

国家标准《碳化硅单晶位错密度的测试方法》 编制说明(送审稿)

一、 工作简况

1、 立项目的和意义

随着科技的发展和进步,第三代半导体材料碳化硅(SiC)取得了令人瞩目的成就,所研发的碳化硅器件的性能指标远超当前硅基器件,并且成功实现了部分碳化硅器件的产业化,在一些重要的能源领域开始逐步取代硅基电力电子器件,并逐步展现出巨大的潜力。随着 SiC 单晶和外延技术的进步,碳化硅器件将逐步展现出其性能和降低系统成本方面的优势,将被广泛应用在 5G 通信、智能电网、高速轨道交通、新能源汽车、消费类电子等领域。

由于 SiC 本身的结构特点,在使用 SiC 形成衬底的过程中,以各种位错(包括刃位错、螺位错及基平面位错)为代表的微观缺陷都会急剧增加,从而大大降低衬底的质量。因此,测量碳化硅单晶位错密度对改进衬底质量及器件性能具有重要的意义。

2、 任务来源

根据《国家标准委关于下达 2020 年第二批国家标准制修订计划的通知》(国标委综合[2020]37 号)的要求,由北京天科合达半导体股份有限公司负责修订《碳化硅单晶位错密度的测试方法》,计划编号 20202830-T-469,要求完成时间 2022 年。

《碳化硅单晶位错密度的测试方法》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/SC2)共同提出并归口。TC203(全国半导体设备和材料标准化技术委员会)归口上报,已上传制修订系统。

3、 主要起草单位和工作成员及其所做的工作

3.1 主要起草单位情况

北京天科合达半导体股份有限公司成立于 2006 年 9 月,专业从事第三代半导体碳化硅晶片的研发、生产和销售的高新技术企业。公司依托于中国科学院物理所十余年在碳化硅领域的研究成果,经过多年卓有成效的研究,公司研发出拥有自主知识产权的碳化硅晶体生长炉和碳化硅晶体生长、加工技术和专业设备,建立了完整的碳化硅晶片生产线,在国内率先实现了碳化硅晶片的产业化生产,成为全球碳化硅晶片的主要生产商之一。第三代半导体行业技术准入门槛极高,天科合达公司已经进行碳化硅晶体研发 10 余年,拥有一支稳定的研发团队,作为北京市专利试点单位,申请了发明专利 40 余件

（其中已获授权发明专利 30 件，含 2 项国际 PCT 专利），专利范围覆盖从原料制备、生长设备、晶体生长、晶体加工工艺流程以及清洗检测全生产线，形成了碳化硅晶片制备全工艺流程知识产权体系，彻底打破了国外的技术和专利封锁，为国产碳化硅晶片生产和全球销售扫清障碍。

3.2 主要工作情况

起草过程中北京天科合达半导体股份有限公司作为牵头单位，负责标准讨论稿、征求意见稿、送审稿的起草等；

本标准的主要起草人及工作职责见表 1。

表 1 主要起草人及工作职责

序号	起草人	工作职责
1	彭同华、余宗静	全面负责标准的工作指导，标准审核，标准框架的制定、标准的修订、试验方案的制定，组织协调等
2	王大军	负责标准的修订、试验方案的执行等
3	娄艳芳、赵宁、王波、郭钰、杨建	负责标准技术方面的支持

4、 主要工作过程

4.1、起草阶段

项目立项之后，成立了标准修订小组，落实了标准主要内容、涉及范围、检测和参与单位、时间节点等工作，标准编制组于 2020 年 10 月初完成了讨论稿。2020 年 10 月，由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组织，在 市召开《碳化硅单晶位错密度的测试方法》第一次标准工作会议（讨论会），共有 等 家单位的 17 名专家参加了会议，与会专家对标准的讨论稿认真地进行了逐字逐句的讨论，对本标准的技术要点内容和文本质量进行了充分的讨论，会议对本标准的范围、规范性引用文件、术语和定义、原理、化学步骤、仪器设备、样品制备、测试程序等提出了相应修改意见。根据会议的要求，编制组对讨论稿进行了修改及相关内容的补充和完善，于 2020 年 12 月完成了征求意见稿及编制说明。

4.2、征求意见阶段

2021 年 4 月，编制组将征求意见稿及编制说明提交至标委会，并在江苏省南京市由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组织的第二次标准工作会议（预审会）上进行征求意见，共有北京天科合达半导体股份有限公司、中国电子科技集团公司第十三研究所等 17 个单位 24 位专家参加了会议，与会专家对本标准的标准技术内容和文本质量等方面进行了充分的讨论，形成了修改建议。根据预审会的意见，编

设置了格式：非突出显示

设置了格式：非突出显示

设置了格式：非突出显示

设置了格式：非突出显示

设置了格式：非突出显示

制组对征求意见稿进行了修改及相关内容的补充和完善。

二、 标准编制原则及确定标准主要内容的依据

1、 编制原则

标准的编写格式按 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》的统一规定和要求进行编写。

2、 标准主要内容的确定依据

本标准规定了碳化硅单晶位错密度的测试方法。主要内容包括范围、原理、干扰因素、化学试剂、仪器设备、样品制备、测试程序、试验数据处理、精密度、测试报告。

2.1、 范围

本标准适用于晶面偏离（0001）面、偏向 $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 方向角度范围为 $0^\circ \sim 8^\circ$ 的碳化硅单晶的位错密度的测试。

2.2、 原理

采用择优化学腐蚀技术显示位错。由于碳化硅单晶中位错线周围的晶格发生畸变，当用 KOH 熔融液腐蚀晶体表面时，在碳化硅单晶表面上的位错线露头处，腐蚀速度较快，因而容易形成由某些低指数面组成的具有特定形状的腐蚀坑。在显微镜下观察碳化硅单晶硅面并按一定规则统计这些具有特定形状的腐蚀坑，可得到位错密度值。

2.3、 干扰因素

干扰因素是对于样品制备和测试经验的总结，直接影响测试结果的准确性，具体包括：

(1) 腐蚀过程中熔体温度和腐蚀时间直接影响碳化硅单晶的腐蚀效果，造成位错类型显现不明显，导致测试过程中产生误差；

(2) 碳化硅单晶腐蚀所用的刻蚀液-KOH 熔融液连续使用会造成熔融液的氧化以及混有腐蚀残留物，这会影响碳化硅单晶表面的腐蚀效果，因此应规定 KOH 熔融液的使用时长（不大于 24h），过期应及时更换；

(3) 腐蚀结束后碳化硅单晶表面的腐蚀残留物会影响晶片的检测，造成测试结果产生误差。

2.4、 化学试剂

(1) 本文件所用试剂均为符合国家标准或行业标准的分析纯及以上试剂所用水为 GB/T 6682 规定的三级及以上蒸馏水或去离子水。

(2) 氢氧化钾质量分数为 $\geq 85\%$ ，为 GB/T 2306-2008 规定的分析纯规格。

(3) 无水乙醇质量分数为 $\geq 99.7\%$ ，为 GB/T 678-2002 规定的分析纯规格。

2.5、样品制备

样品经 X 射线定向，定向出晶体学硅面即(0001)面。按正交取向偏离角切取 SiC 晶片，偏向 $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 方向偏离角范围为 $0^\circ \sim 8^\circ$ 。将切割好的晶片使用专用石蜡粘接在载片盘上进行研磨和抛光。为保证晶片腐蚀的效果，制备好的碳化硅单晶抛光片表面粗糙度 (Ra) $\leq 1\text{nm}$ 。

2.6、测试程序

碳化硅单晶抛光片的腐蚀温度、腐蚀时间以及腐蚀后的表面清洁度会对碳化硅单晶抛光片的腐蚀效果产生影响，因此测试程序中对碳化硅单晶抛光片的腐蚀要求进行规定；另外对测试过程中显微镜视场面积的大小、测量点的分布以及位错腐蚀坑的特征进行规定。

2.6.1、抛光片的腐蚀

将 KOH 放在具备耐高温且性能稳定的材质容器中加热熔化，使熔体温度保持在 $540^\circ\text{C} \pm 20^\circ\text{C}$ ，将待腐蚀的碳化硅单晶抛光片在 $260^\circ\text{C} \sim 300^\circ\text{C}$ 预热 1min~2min 后放入 KOH 熔融液中，腐蚀 (15~25) min。腐蚀结束后取出碳化硅单晶抛光片冷却，先用大量的去离子水洗涤，再用无水乙醇浸泡并擦拭若干次进行清洁，去除晶片表面的腐蚀残留物。

腐蚀过程中腐蚀环境温度应保持在 $24^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 范围内，湿度应保持在 40%-70% 范围内。

腐蚀操作前，应佩戴好头盔、护目镜以及耐热手套等防护措施。

2.6.2、位错腐蚀坑特征

碳化硅单晶 Si 面的位错腐蚀坑图形如图 1。

螺旋位错 (TSD) 为六方形腐蚀坑，直径约 $100\mu\text{m} \sim 120\mu\text{m}$ ，有尖的底且稍偏向一边；

刃位错 (TED) 为近似圆形腐蚀坑，直径约 $50\mu\text{m} \sim 80\mu\text{m}$ ，有尖的底且稍偏向一边；

基平面位错 (BPD) 为椭圆形腐蚀坑，直径约 $30\mu\text{m} \sim 60\mu\text{m}$ ，有底且严重偏向椭圆的一边；

腐蚀坑的直径大小随腐蚀程度有所变化，可根据其相对大小来进行位错缺陷种类识别。

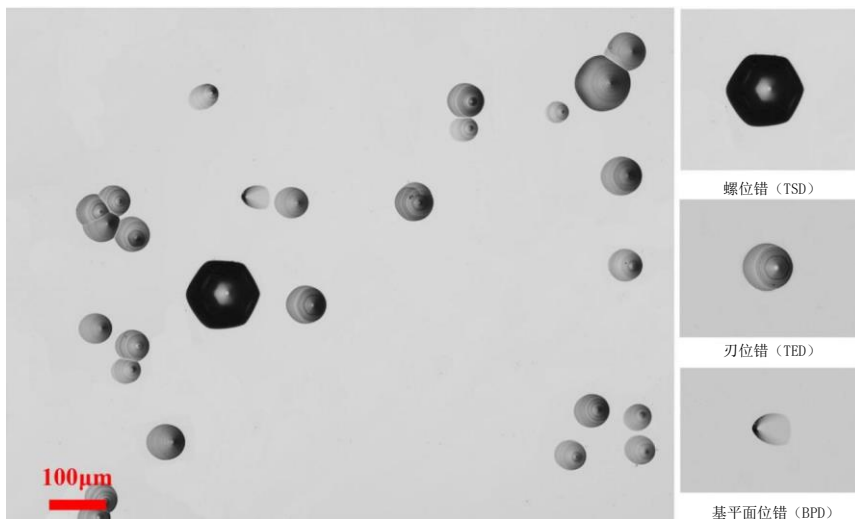


图1 碳化硅单晶 Si 面腐蚀坑形貌图

2.6.3、选择视场面积

将腐蚀后的碳化硅单晶置于光学显微镜的载物台上，选择放大倍数为 100 倍，扫描样品表面，根据估计的位错密度 N_d 选择视场面积，具体如下：

- a) $N_d \leq 5000 \text{cm}^{-2}$ ，选用视场面积 $S \geq 1 \text{mm}^2$ ；
- b) $5000 \text{cm}^{-2} \leq N_d \leq 10000 \text{cm}^{-2}$ ，选用视场面积 $S \geq 0.5 \text{mm}^2$ ；
- c) $N_d > 10000 \text{cm}^{-2}$ ，选用视场面积 $S \geq 0.1 \text{mm}^2$ ；

如采用带有数字相机的显微镜测量（简称“位错测试设备”），则在相同放大倍数的情况下，允许视场面积适当变化，但应不小于上述视场面积的 70%。

2.6.4、测量点的分布

（1）采用光学显微镜设备人工识别位错类型，计算位错密度，不同尺寸碳化硅单晶位错测量点分布如图 2 所示，具体分布为：

2 英寸碳化硅单晶测量点为中心 1 点，半径 10mm 圆周上均匀取 8 点，半径 20mm 圆周上均匀取 16 点，共 25 点；

3 英寸碳化硅单晶测量点为中心 1 点，半径 15mm 圆周上均匀取 8 点，半径 30mm 圆周上均匀取 16 点，共 25 点；

4 英寸碳化硅单晶测量点为中心 1 点，半径 20mm 圆周上均匀取 8 点，半径 40mm 圆周上均匀取 16 点，共 25 点；

6 英寸碳化硅单晶测量点为中心 1 点，半径 20mm 圆周上均匀取 8 点，半径 40mm 圆周上均匀取 16 点，半径 60mm 圆周上均匀取 16 点，共 41 点。

8 英寸碳化硅单晶测量点为中心 1 点，半径 20mm 圆周上均匀取 8 点，半径 40mm 圆周上均匀取 16 点，半径 60mm 圆周上均匀取 16 点，半径 80mm 圆周上均匀取 16 个点，共 57 个点。

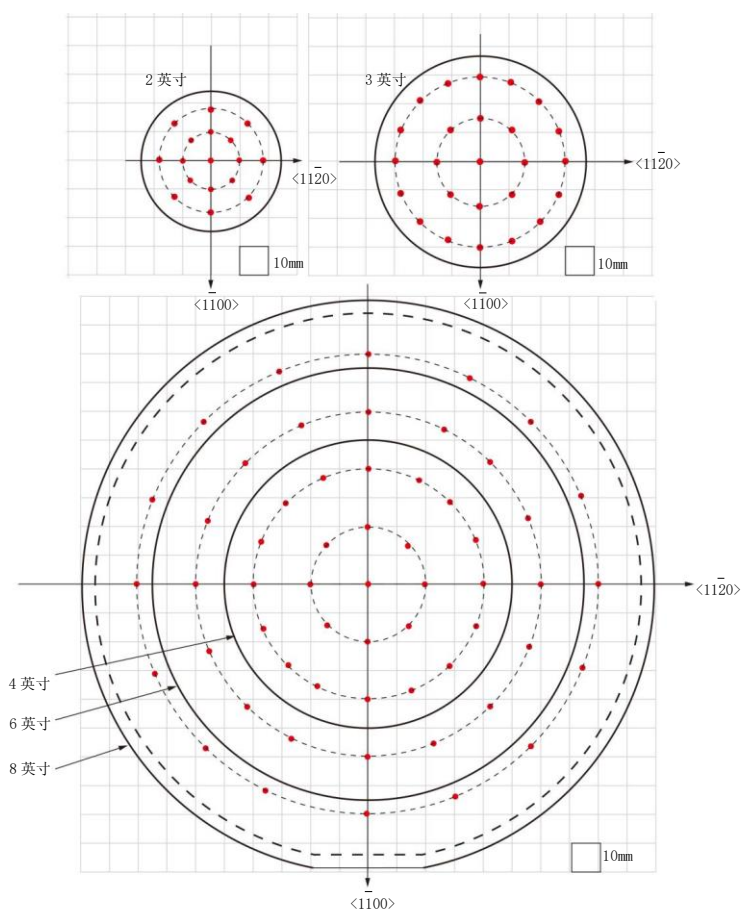


图2 不同尺寸碳化硅单晶位错测量点位置分布图

(2) 采用位错测试设备自动识别位错类型，计算位错密度。扫描路径选择矩阵模式，碳化硅单晶边缘去边 1mm，2 英寸碳化硅单晶直径测量点个数输入 10，3 英寸碳化硅单晶直径测量点个数输入 16，4 英寸碳化硅单晶直径测量点个数输入 22，6 英寸碳化硅单晶

直径测量点个数输入 33，8 英寸碳化硅单晶直径测量点个数输入 44。具体测量点的分布，如表 2 所示。

常规检测模式下，4 英寸碳化硅单晶测量点分布如图 3 所示（对应测试结果 Mapping 图示例如图 4 所示），视场位于网格中心，一个视场下的位错密度代表一个网格（面积 20.657mm^2 ）下的位错密度，共 406 个检测点；6 英寸碳化硅单晶测量点分布如图 5 所示（（对应测试结果 Mapping 图示例如图 6 所示）），视场位于网格中心，一个视场的位错密度代表一个网格（面积 20.657mm^2 ）的位错密度，共 889 个检测点。

表2 矩阵模式下碳化硅单晶测量点分布

尺寸	矩阵模式采集点/个	实际采集点个数
2英寸	10×10	92
3英寸	16×16	224
4英寸	22×22	406
6英寸	33×33	889
8英寸	44×44	1558

注 a 视场边界上的位错腐蚀坑，其面积必须有一半以上位于视场内才予以计数。

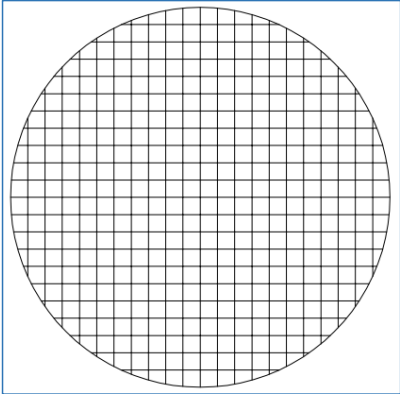


图3 4英寸 (R=49mm) 碳化硅单晶腐蚀坑检测位置图

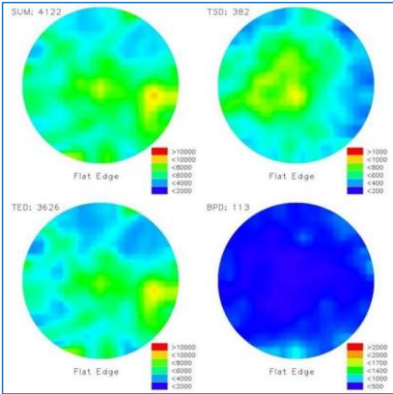


图4 4英寸 (R=49mm) 碳化硅单晶位错密度Mapping图示例

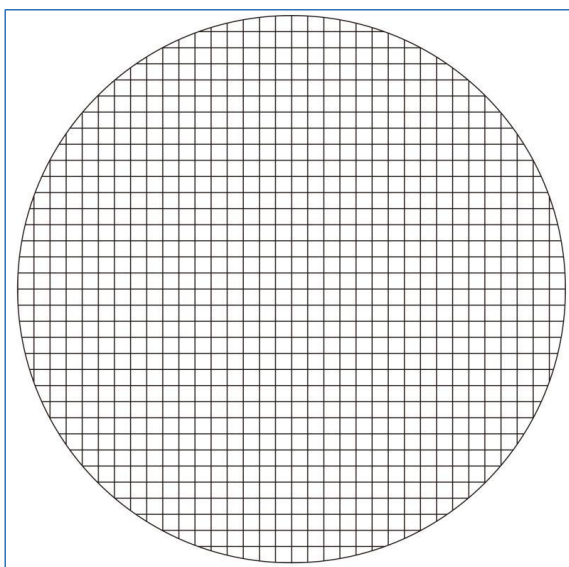


图5 6英寸 (R=74mm) 碳化硅单晶抛光片腐蚀坑检测位置图

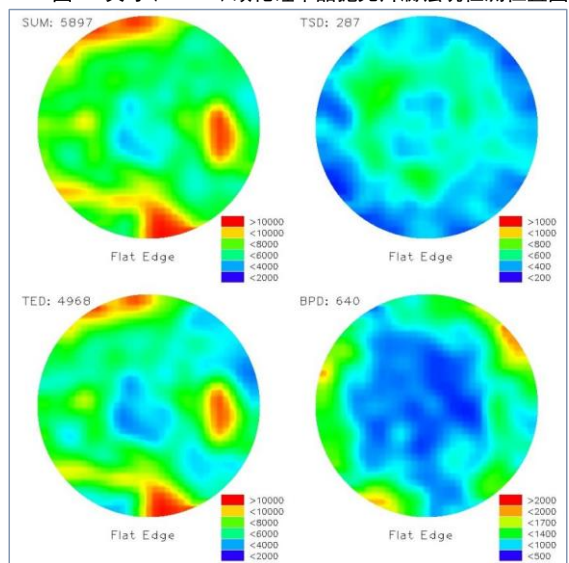


图6 6英寸 (R=74mm) 碳化硅单晶抛光片位错密度Mapping图示例

2.6.5、记录

记录每个观察点的不同种类位错的个数。视场边界上的位错腐蚀坑，其面积必须有一半以上位于视场内才予以计数，不符合特征的坑或其他形状的图形不记数。

3、 试验情况

本标准中采用两种方法对腐蚀后的碳化硅单晶抛光片进行位错密度测试，一种为光学显微镜设备人工识别位错类型，计算位错密度，另一种为位错测试设备自动识别位错类型，计算位错密度。

其中，参加光学显微镜设备人工识别位错类型，计算位错密度的巡回测试单位有：北京天科合达半导体股份有限公司、中国科学院上海硅酸盐研究所、瀚天天成电子科技（厦门）有限公司。

参加位错测试设备自动识别位错类型，计算位错密度的巡回测试单位有：北京天科合达半导体股份有限公司、浙金晶越半导体有限公司、河北同光晶体有限公司。

3.1 采用光学显微镜设备人工识别位错类型，计算位错密度

根据碳化硅单晶位错密度测试方法的要求，编制组选取了腐蚀后的 2 英寸、3 英寸、4 英寸、6 英寸碳化硅单晶进行巡回测试，要求每个测试单位测试腐蚀后碳化硅单晶测量点的位置和个数相同，每个碳化硅单晶重复测试 3 次，输出测试结果。各测试单位的数据统计结果见表 3。

表 3 碳化硅单晶位错密度巡回测试数据

单个测试单位重复性 (每个样品重复测试 3 次)	测试单位	晶片尺寸							
		2 英寸				3 英寸			
		TSD	TED	BPD	总位错密度	TSD	TED	BPD	总位错密度
	天科合达	4.51%	5.33%	6.22%	4.73%	7.24%	5.10%	0.00%	5.27%
	中国科学院上海硅酸盐研究所	8.23%	5.10%	9.78%	6.02%	9.53%	5.67%	0.00%	5.39%
	瀚天天成电子科技（厦门）有限公司	5.11%	5.33%	4.62%	4.29%	8.73%	8.49%	0.00%	6.69%
多测试单位测试再现性		6.72%	7.15%	8.74%	7.06%	2.73%	2.03%	0.00%	2.04%

单个测试单位 重复性 (每个样品重复测试3次)	测试单位	晶片尺寸							
		4 英寸				6 英寸			
		TSD	TED	BPD	总位错密度	TSD	TED	BPD	总位错密度
	天科合达	8.38%	5.17%	6.43%	5.42%	9.51%	5.59%	5.01%	5.61%
	中国科学院上海硅酸盐研究所	9.72%	5.14%	9.16%	5.49%	9.05%	5.04%	6.42%	2.60%
	瀚天天成电子科技(厦门)有限公司	9.73%	4.71%	9.34%	3.87%	9.82%	6.62%	7.14%	4.28%
多测试单位测试再现性		3.70%	4.79%	4.59%	4.65%	1.64%	3.18%	1.87%	2.89%

通过分析测试数据可以看到，单个测试单位 3 次以上重复性测试的相对标准偏差不大于 10%，采用单个测试单位相对标准偏差的计算方法得到多个测试单位的再现性，多个单位的再现性相对标准偏差可以控制在 10%以内。具体实验情况见附件的试验报告。

3.2 位错测试设备自动识别位错类型，计算位错密度

采用位错测试设备自动识别位错类型，计算位错密度，属于比较新的测试方法，该方法测量点相对较多，测试结果更能反映碳化硅单晶的整体位错密度，并且可以输出 Mapping 图，更加直观的观察位错类型的分布。编制组选取了腐蚀后的 4 英寸、6 英寸碳化硅单晶进行巡回测试，要求每个测试单位测试腐蚀后碳化硅单晶测量点的位置和个数相同。每个碳化硅单晶重复测试 3 次，输出测试结果。各测试单位的数据统计结果见表 4。

表 4 碳化硅单晶位错密度巡回测试数据

单个测试单位 重复性 (每个样品重复测试3次)	测试单位	晶片尺寸							
		4 英寸				6 英寸			
		TSD	TED	BPD	总位错密度	TSD	TED	BPD	总位错密度
	天科合达	1.32%	0.54%	1.35%	0.64%	0.94%	0.23%	0.38%	0.22%
	浙金晶越半导体有限公司	0.48%	0.15%	1.71%	0.22%	1.43%	0.37%	1.31%	0.35%
	河北同光晶体有限公司	1.12%	0.19%	0.94%	0.09%	0.46%	0.08%	0.59%	0.08%
多测试单位测试再现性		2.27%	1.69%	5.05%	1.66%	7.16%	2.57%	2.63%	2.74%

通过分析测试数据可以看到，单个测试单位 3 次以上重复性测试的相对标准偏差不大于 10%，采用单个测试单位相对标准偏差的计算方法得到多个测试单位的再现性，多个单位的再现性相对标准偏差可以控制在 10%以内。具体实验情况见附件的试验报告。

三、标准水平分析

本标准属首次制定，与国内外同类标准相比，标准总体达到了国内先进水平。

四、与现行法律、法规、强制性国家标准及相关标准协调配套情况

目前针对碳化硅单晶位错的测试方法没有统一的标准，本标准是新制定的国家标准。本标准的制定对改进衬底质量及器件性能具有重要的意义。本标准的制定与现行的相关法律、法规、规章及相关标准的关系不矛盾、不冲突，协调一致。

五、重大分歧意见的处理经过和依据

编制组根据起草前确定的编制原则进行了标准起草，标准起草小组前期进行了充分的准备和调研，并做了大量调查论证、信息分析和试验工作，标准在主要技术内容上，行业内取得了较为一致的意见，标准起草过程中未发生重大分歧意见。

六、标准作为强制性标准或推荐性标准的建议

本标准是目前主流的碳化硅单晶位错密度测试方法，建议本标准作为推荐性国家标准实施。

七、废止现行有关标准的建议

无。

八、贯彻国家标准的要求和措施建议

本标准的实施与现有的其他标准没有冲突之处。本标准的制定和推广，有利于规范行业的发展，有利于国内半导体材料的质量监控与品质提升的需求，有利于提高国内半导体样品的国内与国际市场竞争能力，实现高端半导体材料的民族自主可控。标准发布后建议组织标准宣贯推广会，促进标准的实施。

九、其他需要说明的事项

本标准作为推荐性国家标准供大家使用，若对结果有疑义，以供需双方商议的测试方法为准。

附件：国标标准《碳化硅单晶位错密度的测试方法》试验报告。

标准编制组
2021 年 9 月

附件：

国家标准《碳化硅单晶位错密度的测试方法》试验报告

一、测试目的

根据《国家标准委关于下达 2020 年第二批国家标准制修订计划的通知》（国标委综合[2020]37 号）的要求，由北京天科合达半导体股份有限公司主导完成了《碳化硅单晶位错密度的测试方法》（计划编号 20202830-T-469）国家标准的编写工作。

编制组依据该标准涉及的测试产品种类，邀请了国内具有同一测试水平的衬底制造厂家检验部门参与巡回测试，收集各单位相关测试结果数据，作为该国家标准编写的基础数据，同时提供碳化硅单晶位错密度的测试方法的精密度数据。

二、测试方案

该项标准用于指导碳化硅单晶位错密度的测试方法。本标准采用两种测试方法计算碳化硅单晶的位错密度，分别为光学显微镜设备人工识别位错类型，计算位错密度和位错测试设备自动识别位错类型，计算位错密度。由于涉及到影响测试结果的因素较多，包括测试设备、测试环境、测试操作、操作人员，以及碳化硅单晶抛光片的质量要求等都会影响测试结果，编制组制定了详细的测试方案。

2.1 采用光学显微镜设备人工识别位错类型，计算位错密度的方案

2.1.1 样品信息及测试取点要求

北京天科合达半导体股份有限公司提供 4 片不同尺寸（2 英寸、3 英寸、4 英寸、6 英寸）的碳化硅单晶，根据要求对不同规格的 4 片碳化硅单晶按照要求进行腐蚀，将腐蚀合格的 2 英寸、3 英寸、4 英寸、6 英寸碳化硅单晶片放置晶圆盒中，除测试及运输时间外，腐蚀片应保存在晶圆盒中，防止腐蚀片被污染。采用光学显微镜人工识别位错类型，统计位错数据。编制组同时给出每片腐蚀片的样品信息及需要测试点的要求，详见表 1，测试点的分布如图 1 所示。

表 1 样品信息及测试取点要求

样品编号	规格型号	测试点总数	视场大小要求
样品 1	2 英寸 4H-N	25	放大倍数为 100 倍，选用视场面积 $S \geq 0.1\text{mm}^2$
样品 2	3 英寸 4H-SI	25	放大倍数为 100 倍，选用视场面积 $S \geq 1\text{mm}^2$
样品 3	4 英寸 4H-N	25	放大倍数为 100 倍，选用视场面积 $S \geq 0.5\text{mm}^2$
样品 4	6 英寸 4H-N	41	放大倍数为 100 倍，选用视场面积 $S \geq 1\text{mm}^2$

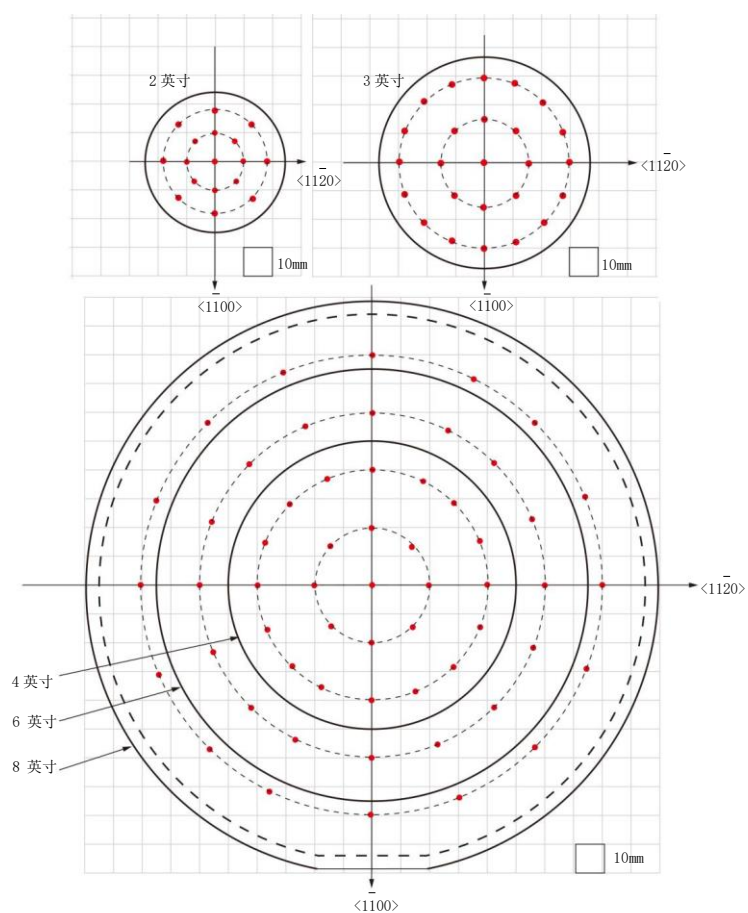


图 1 腐蚀坑检测位置图

2.1.2 测试流程

- ① 各个测试单位收到样品后，应确认样品表面是否被污染，破损等情况，如有异常情况返回天科公司重新制样。
- ② 样品检测：各测试单位在测试碳化硅单晶的位错密度之前，应选择天科公司要求的测试倍数，同时视场面积应在要求范围内。各测试单位根据要求采用光学显微镜人工记录每个测量点不同种类位错的个数。视场边界上的位错腐蚀坑，其面积必须有一半以上位于视场内才予以计数，不符合特征的坑或其他形状的图形不计数。
- ③ 测试要求：为了避免人为因素引起的检测误差，4 种尺寸规格的碳化硅单晶应由同一检测人员重复测试 3 次，输出检测结果。
- ④ 测试结束，将碳化硅单晶放回晶圆盒内寄回天科合达，由天科合达确认样品状态后寄往另一家测试单位。

2.2 采用位错测试设备自动识别位错类型，计算位错密度的方案

2.2.1 样品信息

北京天科合达半导体股份有限公司提供 2 片不同规格（4 英寸/6 英寸）碳化硅单晶，根据要求对晶片进行腐蚀，将腐蚀合格的 4 英寸/6 英寸碳化硅单晶片放置晶圆盒中，除测试及运输时间外，腐蚀片应保存在晶圆盒中，防止腐蚀片被污染。

4 英寸/6 英寸样品信息及测试取点要求见表 2。

表 2 样品信息及测试取点要求

样品编号	规格型号	矩阵模式测量点/个	视场大小要求
样品 1	4 英寸 4H-N	22×22	放大倍数为 100 倍，选用视场面积 $S \geq 0.5\text{mm}^2$
样品 2	6 英寸 4H-N	33×33	放大倍数为 100 倍，选用视场面积 $S \geq 0.5\text{mm}^2$

2.2.2 测试取点要求

使用位错测试设备自动识别位错类型，常规检测模式下，选择放大倍数为 100 倍，视场面积选择 $S \geq 0.5\text{mm}^2$ ，扫描路径选择矩阵模式，碳化硅单晶边缘去边 1mm，4 英寸晶片测量点分布如图 2 所示，视场位于网格中心，一个视场下的位错密度代表一个网格（面积 20.657mm^2 ）下的位错密度，共 406 个检测点；6 英寸碳化硅单晶测量点分布如图 3 所示，视场位于网格中心，一个视场的位错密度代表一个网格（面积 20.657mm^2 ）的位错密度，共 889 个检测点。

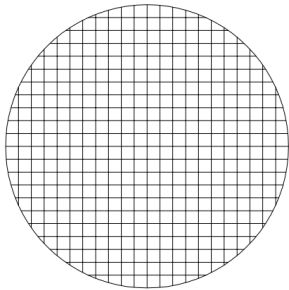


图 2 4 英寸(R=49mm)碳化硅单晶测量点位置分布图

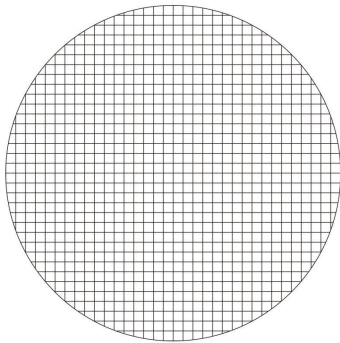


图 3 6 寸(R=74mm)碳化硅单晶测量点位置分布图

2.2.3 测试流程

- ① 各个测试单位收到样品后，应确认样品表面是否被污染，破损等情况，如有异常情况返回天科公司重新制样。
- ② 样品检测：各测试单位在测试碳化硅单晶的位错密度之前，应选择天科公司要求的测试倍数，同时视场面积应在要求范围内。各测试单位根据要求，使用位错测试设备自动识别位错类型，自动记录每个观察点的位错个数。视场边界上的位错腐蚀坑，其面积必须有一半以上位于视场内才予以计数，不符合特征的坑或其他形状的图形不计数。

- ③ 测试要求：为了避免人为因素引起的检测误差，2 种尺寸规格的碳化硅单晶抛光片应由同一检测人员重复测试 3 次，输出检测结果及 Mapping 图。
- ④ 测试结束，将碳化硅单晶放回晶圆盒内寄回天科合达，由天科合达确认样品状态后寄往另一家测试单位。

三、试验数据

（一）光学显微镜人工识别位错类型，统计位错数据

1、北京天科合达测试数据

➤ 2 英寸碳化硅单晶测试具体数据，见表 3：

表 3 2 英寸碳化硅单晶片位错密度测试结果

样品编号	样品 1	规格型号	2 英寸 4H-N	
测量次数	单位：（个/cm ² ）			
	位错密度			
	螺位错 （TSD）	刃位错 （TED）	基平面位错 （BPD）	总位错密度
1	2617	9912	894	13424
2	2396	9735	825	12956
3	2470	8956	792	12217
平均值	2494	9,534	837	12866
标准偏差	112.49	508.61	52.05	608.55
相对标准偏差	4.51%	5.33%	6.22%	4.73%

➤ 3 英寸碳化硅单晶测试具体数据，见表 4：

表 4 3 英寸碳化硅单晶片位错密度测试结果

样品编号	样品 2	规格型号		3 英寸 4H-SI
测量次数	单位：（个/cm ² ）			
	位错密度			
	螺位错 （TSD）	刃位错 （TED）	基平面位错 （BPD）	总位错密度
1	283	2983	0	3266
2	263	2802	0	3065
3	304	3102	0	3405
平均值	283	2,962	0	3245
标准偏差	20.50	151.06	0.00	170.94
相对标准偏差	7.24%	5.10%	0.00%	5.27%

➤ 4 英寸碳化硅单晶测试具体数据，见表 5:

表 5 4 英寸碳化硅单晶位错密度测试结果

样品编号	样品 3	规格型号	4 英寸 4H-N	
测量次数	单位：（个/cm ² ）			
	位错密度			
	螺位错 （TSD）	刃位错 （TED）	基平面位错 （BPD）	总位错密度
1	299	4849	357	5506
2	336	5177	386	5899
3	353	5374	406	6133
平均值	329	5,133	383	5846
标准偏差	27.61	265.21	24.64	316.84
相对标准偏差	8.38%	5.17%	6.43%	5.42%

➤ 6 英寸碳化硅单晶测试具体数据，见表 6:

表 6 6 英寸碳化硅单晶位错密度测试结果

样品编号	样品 4	规格型号		6 英寸 4H-N
测量次数	单位：（个/cm ² ）			
	位错密度			
	螺位错 （TSD）	刃位错 （TED）	基平面位错 （BPD）	总位错密度
1	228	3364	647	4239
2	255	3600	712	4567
3	276	3761	699	4737
平均值	253	3,575	686	4514
标准偏差	24.06	199.68	34.39	253.14
相对标准偏差	9.51%	5.59%	5.01%	5.61%

2、中国科学院上海硅酸盐研究所测试数据

➤ 2 英寸碳化硅单晶测试具体数据，见表 7:

表 7 2 英寸碳化硅单晶位错密度测试结果

样品编号	样品 1	规格型号	2 英寸 4H-N	
测量次数	单位：（个/cm ² ）			
	位错密度			
	螺位错（TSD）	刃位错（TED）	基平面位错（BPD）	总位错密度
1	2905	11015	976	14896
2	3200	11762	1099	16062
3	2720	10646	907	14273
平均值	2942	11,141	994	15077
标准偏差	242.09	568.57	97.26	908.13
相对标准偏差	8.23%	5.10%	9.78%	6.02%

➤ 3 英寸碳化硅单晶测试具体数据，见表 8:

表 8 3 英寸碳化硅单晶位错密度测试结果

样品编号	样品 2		规格型号	3 英寸 4H-SI	
测量次数	单位：（个/cm ² ）				
	位错密度				
	螺位错 （TSD）	刃位错（TED）	基平面位错 （BPD）		总位错密度
1	312	3311	0		3623
2	320	2978	0		3298
3	267	3044	0		3311
平均值	300	3,111	0		3411
标准偏差	28.57	176.32	0		184.00
相对标准偏差	9.53%	5.67%	0.00%		5.39%

➤ 4 英寸碳化硅单晶测试具体数据，见表 9:

表 9 4 英寸碳化硅单晶位错密度测试结果

样品编号	样品 3	规格型号	4 英寸 4H-N	
测量次数	单位：（个/cm ² ）			
	位错密度			
	螺位错 （TSD）	刃位错（TED）	基平面位错 （BPD）	总位错密度
1	332	5399	394	6125
2	275	5046	345	5666
3	320	4886	332	5518
平均值	309	5,110	357	5770
标准偏差	30.05	262.48	32.70	316.50
相对标准偏差	9.72%	5.14%	9.16%	5.49%

➤ 6 英寸碳化硅单晶测试具体数据，见表 10:

表 10 6 英寸碳化硅单晶位错密度测试结果

样品编号	样品 4	规格型号	6 英寸 4H-N	
测量次数	单位：（个/cm ² ）			
	位错密度			
	螺位错 （TSD）	刃位错（TED）	基平面位错 （BPD）	总位错密度
1	253	3738	720	4712
2	232	3933	653	4818
3	278	3556	739	4574
平均值	254	3,742	704	4701
标准偏差	23.03	188.54	45.18	122.35
相对标准偏差	9.05%	5.04%	6.42%	2.60%

3、瀚天天成电子科技（厦门）有限公司测试数据

➤ 2 英寸碳化硅单晶测试具体数据，见表 11：

表 11 2 英寸碳化硅单晶位错密度测试结果

样品编号	样品 1	规格型号		2 英寸 4H-N
测量次数	单位：（个/cm ² ）			
	位错密度			
	螺位错（TSD）	刃位错（TED）	基平面位错（BPD）	总位错密度
1	2769	11811	1083	15664
2	2601	10954	1005	14560
3	2880	10671	997	14548
平均值	2750	11,145	1,028	14,924
标准偏差	140.47	593.60	47.51	640.89
相对标准偏差	5.11%	5.33%	4.62%	4.29%

➤ 3 英寸碳化硅单晶测试具体数据，见表 12：

表 12 3 英寸碳化硅单晶位错密度测试结果

样品编号	样品 2	规格型号	3 英寸 4H-SI	
测量次数	单位：（个/cm ² ）			
	位错密度			
	螺位错（TSD）	刃位错（TED）	基平面位错（BPD）	总位错密度
1	312	2978	0	3290
2	271	3290	0	3561
3	320	2782	0	3102
平均值	301	3,017	0	3,318
标准偏差	26.29	256.20	0.00	230.75
相对标准偏差	8.73%	8.49%	0.00%	6.96%

➤ 4 英寸碳化硅单晶测试具体数据，见表 13：

表 13 4 英寸碳化硅单晶位错密度测试结果

样品编号	样品 3	规格型号	4 英寸 4H-N	
测量次数	单位：（个/cm ² ）			
	位错密度			
	螺位错 （TSD）	刃位错（TED）	基平面位错 （BPD）	总位错密度
1	332	5957	394	6683
2	373	5440	439	6252
3	308	5584	365	6256
平均值	338	5,660	399	6,397
标准偏差	32.87	266.82	37.29	247.69
相对标准偏差	9.73%	4.71%	9.34%	3.87%

➤ 6 英寸碳化硅单晶测试具体数据，见表 14：

表 14 6 英寸碳化硅单晶位错密度测试结果

样品编号	样品 4	规格型号	6 英寸 4H-N	
测量次数	单位：（个/cm ² ）			
	位错密度			
	螺位错 （TSD）	刃位错（TED）	基平面位错 （BPD）	总位错密度
1	243	3479	720	4442
2	270	3228	674	4172
3	222	3686	624	4532
平均值	245	3,464	673	4,382
标准偏差	24.06	229.35	48.01	187.35
相对标准偏差	9.82%	6.62%	7.14%	4.28%

(二) 采用位错测试设备自动识别位错类型，计算位错密度

1、北京天科合达半导体股份有限公司测试数据

➤ 4 英寸碳化硅单晶测试具体数据，见表 15：

表 15 4 英寸碳化硅单晶位错密度测试结果

样品编号	样品 1	型号规格	4 英寸 4H-N	
测量次数	单位：（个/cm ² ）			
	位错密度			
	螺位错 （TSD）	刃位错 （TED）	基平面位错 （BPD）	总位错密度
1	353	4650	418	5421
2	355	4664	415	5434
3	362	4699	426	5487
平均值	357	4,671	420	5447
标准偏差	4.73	25.24	5.69	34.96
相对标准偏差	1.32%	0.54%	1.35%	0.64%

➤ 6 英寸碳化硅单晶测试具体数据，见表 16：

表 16 6 英寸碳化硅单晶位错密度测试结果

样品编号	样品 2	型号规格	6 英寸 4H-N	
测量次数	单位：（个/cm ² ）			
	位错密度			
	螺位错 （TSD）	刃位错 （TED）	基平面位错 （BPD）	总位错密度
1	246	5668	305	6219
2	246	5643	303	6192
3	242	5660	305	6207
平均值	245	5,657	304	6206
标准偏差	2.31	12.77	1.15	13.53
相对标准偏差	0.94%	0.23%	0.38%	0.22%

2、浙江晶越半导体有限公司

➤ 4 英寸碳化硅单晶测试具体数据，见表 17：

表 17 4 英寸碳化硅单晶位错密度测试结果

样品编号	样品 1	型号规格	4 英寸 4H-N	
测量次数	单位：（个/cm ² ）			
	位错密度			
	螺位错 （TSD）	刃位错 （TED）	基平面位错 （BPD）	总位错密度
1	361	4679	416	5456
2	361	4666	421	5448
3	358	4667	407	5432
平均值	360	4, 671	415	5445
标准偏差	1. 73	7. 23	7. 09	12. 22
相对标准偏差	0. 48%	0. 15%	1. 71%	0. 22%

➤ 6 英寸碳化硅单晶测试具体数据，见表 18：

表 18 6 英寸碳化硅单晶位错密度测试结果

样品编号	样品 2	型号规格	6 英寸 4H-N	
测量次数	单位：（个/cm ² ）			
	位错密度			
	螺位错 （TSD）	刃位错 （TED）	基平面位错 （BPD）	总位错密度
1	249	5638	309	6196
2	246	5638	306	6190
3	242	5674	314	6230
平均值	246	5,650	310	6,205
标准偏差	3.51	20.78	4.04	21.57
相对标准偏差	1.43%	0.37%	1.31%	0.35%

3、河北同光晶体有限公司

➤ 4 英寸碳化硅单晶测试具体数据，见表 19:

表 19 4 英寸碳化硅单晶位错密度测试结果

样品编号	样品 1	型号规格	4 英寸 4H-N	
测量次数	单位：（个/cm ² ）			
	位错密度			
	螺位错 （TSD）	刃位错 （TED）	基平面位错 （BPD）	总位错密度
1	371	4535	379	5286
2	369	4544	381	5296
3	377	4527	386	5291
平均值	372	4, 535	382	5, 291
标准偏差	4. 16	8. 50	3. 61	5. 00
相对标准偏差	1. 12%	0. 19%	0. 94%	0. 09%

➤ 6 英寸碳化硅单晶测试具体数据，见表 20:

表 20 6 英寸碳化硅单晶位错密度测试结果

样品编号	样品 2	型号规格	6 英寸 4H-N	
测量次数	单位：（个/cm ² ）			
	位错密度			
	螺位错 （TSD）	刃位错 （TED）	基平面位错 （BPD）	总位错密度
1	216	5401	293	5911
2	217	5407	293	5918
3	215	5409	296	5920
平均值	216	5, 406	294	5916
标准偏差	1. 00	4. 16	1. 73	4. 73
相对标准偏差	0. 46%	0. 08%	0. 59%	0. 08%

四、数据分析与结论

根据相对标准偏差公式 $S = Sqr[\sum(X_n - X_i)^2 / n - 1]$ 和重复性试验数据计算得出重复性和再现性的精密度。

1.1 光学显微镜设备人工识别位错类型，计算位错密度数据分析

从试验数据（表 21）看，单个相对标准偏差最大值为 9.82%（RSD），编制组确定单个测试单位测试的测试重复性不大于 10%。

采集所有测试单位单个样品的测试数据，以 RSD（相对标准偏差）来计算并表征，多个测试单位测试再现性不大于 10%。

表 21 碳化硅单晶位错密度巡回测试数据

单个测试单位重复性 (每个样品重复测试 3 次)	测试单位	晶片尺寸							
		2 英寸				3 英寸			
		TSD	TED	BPD	总位错密度	TSD	TED	BPD	总位错密度
	天科合达	4.51%	5.33%	6.22%	4.73%	7.24%	5.10%	0.00%	5.27%
	中国科学院上海硅酸盐研究所	8.23%	5.10%	9.78%	6.02%	9.53%	5.67%	0.00%	5.39%
	瀚天天成电子科技（厦门）有限公司	5.11%	5.33%	4.62%	4.29%	8.73%	8.49%	0.00%	6.69%
多测试单位测试再现性		6.72%	7.15%	8.74%	7.06%	2.73%	2.03%	0.00%	2.04%

续表（21）

单个测试单位重复性 (每个样品重复测试 3 次)	测试单位	晶片尺寸							
		4 英寸				6 英寸			
		TSD	TED	BPD	总位错密度	TSD	TED	BPD	总位错密度
	天科合达	8.38%	5.17%	6.43%	5.42%	9.51%	5.59%	5.01%	5.61%
	中国科学院上海硅酸盐研究所	9.72%	5.14%	9.16%	5.49%	9.05%	5.04%	6.42%	2.60%
	瀚天天成电子科技（厦门）有限公司	9.73%	4.71%	9.34%	3.87%	9.82%	6.62%	7.14%	4.28%
多测试单位测试再现性		3.70%	4.79%	4.59%	4.65%	1.64%	3.18%	1.87%	2.89%

1.2 位错测试设备自动识别位错类型，计算位错密度数据分析

从试验数据（表 22）看，单个相对标准偏差最大值为 1.71%（RSD），编制组确定单个测试单位测试的测试重复性不大于 10%。

采集所有测试单位单个样品的测试数据，以 RSD（相对标准偏差）来计算并表征，多个测试单位测试再现性不大于 10%。

表 22 碳化硅单晶位错密度巡回测试数据

单个测试单位重复性 (每个样品重复测试 3 次)	测试单位	晶片尺寸							
		4 英寸				6 英寸			
		TSD	TED	BPD	总位错密度	TSD	TED	BPD	总位错密度
	天科合达	1.32%	0.54%	1.35%	0.64%	0.94%	0.23%	0.38%	0.22%
	浙江晶越半导体有限公司	0.48%	0.15%	1.71%	0.22%	1.43%	0.37%	1.31%	0.35%
	河北同光晶体有限公司	1.12%	0.19%	0.94%	0.09%	0.46%	0.08%	0.59%	0.08%
多测试单位测试再现性		2.27%	1.69%	5.05%	1.66%	7.16%	2.57%	2.63%	2.74%