**国家标准《半导体单晶晶向测定方法》**

**编制说明(征求意见稿)**

1. **工作简况**
2. **立项目的和意义**

为支撑“中国制造2025”、“互联网+”等国家重大战略目标，国家在节能环保、智能制造、新一代信息技术领域、第五代移动通信技术（5G）等方面加快发展，先进电子材料的发展成为迫切需求，第三代半导体材料与新型半导体材料也迎来了非常快速的发展机遇。近年来，因为海外市场对我国半导体市场的封锁和中美贸易摩擦等因素的影响，中央和地方相继颁布了一系列政策来发展第三代半导体早日实现国产化替代，同第一、第二代半导体材料相比，第三代半导体因其具有电荷饱和漂移速率高、禁带宽度大、耐高温、耐腐蚀、热导性好、抗辐射强等特点，使其非常适合应用于大功率、微波抗辐照等电子器件领域，是制造高压、高温、抗辐照功率半导体器件以及与5G通信有关联的微波通信的优良半导体材料，也是目前全球大规模建设的大数据传输、云计算、AI技术、物联网，包括下一步的能源传输，必不可少的材料，2018年，我国第三代半导体材料市场继续保持高速增长，总体市场规模已达到5.97亿元，同比增长47.3%。预计未来三年中国第三代半导体材料市场规模仍将保持20%的平均增长速度，到2021年将达到11.9亿元。第三代半导体的技术发展趋势逐渐向大尺寸和高质量生长技术方向发展；应用趋势已逐渐占领半导体照明、激光器和探测器、军事领域以及5G及新能源汽车代表的新兴领域。而随着碳化硅、氮化镓等第三代半导体发展越成熟，对测试的需求量也逐年快速增加，而单晶晶向作为半导体材料最基础的技术参数之一，完善其测试标准显得尤为重要，但是目前所使用的 GB/T 1555-2009《半导体单晶晶向测定方法》中，只是针对立方晶胞结构的半导体材料，布拉格角也只给出了硅、锗、砷化镓部分晶面的值，而氮化镓、氮化铝、硫化镉等先进半导体为六方晶系纤锌矿结构，急需对原标准进行修订，补充碳化硅、氮化镓、氮化铝、金刚石等新型半导体材料的布拉格角，从而规范和统一新材料晶向的测试方法。

1. **任务来源**

根据《国家标准化管理委员会关于下达2021年第二批国家标准制修订计划的通知》（国标委综合[2021]19号）的要求，由中国电子科技集团公司第四十六研究所负责修订《半导体单晶晶向测定方法》，计划编号为20211950-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10月初完成了讨论稿。2021年12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，在云南省昆明市了《半导体单晶晶向测定方法》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、有研半导体材料有限公司、浙江省硅材料检验质量中心等31家单位的36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，会议中专家对标准前言、公式、干扰因素、测试环境、试验报告等方面提出了修改意见，根据昆明会议的要求，编制组对讨论稿进行了修改和补充，于2022年3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**

牵头单位中国电子科技集团公司第四十六研究所是中国主要的半导体材料研发生产单位，经过几十年的发展，研究方向几乎涵盖全部半导体材料，包括硅、锗、碳化硅、氮化镓等，建立了多条主流半导体材料生产线，其中包括硅单晶片、锗单晶片、GaAs单晶片等。中国电子科技集团公司第四十六研究所质检中心始建于1988年，现有工作人员41人，本科以上学历人员占90%以上，获得计量认证证书、国家实验室资质授权证书、实验室认可证书。质检中心长期从事电子材料的物理性能、化学成分、结构与表面特性的测试工作。在不断强化技术实力和科研工作的基础上，质检中心也十分重视标准化研究以及国家、行业标准的制修订工作，积极承担标准化项目。质检中心拥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，等单位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）细化了X射线衍射法定向法和光图定向法晶向测试各项操作要求，提高了测试的精确性与测试效率。

——根据人机料法环的质量分析策略，对干扰因素做了详细的修订，以便该项测试技术的质量控制更具指导意义。

——按当前生产发展需求修订了不同结构半导体材料产生衍射的原理、测试角度偏差分量的含义等的参数要求。

——增加了测试环境、衍射晶面对应的布拉格角的要求。

——细化制样与测试操作要求，提高测试精确度。

1. **标准主要内容的确定依据**

本标准根据国内半导体材料晶向测试的实际情况，结合我国半导体行业的发展现状修订而成。按测试方法的不同分别对“X射线衍射法定向法”和“光图定向法”加以说明。本标准修订了试验条件、原理、干扰因素、样品、试验步骤、试验数据处理等内容。本次修订中，将X射线衍射法定向法和光图定向法中较为共性的内容合并在一起予以表述，以更加清晰，具体涉及范围、规范性引用文件、术语和定义、试验条件。以下对此次修订过程中的主要技术变动内容进行说明。

* 1. **试验条件**

增加了环境试验条件，温度为23 ℃±5 ℃，相对湿度不大于75%。温度过高或过低、湿度过大都可能会对仪器产生影响，比如湿度过大，容易导致计数器及放大器不能正常工作，使得调零失调或微安表抖动，因此增加环境试验条件。

**2.2、X射线衍射法定向法**

**2.2.1、原理**

2009年版标准中只给出了立方晶系半导体材料的测试原理，局限在硅、锗、砷化镓材料。但是随着这些年半导体材料产业的发展，碳化硅、氮化镓等宽禁带半导体材料逐渐形成产业化，同时新型半导体材料如金刚石、氮化铝等材料也日益成为研究的焦点，但是这些半导体材料不仅仅是立方晶系，还有六方晶系、立方晶系等，其结构也有金刚石、闪锌矿、纤锌矿等多种结构，因此在原理中增加了四方晶系、六方晶系晶面间距公式，给出了不同结构半导体材料产生衍射的条件，增加六方晶系纤锌矿结构产生衍射的条件。

**2.2.2、干扰因素**

增加了测试样品前对仪器零位调整的干扰因素，2009版标准中没有关注仪器测试前零位调整对测试结果的影响，仪器开机前，转动或碰到手轮，都可能引起机械角度与显示角度不符，开机测试前，需要利用标准样品对仪器零位进行调整。

**2.2.3、样品**

增加了对被测样品表面质量的要求，测试样品的基准面应研磨平整、无机械损伤。样品表面质量过差将对测试精度产生一定影响，因此增加相关要求。

**2.2.4、试验步骤**

增加仪器零位调整的具体步骤。如2.2.2所述，仪器零位调整对提高测试结果准确度是必要的，因此相应增加了具体的测试步骤。

**2.2.5、试验数据处理**

对于角度偏差分量*α*和*β*，2009版标准对其定义为角度偏差分量，没有给出是哪个方向的偏差分量，本标准对其进行了详细说明，*α*为被测试样品X方向角度偏差分量，*β*为被测试样品Y方向角度偏差分量。

更改了总的角度偏差的计算公式的位置，2009版标准将其放在了方法2中，不利于本方法连贯计算，因此将总的角度偏差的计算公式提前。

**2.6、附录A**

更改了半导体晶体部分晶面布拉格角的位置，2009版标准只给出了Si、Ge、GaAs的部分布拉格角，本文件中增加了碳化硅、氮化镓、氮化铝等材料的布拉格角，由于篇幅较长，将其作为附录。

1. **试验情况**

本标准中包括了X射线衍射法定向法和光图定向法，其中，参加X射线衍射法定向法巡回测试的厂家有：中国电子科技集团公司第四十六研究所、。

具体试验验证报告见附件。

**三、标准水平分析**

本标准为第三次修订，参考了国外标准SEMI MF26《半导体单晶材料晶向试验方法》的内容，结合国内主要样品生产制造厂家的实际测试情况，兼顾设备厂家不断更新的操作技术规范。主要目的是规范和统一X射线衍射法定向法和光图定向法测试半导体单晶晶向的操作过程，细化包括干扰因素分析、试样制备、试验步骤等，规范了测试环境要求。根据各实验室提供的测试数据，确定了目前国内该项测试技术的精密度水平。

本次标准的修订，不但提升了测试数据的可靠性与可重复性，有利于提高国产样品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**

本标准是对GB/T 1555-2009《半导体单晶晶向测定方法》的修订和补充，仅修订了测试技术内容和标准结构、格式，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**

本标准是目前主流的半导体单晶晶向测试的方法，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**

本标准颁布后，将代替GB/T 1555-2009《半导体单晶晶向测定方法》，GB/T 1555-2009标准可废止。

**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，有利于国内各类新型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硅材料与国际市场竞争能力，实现新型半导体材料表征的民族自主可控。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向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《半导体单晶晶向测定方法》试验报告

标准编制组

2021年12月

附件：

半导体单晶晶向测定方法

精密度验证实验方案

**一、实验目的**

根据《半导体单晶晶向测定方法》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《半导体单晶晶向测定方法》实验室间比对，分别评价磷化铟、锑化铟、碳化硅、金刚石、氮化镓、氮化铝、硫化镉的单晶晶向的重复性和再现性，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、氧化镓晶体不同衍射晶面的晶向偏离度。

2、执行标准

《半导体单晶晶向测定方法》2022年征求意见稿。

**三、样片的选取**

本次实验针对碳化硅、金刚石、氧化镓三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半导体材料单晶晶向测定样品情况

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 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° |
|  | 磷化铟 |  |  |
|  | 锑化铟 |  |  |
|  | 氮化镓 |  |  |
|  | 氮化铝 |  |  |
|  | 硫化镉 |  |  |

**四、测试要求**

1、样品测试位置

半导体单晶晶向测定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，填写半导体单晶晶向测定有关参数，包括设备信息、环境条件、测量参数等，记录测角仪读数*ψ*1，以及试样沿被测面（基准面）法线以同一方向旋转90º、180º及270º下的测角仪读数*ψ*2 、*ψ*3和*ψ*4，而后计算总角度偏差*ψ*。重复完成此测试步骤共6次，求得6次测试总角度偏差*ψ*的平均值，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）签字确认并尽快安排检测，检测完毕，在流转卡上填写相关信息后邮寄给下一家单位，并电话告知下一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许蓉邮箱519177192@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。