ICS 77.040

CCS H 21



中华人民共和国国家标准

GB/T 1555—XXXX

|  |
| --- |
| 代替GB/T 1555—2009 |

半导体单晶晶向测定方法

|  |
| --- |
| Testing methods for determining the orientation of a semiconductor single crystal |
| (讨论稿) |

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。

本文件代替GB/T 1551—2009《硅单晶电阻率测定方法》，与GB/T 1551—2009相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

1. 增加了环境试验条件（见第4章）；
2. 原理中增加了四方晶系、六方晶系晶面间距公式，增加了六方晶系纤锌矿结构产生衍射的条件（见第5章）；
3. 更改了半导体晶体对于CuKα X射线衍射的布拉格角*θ*列表，增加了磷化铟、锑化铟、碳化硅、金刚石、氮化镓、氮化铝、硫化镉等半导体材料的衍射晶面对应的布拉格角*θ*。并将其作为附录A（见附录A，2009版的表1）
4. 删除了方法提要中“X射线衍射法是一种非破坏性的高精度定向方法，但使用设备时应严格遵守其安全操作规程。”（见2009版的4.3）
5. 干扰因素中增加了测试样品前对仪器零位调整的影响（见6.3）
6. 增加了对样品的要求（见第8章）
7. 试验步骤中增加了仪器零位调整的步骤（见9.1）
8. 更改了角度偏差分量*α*、*β*的含义（见10.1,2009版的8.1）
9. 更改了总角度偏差的计算公式所在的章节（见10.2,2009版的第14章）
10. 更改了X射线衍射法定向法的精密度（见第11章，2009版的第15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与材料标准化技术委员会（SAC/TC 203）和全国半导体设备与材料标准化技术委员会材料分会（SAC/TC 203/SC2）共同提出并归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——1979年首次发布为GB 1555—1979《硅单晶晶向光图测量方法》；

——1997年第一次修订时，并入了GB 1556—1979《硅单晶晶向X光衍射测量方法》的内容；

——2009年第二次修订；

——本次为第三次修订。

半导体单晶晶向测定方法

1. 范围

本文件规定了半导体单晶晶向X射线衍射定向和光图定向的方法。

本文件适用于测定半导体单晶材料大致平行于低指数原子面的表面取向。

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

GB/T 2481.1 固结磨具用磨料 粒度组成的检测和标记 第1部分：粗磨粒F4～F220

GB/T 2481.2 固结磨具用磨料 粒度组成的检测和标记 第2部分：微粉F230～F1200

1. 术语和定义

GB/T 14264界定的术语和定义适用于本文件。

1. 试验条件

环境温度为23 ℃±5 ℃，相对湿度不大于75%。

方法1 X射线衍射法定向法

1. 原理

以三维周期性晶体结构排列的单晶的原子，其晶体可以看作原子排列于空间垂直距离为*d*的一系列平行平面所形成，当一束平行的单色X射线射入该平面上，且X射线照在相邻平面之间的光程差为其波长的整数倍即n倍时，就会产生衍射（反射）。利用计数器探测衍射线，根据其出现的位置即可确定单晶的晶向，如图1所示。当入射光束与反射平面之间夹角*θ*、X射线波长*λ*、晶面间距*d*及衍射级数*n*同时满足下面布拉格定律取值时，X射线衍射光束强度将达到最大值。

 …………………………………………(1)

对于立方晶系：

………………………………………(2)

…………………………………(3)

对于四方晶系：

………………………………………(4)

…………………………………(5)

对于六方晶系：

………………………………………(6)

…………………………………(7)

式中：

*n*——衍射级数；

*λ*——X射线波长，单位为米（m）；

*d*——晶面间距，单位为米（m）；

*θ*——入射光束与反射平面之间夹角，单位为度（°）；

*a*、*c*——晶格常数，单位为米（m）；

*h*、*k*、*l*——反射平面的密勒。



1. X射线照射到单晶上几何反射条件示意图

对于硅、锗、金刚石等半导体材料为立方晶系金刚石结构，砷化镓、磷化铟、锑化铟等半导体材料为立方晶系闪锌矿结构，产生衍射的条件是：*h*、*k*和*l*必须具有一致的奇偶性，并且当其全为偶数时，（*h*+*k*+*l*）一定能被4整除。对于氮化镓、氮化铝、碳化硅等多型半导体材料，除了具有立方晶系闪锌矿结构，还具有六方晶系纤锌矿结构，产生衍射的条件是：（*h*+2*k*）不能被3整除，或*l*不为奇数。氧化镓?

单晶的横截面或单晶切割片表面与某一低指数结晶平面如（100）或者（111）平面会有几度偏离，用结晶平面与机械加工平面的最大角度偏离加以体现，并可以通过测量两个相互垂直的偏离分量而获得。

1. 干扰因素
	1. 在调节入射X射线的延长线与计数管和试样转轴连线之间的夹角时，可能造成人为测试误差。
	2. 在调整入射X射线束、衍射光束、基准面法线及探测器窗口是否位于同一平面内时，可能造成人为测试误差。
	3. 测试样品前需要对仪器进行零位调整，否则可能造成测试误差。
2. 仪器设备
	1. X射线测试装置一般使用铜靶，X射线束靠一个狭缝系统校正，使其穿过一个薄的镍制滤光片而成为一束基本上为单色的平行射线。
	2. 试样放置在一个支座上，使被测面绕满足布喇格条件的轴，以度数和弧分测量旋转。
	3. 用合适的探测器如盖革计数管进行定位，使入射X射线的延长线与计数管和试样转轴连线之间的夹角为两倍布喇格角，注意使入射X射线束、衍射光束、基准面法线及探测器窗口在同一平面内。
3. 样品

测试样品的基准面应研磨平整、无机械损伤。

1. 试验步骤
	1. 仪器零位调整。

9.1.1　开机去掉狭缝，用荧光板在狭缝座处观察，直到能看到一个绿色圆形光斑；

9.1.2　用（101）面石英标准片进一步调整，把计数管放在2*θ*=26°40′处，将标准片放在样品台上，将刻度轮或数字显示调整到“13°20′”处，再摇手轮，刻度轮不动，仅样品台和标准片转动，直到X射线衍射强度最大值时为止，此时再旋紧手轮中心螺钉。接着摇手轮，使刻度轮显示值由“13°20′”退到“0°0′”，样品台上的黑色指针应对准外面的黑色刻度圈的“0”，如不对，则调整刻度圈位置。

* 1. 选择布喇格角*θ*。

9.2.1　根据被测晶体的大致取向（晶体被测面参考平面取向）计算或查表得到布拉格角*θ*。

9.2.2　将计数器置于2*θ*位置。

* 1. 将被测试样安放在支座上，并适当固定。
	2. 开启X射线发生器，转动测角仪手轮，直到射线衍射强度最大为止。
	3. 记下测角仪读数 *ψ*1。
	4. 将试样沿被测面（基准面）法线以同一方向分别旋转90º、180º及270º，分别重复9.2~9.5步骤，依次记下测角仪读数*ψ*2 、*ψ*3和*ψ*4。。
1. 试验数据处理
	1. 计算并记录角度偏差分量*α*和*β*：

…………………………………(8)

…………………………………(9)

式中：

*α*——被测试样品X方向角度偏差分量，单位为度（°）；

*β*——被测试样品Y方向角度偏差分量，单位为度（°）；

*ψ*1、*ψ*2 、*ψ*3和*ψ*4——测角仪读数，单位为度（°）；

* 1. 计算并记录总的角度偏差：

…………………………………(10)

对于总角度偏差小于5°的角，式（10）可简化为式（11）

………………………………………(11)

式中：

——总角度偏差，单位为度（°）。

* 1. 计算仪器偏差 δα 和 δβ ：

…………………………………(12)

…………………………………(13)

式中：

*θ*——入射光束与反射平面间夹角，单位为度（º）。

*θ*根据结晶平面和被测材料取自附录A。

注：如果仪器误差很小，且为一常数，则可用来校正*ψ*1 和*ψ*2，使α和β在不需要最高测量精度时仅用两次测量便可确定。既然仪器误差为一常数，则δα和δβ应相同，其任何误差则由*ψ*1、*ψ*2、*ψ*3和*ψ*4测量不准确引起。在精确测量下，δα和δβ的差异应小于0.5 。

1. 精密度

用X射线衍射法定向法对不同半导体单晶材料不同晶面测试，每个样品在中心点重复测10次，测试结果的重复性和再现性用相对标准偏差表示，具体如下：

1. 试验报告

试验报告应至少包括以下内容：

1. 所用方法（X射线衍射法定向法）；
2. 材料名称；
3. 晶体参考平面；
4. 被测平面与参考平面的两个偏离分量；
5. 总的角度偏差；
6. 测试设备信息；
7. 测试环境条件；
8. 本文件编号及方法名称；
9. 测试者；
10. 测试日期。

方法2 光图定向法

1. 原理

硅或锗的单晶表面经研磨和择优腐蚀后，会出现许多微小的凹坑，这些凹坑被约束在与材料的主要结晶方向相关的平面上，并由这些边界平面决定其腐蚀面凹坑形状。由凹坑壁组成的小平面的光图与被测平面的结晶方向有关，因而可由光图来测定表面结晶学方向及其偏离角度。从择优腐蚀面反射的一束光束，可聚集在一屏幕上并形成一定的具有其表面腐蚀坑结构特征的几何图形。从近似平行于（111）、（100）及（110）晶面反射的图形可以分辨并显示于屏幕上，如图2所示。对于每一个图形，从屏幕上观察到的图形的中心部分为来自每个腐蚀坑底部反射而成的像。这些底部小平面代表了与被测平面近似平行的特定结晶平面。因此，当反射光束的中心与入射光束对准时，这个结晶平面就垂直于光束的方向，通过观测，即可测的晶体轴线的取向或晶体被测表面与某一结晶平面的晶向偏离。



图 2 经腐蚀后锗和硅表面的反射光图

1. 干扰因素
	1. 试样的表面是否垂直于晶体的轴向影响测试准确性。
	2. 腐蚀试样后得到的光图清晰度直接影响到测试准确性。
2. 仪器设备
	1. 采用激光或其他高强度点光源光束，光源的图像可由一位于晶体测试位置的镜面反射而在屏幕上看到，由此可确定基准零点。屏幕中心应开一个小孔，以使入射光束通过。
	2. 载物台能沿垂直和水平方向旋转。将晶体反射面固定在载物台上，对0º基准面的误差校准到允许值。
3. 样品
	1. 用W28金刚砂磨料研磨试样表面，磨料粒度应符合[GB/T 2481.1](http://202.99.59.15/stdlinfo/servlet/com.sac.sacQuery.GjbzcxDetailServlet?std_code=GB/T%202481.1-1998)和[GB/T 2481.](http://202.99.59.15/stdlinfo/servlet/com.sac.sacQuery.GjbzcxDetailServlet?std_code=GB/T%202481.1-1998)2的要求。在研磨过程中应避免在原表面磨出偏角，表面平整无机械损伤。
	2. 按表1规定的腐蚀液成分、温度和时间，选择合适的条件，对研磨好的试样表面进行腐蚀。

 表1 硅或锗的单晶光图定向推荐腐蚀工艺

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 材料 | 腐蚀液成分 | 腐蚀时间，min | 腐蚀温度，℃ |
| 锗 | 1份（体积）氢氟酸（49%）1份（体积）过氧化氢（30%）4份（体积）水 | 1 | 25 |
| 硅 | 50%氢氧化钠溶液（重量）或45%氢氧化钾溶液（重量） | 3～5 | 65 |

1. 试验步骤
	1. 将制备好表面的试样安放在位于入射光束通道的侧角仪上，观察光屏上的放射图像，对照图2，确定被测面所属或接近的结晶学平面，即晶体（被测面）的参考平面。
	2. 调节载物台角度，使反射光图中心对准如12.1中所述基准零点，此时测角仪上的读数为被测面取向偏离的角度分量，即α和β。
	3. 若需要，可将晶体表面绕其法线旋转180º，再进行17.2操作，起角度偏差分量的大小应保持常数，但符号相反。
2. 试验数据处理
	1. 被测表面与所要求的结晶平面之间总的角度偏离，可由公式（10）、（11）求得。
3. 精密度

用光图定向法法对不同半导体单晶材料不同晶面进行测试，每个样品在中心点重复测10次，测试结果的重复性和再现性用相对标准偏差表示，具体如下：

1. 试验报告

试验报告应至少包括以下内容：

1. 所用方法（光图定向法）；
2. 材料名称；
3. 晶体参考平面；
4. 被测平面与参考平面的两个偏离分量；
5. 总的角度偏差；
6. 测试设备信息；
7. 测试环境条件；
8. 本文件编号及方法名称；
9. 测试者；
10. 测试日期。

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

附录A

（资料性附录）

半导体晶体部分晶面布拉格角

半导体晶体部分晶面布拉格角。

表1 硅、锗、砷化镓对于CuKα X射线衍射的布拉格角θ

|  |  |
| --- | --- |
| 反射平面HKL | 布喇格角*θ* |
| 硅（a=5.43073 Å±0.00002 Å ） | 锗(a=5.6575 Å ±0.00001 Å ) | 砷化镓(a=5.6534 Å± 0.00002 Å） |
| 111 | 14º14 | 13º39´ | 13º40´ |
| 220 | 23º40´ | 22º40´ | 22º41´ |
| 311 | 28º05´ | 26º52´ | 26º53´ |
| 400 | 34º36´ | 33º02´ | 33º03´ |
| 331 | 38º13´ | 36º26´ | 36º28´ |
| 422 | 44º04´ | 41º52´ | 41º55´ |
| 注：波长*λ*=1.54178 Å ，a为晶格常数值。 |

表2 碳化硅对于CuKαX射线衍射的布拉格角θ

|  |  |
| --- | --- |
| 反射平面HKL | 布喇格角*θ* |
| 4H-SiC单晶（a=4.3596 Å±0.00002 Å ） | 6H-SiC单晶 (a=3.0806 Å ±0.00001 Å ) |
| 100 | 16.774 º | / |
| 004 | 17.835 º | / |
| 110 | 29.997 º | 30.076 º |
| 201 | 35.611 º | / |
| 008 | 37.880 º | / |
| 101 | / | 17.091 º |
| 006 | / | 17.794 º |
| 00,12 | / | 37.827 º |
| 211 | / | 50.1 º |
| 注：波长*λ*=1.5406 Å ，a为晶格常数值。 |

表3 氮化镓对于CuKαX射线衍射的布拉格角θ

|  |  |
| --- | --- |
| 反射平面HKL | 布喇格角*θ* |
| 氮化镓（a=3.185 Å±0.00002 Å ） |
| 002 | 17.285 º |
| 004 | 34.495 º |
| 006 | 63.047 º |
| 100 | 16.196 º |
| 110 | 18.422 º |
| 102 | 24.048 º |
| 103 | 31.717 º |
| 104 | 41.026 º |
| 105 | 52.503 º |
| 204 | 54.588 º |
| 注：波长*λ*=1.5406 Å ，a为晶格常数值。 |

表4 磷化铟和氮化铝对于CuKαX射线衍射的布拉格角θ

|  |  |
| --- | --- |
| 反射平面HKL | 布喇格角*θ* |
| 磷化铟单晶（a=5.8687 Å±0.00002 Å ） | 氮化铝单晶 (a=3.11 Å) |
| 400 | 31.7º | / |
| 002 | / | 18.012 º |
| 注：波长*λ*=1.5406 Å ，a为晶格常数值。 |