硅片工作标准样品表面 元素的化学收集方法和全反射 X 射线 荧光光谱法 (TXRF) 测定

Surface chemical analysis—Chemical methods for the collection of elements  
from the surface of silicon-wafer working reference materials and their  
determination by total-reflection X-ray fluorescence (TXRF) spectroscopy

(ISO 17331:2004, IDT)

2014-06-09 发布

2014-12-01 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

## 目 次

前言 .....	III
引言 .....	IV
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	1
4 缩略语 .....	2
5 试剂 .....	2
6 仪器设备 .....	5
7 试样制备及其测量环境 .....	5
8 校准试样的制备 .....	6
9 绘制校准曲线 .....	7
10 工作标准样品上铁和/或镍的收集 .....	8
11 工作标准样品上所收集铁和/或镍的测定 .....	9
12 精密度 .....	9
13 测试报告 .....	9
附录 A (资料性附录) 国际实验室间试验项目结果 .....	11
附录 B (资料性附录) 国际实验室间试验项目的 GF-AAS 和 ICP-MS 测量结果 .....	14

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用翻译法等同采用 ISO 17331:2004《表面化学分析 硅片工作标准样品表面元素的化学收集方法和全反射 X 射线荧光光谱法(TXRF)测定》。

本标准纳入了 ISO 17331:2004/Amd.1:2010 的修正内容,这些修正内容涉及的条款已通过在其外侧页边空白位置的垂直双线(∥)进行了标示。

本标准由全国微束分析标准化技术委员会(SAC/TC 38)提出并归口。

本标准起草单位:中国计量科学研究院。

本标准主要起草人:王海、宋小平、王梅玲、高思田、冯流星。

## 引 言

在半导体工业领域,普遍采用全反射 X 射线荧光光谱法(TXRF)测量硅片表面的金属杂质。

ISO 14706 规定了测量硅片表面金属杂质原子表面密度介于  $1 \times 10^{10}$  atoms/cm<sup>2</sup> ~  $1 \times 10^{14}$  atoms/cm<sup>2</sup> 范围的 TXRF 方法,也规定了原子表面密度介于  $5 \times 10^8$  atoms/cm<sup>2</sup> ~  $5 \times 10^{12}$  atoms/cm<sup>2</sup> 范围的气相分解方法(VPD)。

在超大规模集成电路(ULSI)制造中,目前需要对硅片表面非常低含量(低于  $10^{10}$  atoms/cm<sup>2</sup>)的金属杂质进行测量。

低含量金属杂质的标准样品在 TXRF 分析中很重要(见 ISO 14706),但是标准样品的使用寿命有限,尤其在考虑到表面污染时。因此,需要对工作标准样品的制备方法进行标准化。

本标准适用于计算标准硅片和试验硅片表面的金属杂质含量。在不同国家的 9 个实验室间完成的试验表明,本标准方法具有良好的复现性和重复性。

# 表面化学分析 硅片工作标准样品表面 元素的化学收集方法和全反射 X 射线 荧光光谱法(TXRF)测定

## 1 范围

本标准规定了硅片工作标准样品表面元素铁和/或镍的化学收集方法(气相分解法或直接酸性液滴分解法)和全反射 X 射线荧光光谱法(TXRF)测定。

注:可采用石墨炉原子吸收光谱法或电感耦合等离子体质谱法代替全反射 X 射线荧光光谱法来测定所收集的元素。

本标准适用于原子表面密度介于  $6 \times 10^9$  atoms/cm<sup>2</sup> ~  $5 \times 10^{11}$  atoms/cm<sup>2</sup> 范围的铁和/或镍。

## 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 6379.2—2004 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性和复现性的基本方法(ISO 5725-2:1994, IDT)

ISO 14644-1:1999 洁净室和相关控制环境 第1部分:空气洁净度的分级(Cleanrooms and associated controlled environments—Part 1:Classification of air cleanliness)

ISO 14706:2000 表面化学分析 硅片表面元素污染的全反射 X 射线荧光光谱法(TXRF)测定 [Surface chemical analysis—Determination of surface elemental contamination on silicon wafers by total-reflection X-ray fluorescence (TXRF) spectroscopy]

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**工作标准样品** **working reference material**

ISO 14706 中规定的用于校准的硅片。

### 3.2

**校准试样** **calibration specimen**

用于校准且干燥残留物中含有已知量铁和/或镍的硅片。

### 3.3

**校准溶液** **calibration solution**

用于制备校准试样的溶液。

### 3.4

**内标** **internal standard**

已知量的钒或钪,用于归一化残留物中铁和/或镍的荧光 X 射线强度变化。