**国家标准《半导体单晶晶体质量的测试 X射线衍射法》**

**编制说明(征求意见稿)**

1. **工作简况**
2. **立项目的和意义**

X射线双晶衍射是半导体材料及结构的重要分析手段，这是因为半导体材料的本征宽度、位错、晶粒尺寸、样品弯曲等都会导致晶体摇摆曲线半高宽加宽，利用摇摆曲线半高宽可以评价材料的结晶完整性、均匀性、缺陷等重要信息，同时因为这种方法具有非破坏性、精度高、操作简便等优点，获得广泛应用，尤其是碳化硅、氮化镓、氧化镓等新兴半导体材料，该方法已成为必不可少的材料结晶质量标准参数。

随着双晶衍射检测技术的发展，近年已经开展了氮化镓单晶、蓝宝石晶体材料的双晶摇摆曲线半高宽测试方法的研究，并制定了GBT32188-2015《氮化镓单晶衬底片X射线双晶摇摆曲线半高宽测试方法》、GBT 34612-2017《蓝宝石晶体X射线双晶衍射摇摆曲线测量方法》。但是，目前碳化硅、金刚石、氧化镓等材料也急需开展单晶材料结晶质量的测试工作，制定相应的测试方法，并在测试方法中明确规定半导体材料各衍射晶面的布拉格角，尤其是碳化硅单晶材料，不同晶型的材料衍射晶面不同，布拉格角不同，需要制定测试方法标准，规范并统一测试。

1. **任务来源**

根据《国家标准化管理委员会关于下达2020年第三批国家标准制修订计划的通知》（国标委综合[2020] 53号）的要求，由中国电子科技集团公司第四十六研究所负责制定《半导体单晶晶体质量的测试 X射线衍射法》，计划编号为20204892-T-469，要求完成时间2022年。

经过原国标委工业一部、工业二部认可，半导体材料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/SC2）共同提出并归口，具体见标委工二函[2014]22号，已上传制修订系统。

1. **主要工作过程**

**3.1、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2021年4月初完成了讨论稿。2021年6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，在江苏省如皋市召开了《半导体单晶晶体质量的测试 X射线衍射法》标准第一次工作会议（讨论会），共有浙江金瑞泓科技股份有限公司、中国计量科学研究院、浙江省硅材料检验质量中心等21家单位的25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，会议中专家对标准名称、适用范围、术语、测试环境、试验报告等方面提出了修改意见，根据如皋会议的要求，编制组对讨论稿进行了修改和补充，于2021年10月完成了征求意见稿及编制说明。

1. **标准主要起草单位及人员所做的工作**

中国电子科技集团公司第四十六研究所是我国最早从事半导体材料研究的单位之一，承担了国家各有关部门安排的大量科研项目研究及配套任务，其中多数达到国内领先或国际先进水平。具有硅、锗、砷化镓、氧化镓晶体生长和加工技术完整的生产线。半导体材料测试方面，2010年中国电科46所质检中心通过国家认证认可监督管理委员会的CNAS实验室认可，成为国际间互认的实验室（中国电子科技集团公司第四十六研究所中世博实验室），2014年3月得到国家认监委CAL授权，正式挂牌“国家电子功能及辅助材料质量监督检验中心”，有完整的半导体材料测量设备和仪器，多年来，凭借自身的技术优势，为国内外客户提供了大量的检测服务。同时拥有一批高素质的科研、生产和管理专业人才，曾制（修）订了多项硅单晶材料测试标准，填补了多项国内相关测试标准空白，有丰富的制（修）订标准的经验。

本文件主要起草单位中的中国电子科技集团公司第四十六研究所为牵头单位，组织了标准起草和试验复验工作，有色金属技术经济研究院有限责任公司对标准各环节的稿件进行了审查修改，确保标准符合GB/T 1.1的要求，东莞中镓半导体有限公司、中国科学院苏州纳米技术与纳米仿生研究所、国标（北京）检验认证有限公司、丹东新东方晶体仪器有限公司参与了复验工作或者在标准研制过程中积极反馈意见，为标准文本的完善做出了贡献。

本文件主要起草人刘立娜、何烜坤牵头起草标准、试验复验，李素青负责标准结构、标准编写质量的把关，等人员参与了标准复验或是完善标准文本质量。

1. **标准编制原则及确定标准主要内容的依据**
2. **编制原则**

（1）本文件编制主要依据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》、GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的原则进行起草。

（2）本文件规定了利用X射线衍射仪测试半导体材料双晶摇摆曲线半高宽的测试方法。

——按当前半导体材料发展，给出了本方法适用的材料包括碳化硅、金刚石、氧化镓等单晶材料。

——规定了测试的范围、测试环境、仪器设备参数设置、干扰因素、测试步骤、测试结果精密度等。

1. **标准主要内容的确定依据**

本标准根据国内半导体材料表面质量表征的实际情况，结合我国半导体行业的发展现状修订而成。本标准规定了适用范围、术语和定义、方法原理、干扰因素、环境条件、仪器设备、试验步骤等内容。以下对此次标准制定过程中的主要技术内容进行说明。

* 1. **范围**

本方法规定了利用X射线衍射仪测试半导体材料双晶摇摆曲线半高宽，进而评价半导体材料结晶质量的测试方法。本标准适用于碳化硅、金刚石、氧化镓等单晶材料晶体质量的测试。

**2.2、规范性引用文件**

本标准引用文件包括GB/T 14264 半导体材料术语。

**2.3、术语和定义**

根据标准实际情况以及GB/T 1.1-2020的要求，给出了衍射平面、半高宽等术语。

**2.4、方法原理**

本方法的主要原理：晶体是由空间间距为d的一系列平行的离子、原子或分子平面构成。当一束平行的单色X射线射入该平面，且X射线在相邻平面间的光程差为其波长的整数n倍时，就会产生衍射（反射）。当入射X射线波长λ、晶面间距d、X射线与反射平面间的夹角θ与衍射级数n满足2d·sinθ=nλ时，衍射光强将达到最大值，晶体X射线双晶衍射摇摆曲线用来表征样品中某一特定晶面衍射角的发散大小。

**2.5、干扰因素**

**2.5.1、样品曲率大的干扰因素**

当样品曲率较大时，摇摆曲线半高宽会因弯曲效应而显著増大。为消除因样品弯曲而引入的宽度增加，可适当减小X射线入射束宽度。

**2.5.2、斜对称衍射的干扰因素**

进行斜对称衍射试验时，X射线光束尺寸过大会引起摇摆曲线半高宽的异常加宽，此时应采用较小尺寸的X射线光束。可通过采用狭缝等方法限束实现点状光源。

**2.6、仪器设备**

**2.6.1、X射线衍射仪**

测试仪器为双晶X射线衍射仪，一般使用Cu靶，也可以使用其他靶材。探测器接收角度应大于0.5°。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，X射线的发散角应不大于12"( arcsec)。

**2.6.2、样品台**

样品台应有足够的自由度，使X射线入射束、衍射束、衍射晶面法线及探测器窗口在同一平面内。在进行斜对称衍射试验时,样品台应能使样品围绕其表面法线旋转。

**2.7、测试环境**

本方法测试环境要求为温度：23℃±5℃，相对湿度不高于80%。

**2.8、试验步骤**

选择待测的衍射晶面，根据半导体单晶片的取向，查表并计算得到相应的布拉格角θB及χ角，文件中给出了碳化硅、氧化镓不同晶面的布拉格角。调整探测器位置到2θB，样品台位置到w=θB。若χ角为0(对称衍射)，对χ角进行优化，并将χ定在优化值。若χ角不为0(斜对称衍射)，则使样品台沿χ轴旋转至χ角，然后进行φ扫描直至出现衍射峰，最后将φ角固定在衍射峰所在位置。选择适当的测试范围、测角仪步长及扫描速度，使样品在布拉格θB附近绕衍射法线旋转，同时记录衍射强度，获得摇摆曲线。摇摆曲线最大衍射强度一半处的所对应的曲线宽度，即为该摇摆曲线半高宽。

**2.9、精密度**

试验样品选用碳化硅、金刚石、氧化镓（衍射晶面为020、400、002）各一片，在5家不同实验室按本方法测量样品摇摆曲线，并求其FWHM。样品在同一台设备上按本标准要求进行6次独立测量，得到FWHM的平均值和相对标准偏差。

1. **试验情况**

本标准中包括了碳化硅、金刚石、氧化镓双晶摇摆曲线半峰宽的测试，参加巡回测试的厂家有：中国电子科技集团公司第四十六研究所、东莞中镓半导体有限公司、中国科学院苏州纳米技术与纳米仿生研究所、国标（北京）检验认证有限公司、丹东新东方晶体仪器有限公司

具体试验验证报告见附件。

**三、标准水平分析**

本标准为制定标准，参考了国内GBT32188-2015《氮化镓单晶衬底片X射线双晶摇摆曲线半高宽测试方法》、GBT 34612-2017《蓝宝石晶体X射线双晶衍射摇摆曲线测量方法》，主要针对氮化镓和蓝宝石材料，布拉格角度只列出了氮化镓和蓝宝石衍射晶面的数据，缺少碳化硅、氧化镓等新型半导体材料不用衍射晶面的布拉格角度。

本次标准的制定，建立了半导体单晶材料质量的表征方法，提高了测试数据的可靠性与可重复性，有利于提高国产新型半导体材料的质量控制技术与样品品质，本标准达到了国际一般水平。

**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**

本标准建立了半导体单晶晶体质量的测试方法，与现行的法律、法规及国家标准、国家军用标准、行业标准等均没有冲突，不涉及知识产权纠纷。

**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**

本标准是新型半导体单晶材料晶体质量的测试方法，建议将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**

由于国家标准体系中以前没有此类标准，所以本标准颁布后，无需废止任何现行有关标准。

**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，有利于国内新型半导体单晶材料的质量监控与品质提升的需求，有利于提高国内新型半导体材料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**

本标准根据目前国内半导体单晶晶体质量的常用测试技术制定，如果以后该项测试技术和测试设备有较大更新，可在下一版中进行补充修订。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：国家标准《半导体单晶结晶质量的测试 X射线衍射法》试验方案

标准编制组

2022年6月

附件：

半导体单晶晶体质量的测试 X射线衍射法

精密度验证实验方案

**一、实验目的**

根据《半导体单晶晶体质量的测试 X射线衍射法》标准讨论会会议精神，由中国电子科技集团公司第四十六研究所组织《半导体单晶晶体质量的测试 X射线衍射法》实验室间比对，分别评价碳化硅、金刚石、氧化镓的晶体质量的重复性和再现性，作为标准文本中精密度要求。

**二、比对项目及执行标准**

1、比对项目

碳化硅、金刚石、氧化镓的双晶摇摆曲线半峰宽。

2、执行标准

《半导体单晶晶体质量的测试 X射线衍射法》2021年征求意见稿。

**三、样片的选取**

本次实验针对碳化硅、金刚石、氧化镓四种材料开展试验验证，样品共5片。衍射晶面和布拉格角见表1。样品由中国电子科技集团公司第四十六研究所和江苏卓远半导体有限公司提供。

表1半导体材料晶体质量测试样品情况

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 样品名称 | 衍射晶面 | 布拉格角 |
| 1# | 4H-SiC | 004 | 17.850° |
| 2# | 金刚石 | 400 | 59.745° |
| 3# | 氧化镓 | 020 | 30.481° |
| 4# | 氧化镓 | 400 | 15.049° |
| 5# | 氧化镓 | 002 | 15.871° |

**四、测试要求**

1、样品测试位置

双晶摇摆曲线半峰宽测试样品的测试位置为中心点。

2、测试要求

按照附件1提供的记录格式，填写双晶摇摆曲线半峰宽测试有关参数，包括设备信息、环境条件、测量参数等，重复测定6次，单位为弧秒（arcsec），结果保留至仪器可准确读出的精度最高的位数。

3、注意事项

a）测试样品以流转的方式进行，请收到样品后目视检测样品表面，如果有沾污物，用去离子水清洗干净并干燥。

b）由于样品尺寸不一，10mm×10mm的晶片尽量测试中心位置。

**五、样品流转方案**

1、流转顺序

样品流转按附件2给出的顺序进行。

2、流转程序

实验室接到样品后，在样品流转卡上（附件3）签字确认立马安排检测，检测完毕，在流转卡上填写相关信息后邮寄给下一家单位，并电话告知下家单位联系人样品已寄出，做好测试条件准备，同时将检测结果发至组织者何烜坤邮箱hxknmg@163.com；最后一家测试单位将样品流转回中国电子科技集团公司第四十六研究所。

3、流转要求

为保证实验进度，请各单位尽量选择顺丰快递；各单位在接到传递单位的电话后，确认测试条件，原则上样品在本单位的停留时间不得超过三天；若流转过程中某实验室因设备、人员或环境因素导致无法参与实验时，应提前告知上一家流转单位及比对试验发起方，以备调整流转顺序。

**六、实验数据处理**

1、参考值的获取

参考值由样品提供单位有研半导体材料有限公司根据标准样品测试结果提供。

2、测量结果的评价

测定结果根据《GBT 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与再现性的基本方法》进行计算。

1. **其它注意事项：**

1、该实验目的为标准验证，请各实验室严格按照标准方法参数测定，且必须记录测定时的温度和湿度。

2、为保证对比设备工作条件及后续数据分析，请大家严格按照提供的格式填写记录，并及时反馈结果。