ICS 77.040
CCS H 21

中华人民共和国国家标准

GB/T 42676—2023

半导体单晶晶体质量的测试　X 射线衍射法

Test method for crystalline quality of semiconductive single crystal—X-ray diffraction method

2023-08-06 发布　　2024-03-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会　发布

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。

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和材料标准化技术委员会(SAC/TC 203)和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/SC 2)共同提出并归口。

本文件起草单位：中国电子科技集团公司第四十六研究所、有色金属技术经济研究院有限责任公司、北京通美晶体技术股份有限公司、山东有研半导体材料有限公司、弘元新材料(包头)有限公司、哈尔滨科友半导体产业装备与技术研究院有限公司、浙江海纳半导体股份有限公司、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、有研国晶辉新材料有限公司、江苏卓远半导体有限公司、新美光(苏州)半导体科技有限公司。

本文件主要起草人：何烜坤、刘立娜、李素青、庞越、马春喜、许蓉、任殿胜、王元立、朱晓彤、李向宇、杨阳、潘金平、王书明、赵松彬、林泉、李国平、张新峰、赵丽丽、夏秋良。

半导体单晶晶体质量的测试　X 射线衍射法

1　范围

本文件描述了利用 X 射线衍射仪测试半导体材料双晶摇摆曲线半高宽，进而评价半导体单晶晶体质量的方法。

本文件适用于碳化硅、金刚石、氧化镓等单晶材料晶体质量的测试，硅、砷化镓、磷化铟等半导体材料晶体质量的测试也可参照本文件执行。

2　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 14666　分析化学术语

GB/T 32267　分析仪器性能测定术语

3　术语和定义

GB/T 14264、GB/T 14666 和 GB/T 32267 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

χ 轴　χ axis

样品台表面和衍射平面相交而成的倾斜样品的轴。

3.2

χ 角　χ angle

样品某晶面与样品表面的夹角。

3.3

φ 角　φ angle

样品台绕样品表面法线旋转的角度。

3.4

ω 角　ω angle

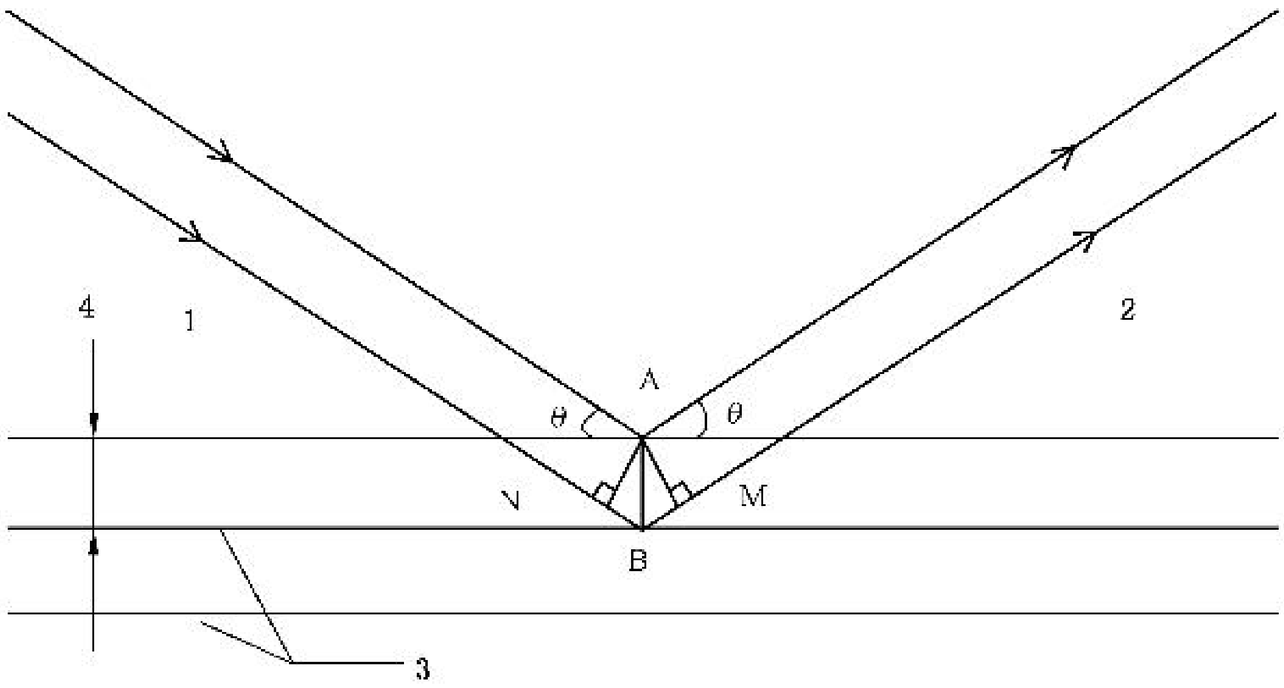
入射 X 射线与样品台表面的夹角。

4　原理

4.1　单晶的原子以三维周期性结构排列，其晶体可以看做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)。当入射光束与反射平面间的夹角 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 $2d\sin\theta=n\lambda$ 时，X 射线衍射光束强度将达到最大值，此时的 θ 被

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

称为布拉格角，记作 θ_B，如图 1 所示。



标引序号说明：

1——入射光束；

2——反射光束；

3——晶面；

4——晶面间距。

图 1　X 射线衍射原理图

4.2　X 射线衍射摇摆曲线用来表征平行 X 射线入射束被样品中某一特定晶面反射后其衍射束的发散情况。在测试时，探测器置于待测晶面的 $2\theta_B$ 位置，入射束在 θ_B 附近进行扫描，此时记录下来的衍射强度曲线称为摇摆曲线。

4.3　晶体摇摆曲线半高宽主要受仪器和待测材料的本征宽度、位错、晶粒尺寸、样品弯曲的影响。对半导体单晶来说，材料内部位错等缺陷会影响摇摆曲线半高宽值，因此摇摆曲线半高宽可用于评价半导体单晶的结晶质量。

5　干扰因素

5.1　当样品曲率较大时，摇摆曲线半高宽会因弯曲效应而显著增大。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（如在样品前采用 0.2 mm 宽狭缝）或采用布拉格角较大的高指数衍射晶面以减小样品曲率的影响。样品弯曲对摇摆曲线半高宽的影响按公式（1）进行计算。

$$\beta_r = \frac{b}{r\sin\theta_B} \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：

β_r ——样品弯曲导致的曲线加宽，单位为度（°）；

b ——狭缝宽度，单位为米（m）；

r ——样品的曲率半径，单位为米（m）；

θ_B ——布拉格角，单位为度（°）。

5.2　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。

5.3　晶体待测面定向的准确性和表面粗糙度对测试结果有影响。

5.4　晶体的本征宽度、位错、晶粒尺寸、样品弯曲度会导致摇摆曲线半高宽的加宽。

5.5　X 射线衍射摇摆曲线测试方法本身不能分辨出位错、晶粒尺寸等内部缺陷。

5.6　晶体掺杂元素和掺杂浓度对测试结果有影响。

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

5.7　测试仪器以及测试过程中设置不同(如步长),对测试结果有影响。

6　试验条件

6.1　温度为 23 ℃±5 ℃。

6.2　相对湿度应不高于 65%。

7　仪器设备

7.1　双晶 X 射线衍射仪

7.1.1　双晶 X 射线衍射仪一般使用 Cu 靶,也可使用其他靶材。

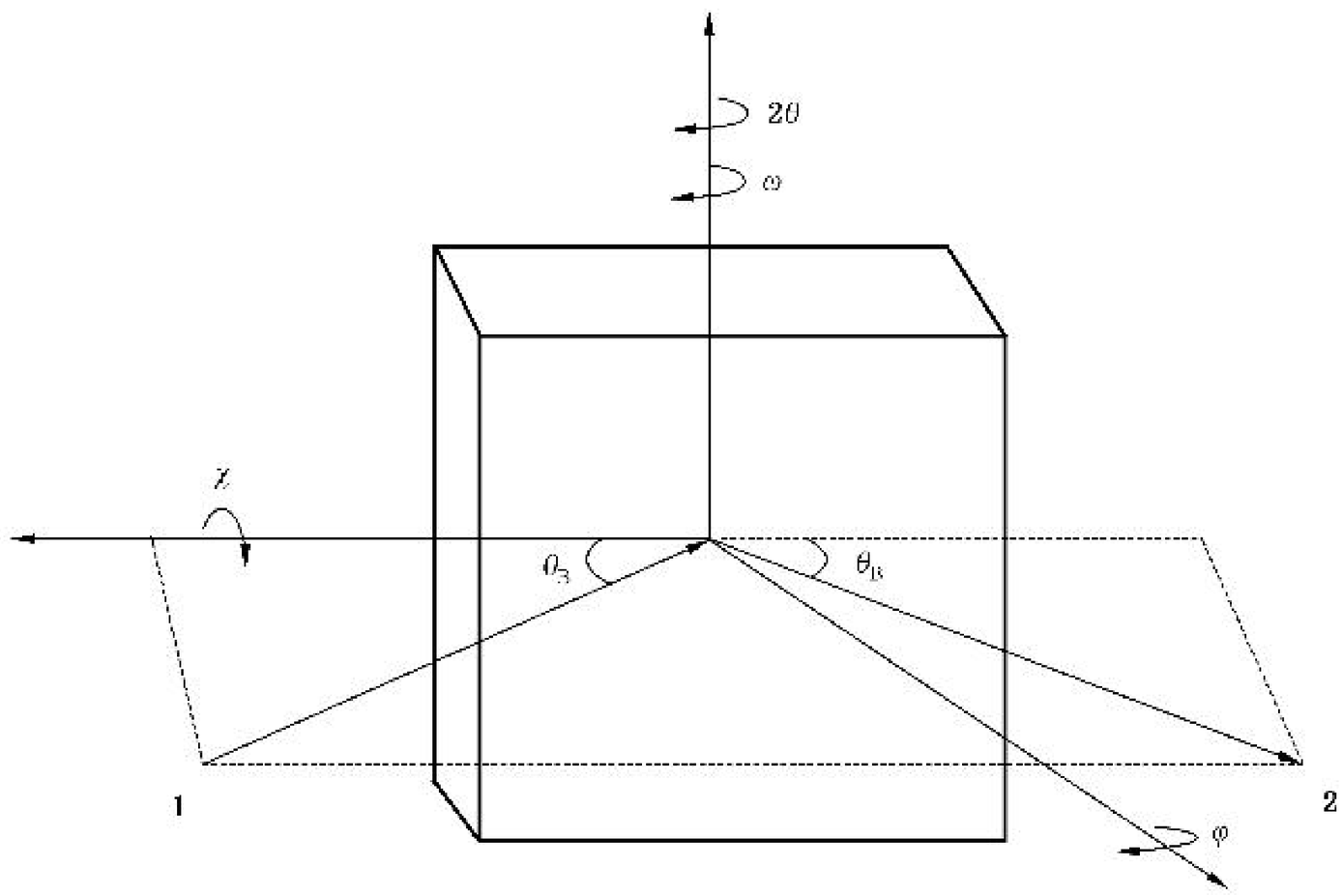
7.1.2　双晶 X 射线衍射探测器接收角度应大于 0.5°,若使用分析晶体或在探测器前增加狭缝,会改变探测器接收角度和接收面积,影响测试结果,如采用此类配置,应在试验报告中注明。

7.1.3　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″。若样品半高宽较大,可以采用较大发散角的单色器,但此时应保证在布拉格角附近 X 射线的发散角小于测试结果的 1/3。

7.2　样品台

7.2.1　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。

7.2.2　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。常用双晶 X 射线衍射仪样品台旋转轴如图 2 所示。



标引序号说明:

1——X 射线入射束;

2——X 射线衍射束。

图 2　双晶 X 射线衍射仪旋转轴示意图

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

8 样品

测试的晶体样品应明确其晶面指数及其对应的衍射角度，厚度一般为 0.1 mm～10 mm。待测面应为抛光镜面，建议定向精度小于 0.5°，表面粗糙度（Ra）应小于 0.3 nm。

9 试验步骤

9.1 安放样品

将样品放置在样品台上，尽量使样品表面与样品台面平行。

9.2 确定布拉格角（θ_B）

9.2.1 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（θ_B）。典型半导体晶体部分晶面布拉格角见附录 A。

9.2.2 调整探测器及样品台位置，使探测器位于 2 倍布拉格角（$2\theta_B$），调整入射 X 射线与样品台表面的夹角（ω 角），使 $\omega=\theta_B$。

9.3 调整样品

9.3.1 对称衍射时，χ 角为 0，使样品台沿 χ 轴旋转至 χ 角，对 χ 角进行优化，并将 χ 定在优化值。χ 角可定在下列方法进行优化：

a) 方法一：改变 χ 角，在布拉格角（θ_B）附近进行 ω 扫描，ω 扫描衍射强度最大时对应的 χ 角即为优化值；

b) 方法二：在布拉格角（θ_B）附近进行 ω 扫描，调整 ω 角，将 ω 值固定在最大强度处，然后进行 χ 扫描，将 χ 固定在最大强度处，如此反复进行，直至 ω 值和 χ 值固定不变。

9.3.2 斜对称衍射时，χ 角不为 0。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。χ 角的优化可按 9.3.1 的方法进行。若样品存在较大的斜切角，即样品表面与名义低指数晶面角度有偏差，在计算 χ 角时宜考虑到此部分的影响，即实际 χ 角应为晶面夹角和斜切角在该方向分量的叠加。

9.4 获得摇摆曲线

优化测量范围、测角仪步长及计数时间（或扫描速度），使样品在布拉格角 θ_B 附近绕衍射法线旋转，同时记录衍射强度，获得摇摆曲线。各参数按如下要求优化：

a) 改变测量范围，使之覆盖衍射峰两侧记录到的全部背景基线；

b) 调整测角仪步长，典型的 ω 步长设置为 5″～10″；

c) 选择计数时间使扫描中强度的动态范围至少超过 10^3 个计数单位。

9.5 确定半高宽

根据测试结果绘制摇摆曲线。摇摆曲线最大衍射强度一半处所对应的曲线宽度，即为该摇摆曲线半高宽。摇摆曲线半高宽可经过专业软件处理得到。宜避免对曲线进行过度光滑处理，以免改变曲线形状，影响测试结果。

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

10 精密度

选取碳化硅单晶、金刚石单晶、氧化镓单晶样品各一片，在3家不同实验室按本方法测量样品摇摆曲线，并求其摇摆曲线半高宽。样品在同一台设备上进行6次独立测量，测试结果的精密度用相对标准偏差表示，具体如下：

a) 碳化硅单晶同一实验室测试的相对标准偏差不大于6%，不同实验室测试的相对标准偏差不大于7%；

b) 金刚石单晶同一实验室测试的相对标准偏差不大于2%，不同实验室测试的相对标准偏差不大于6%；

c) 氧化镓单晶同一实验室测试的相对标准偏差不大于4%，不同实验室测试的相对标准偏差不大于6%。

11 试验报告

试验报告应至少包含下列内容：

a) 样品信息，包括送样单位、样品名称、样品编号、表面取向等；

b) 使用的双晶X射线衍射仪的品牌、型号；

c) 使用的衍射仪光路配置(包括靶材、狭缝系统、单色器、是否使用分析晶体等)；

d) 样品的被测晶面；

e) 摇摆曲线半高宽；

f) 本文件编号；

g) 测试日期；

h) 测试人员；

i) 测试环境。

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

附　录　A
（资料性）
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见表 A.1。

表 A.1　半导体晶体部分晶面布拉格角

半导体晶体	反射平面 HKL	布拉格角 θ_B
4H-SiC 单晶 (a=3.073Å,b=3.073Å,c=10.053Å)	102	19°7′1″
	004	17°51′
	105	28°42′
6H-SiC 单晶 (a=3.073Å,b=3.073Å,c=15.08Å)	102	17°51′50″
	0012	37°49′37″
金刚石单晶 (a=3.567Å)	400	59°44′42″
	110	21°57′50″
氧化镓单晶 (a=12.214Å,b=3.037Å,c=5.798Å)	$\bar{4}02$	19°14′20″
	400	15°2′56″
	020	30°28′52″
	002	15°52′16″
注：波长 λ=1.540 6Å，a、b、c 为晶格常数值。		

粉体圈 www.360powder.com 标准下载