

团 体 标 准

T/CASA 014—2021

碳化硅衬底基平面弯曲的测定 高分辨 X 射线衍射法

Measuring method for basal plane bending of SiC substrate — High
resolution X-ray diffractometry

2021-11-01 发布

2021-11-01 实施

第三代半导体产业技术创新战略联盟 发布

目 次

前 言.....	III
引 言.....	IV
1 范围	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 方法原理.....	1
5 仪器设备.....	3
6 样品制备.....	3
7 测试环境.....	3
8 测试程序.....	3
8.1 测量晶向说明	3
8.2 摇摆曲线（Rocking-curve）测量.....	4
9 结果计算.....	5
10 重复性和准确性.....	5
11 报告.....	5
参考文献.....	6

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这些专利的责任。

本文件由北京第三代半导体产业技术创新战略联盟标准化委员会（CASAS）制定发布，版权归 CASAS 所有，未经 CASAS 许可不得随意复制；其他机构采用本文件的技术内容制定标准需经 CASAS 允许；任何单位或个人引用本文件的内容需指明本文件的标准号。

本文件起草单位：广州南砂晶圆半导体技术有限公司、山东大学、深圳第三代半导体研究院、广东芯聚能半导体有限公司、中国科学院半导体研究所、北京第三代半导体产业技术创新战略联盟。

本文件主要起草人：陈秀芳、崔滢心、于金英、胡小波、于国建、徐现刚、杨安丽、朱贤龙、魏学成、赵璐冰。

引 言

碳化硅（SiC）具有高临界击穿场强、高的热导率、高电子饱和漂移速率、优越的机械特性和物理、化学稳定性等特点，可用于制作高温大功率器件。使用碳化硅作为衬底生长器件结构时，衬底质量对外延层的质量起决定性作用。大尺寸碳化硅单晶常常呈现基平面的摇摆曲线衍射峰位随着单晶直径衍射位置的变化而变化的现象，这种衍射峰位的移动源于基平面弯曲。由于基平面弯曲的存在，导致同质外延或异质外延层边缘位置的 c 轴偏离中心位置的 c 轴，影响后续器件制备工艺的均匀性与可靠性。只有掌握了碳化硅单晶衬底基平面弯曲的特性，才能够深入了解基平面弯曲产生的原因，提供单晶生长条件优化的方向，进而提升单晶质量。因此有必要发展一种能够准确、全面的表征碳化硅单晶基平面弯曲特性的方法。目前我国以 X 射线衍射法表征碳化硅单晶片的晶面弯曲特性的标准属于空白领域，因此特制定本标准。

碳化硅衬底基平面弯曲的测定 高分辨 X 射线衍射法

1 范围

本文件规定了用高分辨 X 射线衍射法表征 6H 和 4H 碳化硅单晶衬底基平面弯曲的方法。

本文件适用于 (0001) 面或 (0001) 面偏晶向的 6H 和 4H-碳化硅单晶衬底中基平面弯曲的表征。

2 规范性引用文件

本文件没有规范性引用文件。

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

基平面弯曲 basal plane bending

在晶体生长或加工过程中引入了远超过碳化硅临界切应力的应力，而导致碳化硅单晶(0001)面发生弯曲的现象。

4 方法原理

X射线衍射是一种常用于测量晶体晶格变形引起的残余应力的非破坏性检测方法，常用的扫描方式有摇摆曲线扫描、 ω - 2θ 扫描、 Φ 扫描等。图1显示了高分辨X射线衍射仪中样品台操作几何示意图。仪器中衍射操作的有效转动圆有4个，分别以4个用于描述圆转动角度的希腊字母来表示： ω 、 2θ 、 χ 、 Φ 。衍射仪的4个旋转圆都是为了调整样品的方位。 ω 为入射X射线束与样品表面的夹角； 2θ 为入射束和衍射束之间的夹角； ω 和 2θ 圆都位于衍射平面上(即X轴和Z轴组成的平面)， ω 和 2θ 圆都围绕Y轴方向旋转； χ 是试样表面与仪器平面的夹角，可实现样品表面的倾斜旋转， $\chi=0$ 时，试样表面的法线方向平行于仪器平面， χ 圆围绕着试样表面内某一水平方向如(如X轴方向)旋转。 Φ 圆则围绕着试样表面的法线方向(Z轴方向)旋转，实现样品的面内旋转。摇摆曲线扫描根据所测衍射峰定位 ω 、 Φ 和 χ 角，固定探测器 2θ ，然后在一定 $\pm\Delta\omega$ 角度范围内旋转样品，当 $\omega_{in} = \theta_B$ 时，实现了Bragg衍射，记录散射强度与 ω 角的关系，便得到一个典型的双晶衍射摇摆曲线。其中 ω_{in} 是X射线入射束和样品表面的夹角。而在非对称衍射下，即选取的衍射面与样品表面存在夹角 φ 时， $\omega_{in} = \theta_B - \varphi$ 。

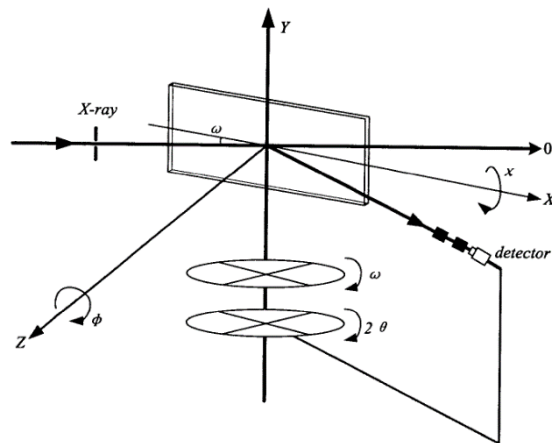


图1 X射线衍射仪样品台操作几何示意图

采用高分辨X射线衍射仪在双轴晶条件下对碳化硅单晶衬底进行摇摆曲线测试，样品放置及测试几何如图2（a）所示。当碳化硅衬底存在晶面弯曲时，衍射峰位随着衍射位置的变化而发生变化，如图2（b）所示，其中蓝色虚线为样品台，红色虚线为X射线入射方向，X轴表示测试点移动的方向，平行于由入射矢量和衍射矢量共同决定的入射面；黑色曲面表示存在晶面弯曲的衍射面， θ_B 为衬底的Bragg衍射角， ω_i 为实际测试衍射峰位。若沿着X轴方向进行逐点测试，实际测试获得的衍射峰位 ω 逐渐减小，即 $\omega_1 > \omega_2 > \omega_3$ ，则测试晶面为凸面；反之，测试晶面为凹面。在此几何配置下，可以进行X轴方向的基平面弯曲特性的表征。若表征碳化硅单晶衬底Y轴方向的基平面弯曲特性，需将样品面内旋转 90° 至Y轴平行于入射面，即 $\phi=90^\circ$ 时，沿着Y轴方向进行逐点测试。

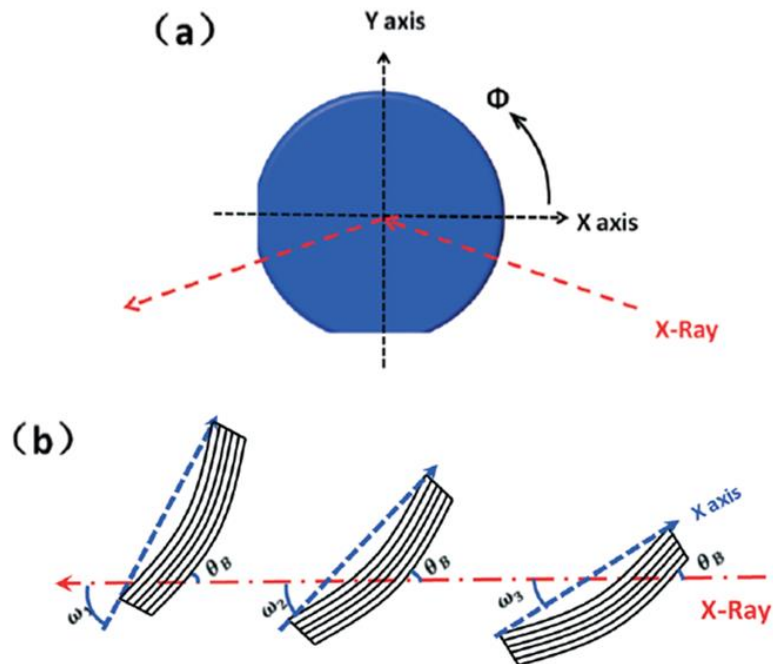


图2 （a）样品放置测试几何示意图；（b）实际测试衍射峰位随着衍射位置的变化而改变示意图。

5 仪器设备

X射线来源包括同步辐射光源和实验室光源，本示例中采用实验室光源的高分辨X射线衍射仪。

6 样品制备

单晶生长后，按标准加工流程进行切割、研磨、抛光、清洗等工艺获得(0001)面或(000 $\bar{1}$)面偏晶向的碳化硅单晶衬底片。

7 测试环境

测试的环境要求如下：

- a) 环境温度：23 °C \pm 5 °C；
- b) 相对湿度： \leq 75 %。

8 测试程序

8.1 测量晶向说明

- a) 根据碳化硅单晶的六次对称性，对碳化硅单晶衬底片X轴和Y轴两个直径方向进行摇摆曲线的扫描测试，径向选择如图2所示，分别是 $\Phi=0^\circ$ 、 90° ，对应晶向分别是 $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 、 $\langle 1\bar{1}00 \rangle$ 。测试时，需要测试径向转到水平位置，以确保测试的径向方向平行于由入射矢量和衍射矢量共同决定的入射面， Φ 值与被测试径向的关系如图3所示。

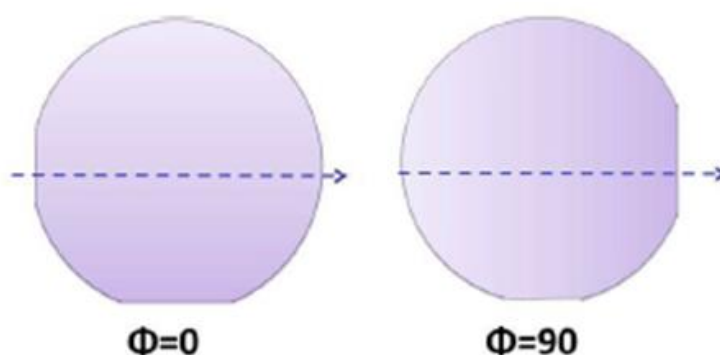


图3 Φ 角转动时样品放置示意图

- b) 选取Si面为测试面，去除晶片的边缘区域2 mm，对4H-SiC单晶进行(0004)衍射晶面的测定，对6H-SiC单晶进行(0006)衍射晶面的测定，4H-SiC的 2θ 角标准值为35.696°，6H-SiC的 2θ 角标准值为54.741°(Cu靶 $K_{\alpha 1}$ 射线， $\lambda=0.15406$ nm)。沿2个直径方向取点，以晶片中心点为原点，各测试点间隔为5 mm， $\Phi 100$ mm(4英寸)衬底共测试38个点， $\Phi 150$ mm(6英寸)衬底共测试58个点。(备注，本示例用高分辨X射线衍射仪X/Y轴最小步长/重复性为0.002 mm)

8.2 摇摆曲线 (Rocking-curve) 测量

以 $\Phi 100$ mm的0 $\%$ H-SiC衬底片为例。

- a) 样品放置前, 入射光路选取 0.6 mm 发散狭缝, 测试电压 40 kV, 测试电流 10 mA ~ 40 mA (根据衍射峰强度进行调节)。
- b) Z 扫描, 防散射狭缝设置为 3 mm, 扫描范围[4 mm, 6 mm], 扫描步长 0.01 mm, 获得扫描曲线后, 手动将 Z 值定义到扫描强度一半左右的位置处;
- c) ω 扫描, 防散射狭缝设置为 1 mm, 扫描范围 $[-1^\circ; 1^\circ]$, 扫描步长 0.01° ; 获得扫描曲线后, 手动将 ω 值定义到扫描强度峰值处;
- d) Z 扫描, 防散射狭缝设置为 3 mm, 扫描范围 [4 mm, 6 mm], 扫描步长 0.01 mm, 获得扫描曲线后, 手动将 Z 值定义到扫描强度一半左右的位置处;
- e) 寻峰 ω 扫描, 防散射狭缝设置为 1 mm, 扫描范围 $[17^\circ; 18^\circ]$, 扫描步长 0.01° ; 获得扫描曲线后, 缩小扫描范围为 0.2° ; 扫描步长为 0.001° ; 积分时间 0.1 秒, 进行扫描, 手动将 ω 值定义到扫描强度峰值处;
- f) χ 扫描, 防散射狭缝设置为 1 mm, 扫描范围 $[-2^\circ; 2^\circ]$, 扫描步长 0.01° ; 获得扫描曲线后, 手动将 χ 值定义到扫描强度峰值处;
- g) ω 扫描, 扫描范围 0.2° ; 扫描步长 0.001° ; 防散射狭缝 1 mm, 获得扫描曲线后, 手动将 ω 值定义到扫描强度峰值处后, 探测器 (2θ) 扫描, 扫描范围 $[35^\circ; 36^\circ]$, 扫描步长 0.01° ; 获得扫描曲线后, 手动将 2θ 值定义到扫描强度峰值处;
- h) ω 扫描, 扫描范围 0.2° ; 扫描步长 0.001° ; 防散射狭缝 1 mm, 获得衍射面的摇摆曲线;
- i) 样品固定在样品台, 设置 X、Y 坐标进行下一测试点摇摆曲线测试;
- j) 获得 2 个直径方向上各测试点的摇摆曲线后, 以 4 英寸为例, 将实际测试衍射峰位结果记录在表 1 中, 当出现双峰或多峰时, 取衍射强度最强的衍射峰的峰位进行记录与分析。

注: 当测试过程中出现双峰或多峰时, 取衍射强度最强的衍射峰位进行分析。

表1 $\Phi 100$ mm衬底片高分辨X射线衍射数据记录单

晶片号:

晶型:

偏角:

$\phi: 0^\circ$

测试点	(-45, 0)	(-40, 0)	(-35, 0)	(-30, 0)	(-25, 0)	(-20, 0)	(-15, 0)	(-10, 0)	(-5, 0)	(0, 0)
峰位										
测试点	(45, 0)	(40, 0)	(35, 0)	(30, 0)	(25, 0)	(20, 0)	(15, 0)	(10, 0)	(5, 0)	
峰位										

$\phi: 90^\circ$

测试点	(0, -45)	(0, -40)	(0, -35)	(0, -30)	(0, -25)	(0, -20)	(0, -15)	(0, -10)	(0, -5)	(0, 0)
峰位										
测试点	(0, 45)	(0, 40)	(0, 35)	(0, 30)	(0, 25)	(0, 20)	(0, 15)	(0, 10)	(0, 5)	
峰位										

9 结果计算

单晶衬底基平面弯曲程度用曲率K表示时，按式（1）计算。

$$K = \frac{|\omega_{x_{max}} - \omega_{x_{min}}| \pi}{180 \times |x_{max} - x_{min}|} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

K —— 曲率，单位是 mm^{-1} ；

$\omega_{x_{max}}$ 、 $\omega_{x_{min}}$ —— 分别指实际测试衍射峰位最大值和最小值，单位是 $^{\circ}$ ；

x_{max} 、 x_{min} —— 分别指实际测试衍射峰位最大和最小值对应的坐标位置，单位 mm ；

单晶衬底基平面弯曲程度用曲率半径 R 表示时，按式（2）计算。

$$R = K^{-1} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

R —— 曲率半径，单位是 mm；

K —— 曲率，单位是 mm^{-1} 。

注：计算时保留至小数点后三位。

10 重复性和准确性

为确保测试重复性与准确性，测试过程中样品固定在样品台上，通过设置X、Y坐标进行下一测试点摇摆曲线测试。

在重复性条件下，本方法测量衍射峰位结果相对偏差小于 0.1 %。

11 报告

报告至少应包括以下内容：

- a) 送样单位和送样日期；
- b) 样品名称、规格、编号；
- c) 样品状态描述；
- d) 衍射峰位结果原始数据，曲率或曲率半径计算结果；
- e) 测试仪器；
- f) 操作者、测试日期、测试单位。

参 考 文 献

- [1] GB/T 14264 半导体材料术语
 - [2] GB/T 30656 碳化硅单晶抛光片
 - [3] T/CASA 004.1—4H 碳化硅衬底及外延层缺陷术语
-