ICS 77.040

CCS H 21



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

|  |
| --- |
|  |

氮化镓单晶衬底片晶面曲率半径测试方法

Test method for radius of curvature of crystal plane in GaN single crystal substrate wafers

|  |
| --- |
| （送审稿） |
| （在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上） |

XXXX- XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施



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。

本文件由全国半导体设备和材料标准化技术委员会(SAC/TC203)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/TC203/SC2)共同提出并归口。

本文件起草单位：中国科学院苏州纳米技术与纳米仿生研究所、苏州纳维科技有限公司……

本文件主要起草人：……

氮化镓单晶衬底片晶面曲率半径测试方法

范围

本文件规定了利用高分辨X射线衍射仪测试氮化镓单晶衬底片晶面曲率半径的方法。

本文件适用于(氢化物)气相外延及其他方法生长制备的氮化镓单晶衬底片晶面曲率半径的测试。本文件也适用于氮化镓外延片晶面曲率半径的测试。

1. 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 14264 半导体材料术语

1. 术语和定义

GB/T 14264和GB/T32267界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

衍射平面 the diffraction plane

X射线入射束、衍射束构成的平面。

晶面曲率半径 curvature radius of crystal plane

衬底片名义晶面与通过衬底片中心点的垂面的交线可近似的看作一段圆弧，该圆弧对应的半径。

注：在本文件中，晶面曲率半径带有符号，正号表示样品名义晶面为凸起状，负号表示样品名义晶面为凹状。

晶面曲率 curvature of crystal plane

晶面曲率半径的倒数。

ω角 ω [angle](https://fanyi.so.com/?src=onebox#angle)

X射线衍射仪入射X射线与样品台表面的夹角。

3.5

ω扫描 ω scan

固定衍射仪探测器位置，连续改变ω角并记录衍射强度的测量模式。

摇摆曲线 rocking curve

ω扫描对应的测量曲线。

1. 方法原理
	1. 单晶的原子以三维周期性结构排列，其晶体可以看作是由垂直距离为*d*的一系列平行原子平面所构成。当一束平行的单色X射线射入该平面上，若入射光与原子面间的夹角*θ*、X射线波长*λ*、晶面间距*d*及衍射级数n同时满足布拉格定理2*d*sin*θ*=n*λ*时，X射线衍射光束强度将达到最大值，此时的*θ*被称为布拉格角，记作*θB*，如图1所示。氮化镓单晶部分晶面布拉格角见附录A。



图1 X射线衍射原理图

* 1. 当入射X射线照射到样品的P1点时，进行摇摆曲线测试，若入射角为$ω1$时发生衍射，将样品沿衍射平面移动距离L后，X射线照射到样品的P2点，再次进行摇摆曲线测试，在入射角为$ω2$时发生衍射。如样品表面晶面平直，则$ω\_{1}=ω\_{2}$；如样品表面晶面存在弯曲，则$ω\_{1}\ne ω\_{2}$，如图2所示。

$$ω\_{2}$$

$$ω\_{1}$$

P2

L

P1

R

$$∆ω$$

图2 晶面曲率半径测试原理图

若样品晶面弯曲为圆弧形，则和晶面曲率半径R按公式（1）计算：

$$R≈\frac{L}{∆ω}=\frac{L}{ω2-ω1} （1）$$

式中：

R——晶面曲率半径，单位为米，m；

L——样品移动距离，单位为米，m；

$∆ω$——入射角差值，单位为弧度，rad。

样品晶面曲率按公式（2）计算：

$$k=\frac{1}{R} （2） $$

1. 干扰因素
	1. 如果样品弯曲较严重，入射X射线光束尺寸过大会引起摇摆曲线半高宽的异常加宽，此时应在样品前放置较小的狭缝，减小X射线在样品上的照射面积以准确确定衍射峰峰位。
	2. 摇摆曲线测试时步长过大，会使峰位确定误差较大，故步长的选取应使在摇摆曲线在半高宽范围内的取样点不少于10个。
	3. 如样品存在较大的弯曲，若采用真空吸附的方法固定样品，可能改变样品晶面弯曲状态，影响测试结果。此时可采用胶带粘结等其他固定方式。
2. 试验条件

除另有规定外，应在下列环境中进行测试：

1. 温度：18 ℃～28 ℃；
2. 湿度：20%～80%。
3. 仪器设备

光路配置

* + 1. X射线衍射仪一般使用Cu靶，也可以使用其他靶材。
		2. 光源发出的X射线束经狭缝系统和单色器应成为一束单色的平行射线。

样品台

* + 1. 样品台应有足够的自由度，使X射线入射束、衍射束、样品衍射晶面法线在同一平面内。
		2. 样品台应能使样品围绕其表面法线旋转，并且能沿平行于衍射平面（x轴）和垂直于衍射平面（y轴）的方向进行精确移动。常用X射线衍射仪样品台旋转轴如图3所示。

2**

**

*θ*

*B*

*θ*

*B*

**

**

*θ*

*B*

*θ*

*B*

**

**

X射线入射束

X射线衍射束

x

y

图3 X射线衍射仪旋转轴示意图

1. 试验步骤
	1. 仪器校准

按照仪器说明书进行仪器校准，保证仪器状态良好，设备状态正常。

* 1. 待测晶面的选取及仪器设置

对于C面氮化镓单晶衬底片，选取测试氮化镓（0002）晶面摇摆曲线计算曲率半径。

对于M面和A面氮化镓单晶衬底片，选取氮化镓（10-10）晶面和（11-20）晶面测试摇摆曲线计算曲率半径。

测试时探测器放置到待测晶面2*θB*处，X射线入射角ω=*θB*。

* 1. 测试点的选取

沿着平行于和垂直于样品主参考面的两个方向（记为x方向和y方向）分别进行测试，每个方向的测试点应位于同一条直线上并通过样品中心点。

对于直径50.8mm的样品，每个方向测试点为包含样品中心的9点，各点间距5 mm。

对于其他直径的样品，测试点应包含样品中心，各测试点间距5 mm，最外侧测试点距离样品边缘为5 mm～10 mm。

* 1. 摇摆曲线测试

8.4.1 将样品放置于样品台上，使样品主参考面平行于衍射平面（即平行于样品台x轴，见图3）。样品放置应避免影响样品表面弯曲状态。

8.4.2 样品沿x轴移动，依次测试x方向所有待测点的摇摆曲线，并记录峰位值$ω\_{xi}$（i=1,2…n,样品上离光源最近的测试点i=1）。

8.4.3 样品逆时针旋转90°，此时样品的主参考面垂直于衍射平面，样品台y轴平行于衍射平面。样品沿y轴移动，依次测试该方向所有待测点的摇摆曲线，并记录峰位值$ω\_{yi}$（i=1,2…n,样品上离光源最近的测试点i=1）。

试验数据处理

* 1. 两点间晶面曲率半径计算

在平行于衬底片主参考面方向（x方向）和垂直于主参考面方向（y方向），相邻2点间的晶面曲率半径按公式（3）计算：

$$R\_{xi}=\frac{0.005}{ω\_{xi+1}-ω\_{xi}} $$

$$ R\_{yi}=\frac{0.005}{ω\_{yi+1}-ω\_{yi}} （i=1,2,…n-1） （3）$$

计算结果中，R为正号表示样品名义晶面为凸起状，负号表示样品名义晶面为凹状。

* 1. 最小曲率半径

在多点测量时，选取绝对值最小的两点间曲率半径记为该样品最小曲率半径。

* 1. 晶面平均曲率半径计算

样品在x方向和y方向两个方向的平均曲率半径按公式（4）计算：

 $\overline{R\_{x}}=\frac{0.005（n-1）}{ω\_{xn}-ω\_{x1}} \overline{R\_{y}}=\frac{0.005（n-1）}{ω\_{yn}-ω\_{y1}} （4）$

式中n为测量点的数目。

试验报告

试验报告应包括以下内容：

1. 测试日期、时间；
2. 测试人员；
3. 测量环境温度和湿度；
4. 样品的详细描述，包括送样单位、样品编号、表面取向等；
5. 所使用的X射线衍射仪的品牌、型号及光路配置；
6. 所使用的衍射仪光路配置（包括靶材、狭缝系统、单色器等）；
7. 样品的被测晶面；
8. x方向及y方向平均曲率半径及最小曲率半径值；
9. 本文件编号。
10. （资料性）
氮化镓单晶部分晶面布拉格角及晶面夹角？

氮化镓单晶部分晶面布拉格角及与晶面夹角见表A.1。

表A.1 氮化镓晶体部分晶面布拉格角及与晶面夹角

|  |  |
| --- | --- |
| 衍射晶面 | 布拉格角θB |
| (0002) | 17.285° |
| (10-10) | 16.196° |
| (11-20) | 18.422° |
| 注1：氮化镓晶格常数：a=0.3185nm，c=0.5189nm；注2：表中布拉格角为Cu靶Kα1线（λ=0.15406nm）所对应的值。 |

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_