

# 半导体单晶晶向测定方法

GB/T1555—1997

代替 GB 1555—1979

GB 1556—1979

GB 5254—1985

GB 5255—1985

GB 8759—1988

## 1 范围

1.1 本标准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。  
本标准适用于测定半导体单晶材料大致平行于低指数原子面的晶体的表面取向。

1.2 本标准包括两种试验方法：

- 1.2.1 方法 A X 射线衍射定向法。该方法可用于所有半导体单晶的定向。
- 1.2.2 方法 B 光图定向法。该方法目前主要用于单一元素半导体单晶的定向。

## 2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。在标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 2477—83 磨料粒度及其组成

## 3 意义

3.1 测定半导体单晶和晶片的取向是材料验收的一项重要要求,因为材料的晶向决定着制造半导体器件的各种参数。

3.2 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

3.3 光图定向法需腐蚀试样,因此要破坏抛光片表面。该方法的精度低于 X 射线衍射法,但设备要求不那么复杂。

## 方法 A X 射线衍射定向法

## 4 方法提要

4.1 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  $\theta$ 、X 射线波长  $\lambda$ 、晶面间距  $d$  及衍射级数  $n$  同时满足下面布喇格定律取值时,X 射线衍射光束强度将达到最大值:

$$n\lambda = 2d\sin\theta \dots\dots\dots (1)$$

对于立方晶胞结构：

$$d = a / (h^2 + k^2 + l^2)^{1/2} \dots\dots\dots (2)$$

$$\sin\theta = n\lambda((h^2 + k^2 + l^2)^{1/2} / 2a) \dots\dots\dots (3)$$

式中： $a$  为晶格常数， $h, k, l$  为反射平面的密勒指数。

对于硅、锗等 IV 族半导体和砷化镓及其他 III - V 族半导体，通常可观察到的反射一般遵循以下规则： $h, k$  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 除尽。表 1 列出了硅、锗及砷化镓单晶低指数反射面对于铜靶衍射的  $\theta$  角取值。

4.2 通常，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〕平面会有几度的偏离，用结晶平面与机械加工平面的最大角度偏差加以体现，并可以通过测量两个相互垂直的偏差分量而获得。

表 1 半导体晶体对于 CuK<sub>α</sub> X 射线衍射的

布喇格角  $\theta$  (波长  $\lambda = 1.54178 \text{ \AA}$ )

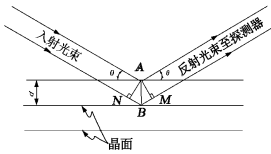


图 1 X 射线照射到单晶上几何反射条件

反射平面 HKL	布喇格角 $\theta$		
	硅 ( $a = 5.43073 \text{ \AA}$ $\pm 0.00002 \text{ \AA}$ )	锗 ( $a = 5.6575 \text{ \AA}$ $\pm 0.0000 \text{ \AA}$ )	砷化镓 ( $a = 5.6534 \text{ \AA}$ $\pm 0.00002 \text{ \AA}$ )
111	14°14'	13°39'	13°40'
220	23°40'	22°40'	22°41'
311	28°05'	26°52'	26°53'
400	34°36'	33°02'	33°03'
331	38°13'	36°26'	36°28'
422	44°04'	41°52'	41°55'

注： $a$  为晶格常数值。

5 试验装置

5.1 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。

5.2 试样放置在一个支座上，使被测面可以绕满足布喇格条件的轴旋转。

5.3 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。注意应使入射 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。

6 测量步骤

6.1 选择布喇格角  $\theta$ 。

6.1.1 根据被测晶体的大致取向(晶体被测面参考平面取向)计算或查表得到布喇格角  $\theta$ 。

6.1.2 置 GM 计数管于  $2\theta$  位置。

6.2 将被测试样安放在支座上，并适当固定。

6.3 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。

6.4 记下测角仪读数  $\psi_1$ 。

6.5 将试样沿被测面(基准面)法线以同一方向分别旋转 90°、180°及 270°，分别重复 6.3 步骤，依次记下测角仪读数  $\psi_2, \psi_3$  和  $\psi_4$ 。

7 测试结果计算

7.1 计算并记录角度偏差分量  $\alpha$  和  $\beta$ ：

$$\alpha = 1/2(\psi_1 - \psi_3) \dots\dots\dots (4)$$

$$\beta = 1/2(\psi_2 - \psi_1) \dots\dots\dots (5)$$

式中：  $\alpha$  和  $\beta$ —角度偏差分量, (°)；

$\psi_1$ 、 $\psi_2$ 、 $\psi_3$  和  $\psi_4$ ——为测量仪读数, (°)。

7.2 根据 11.1, 计算并记录总的角度偏差  $\Phi$ 。

7.3 计算仪器偏差  $\delta\alpha$  和  $\delta\beta$ ：

$$\delta\alpha = 1/2(\psi_1 + \psi_3) - \theta \dots\dots\dots (6)$$

$$\delta\beta = 1/2(\psi_2 + \psi_4) - \theta \dots\dots\dots (7)$$

式中：  $\theta$ —入射光束与反射平面间夹角, (°)。

$\theta$  根据结晶平面和被测材料取自表 1。

注：如果仪器误差很小, 且为一常数, 则可用来校正  $\psi_1$  和  $\psi_2$ , 使  $\alpha$  和  $\beta$  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  $\delta\alpha$  和  $\delta\beta$  应相同, 其任何差异则由  $\psi_1$ 、 $\psi_2$ 、 $\psi_3$  和  $\psi_4$  测量不准确引起。在精确测量下,  $\delta\alpha$  和  $\delta\beta$  的差异应小于  $0.5'$ 。

### 方法 B 光图定向法

#### 8 方法提要

8.1 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有关的平面上, 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。

8.2 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]、[110] 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。这些底部小平面对表示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, 即可测得晶体轴线的取向或晶体被测表面与某一结晶平面的取向偏离。

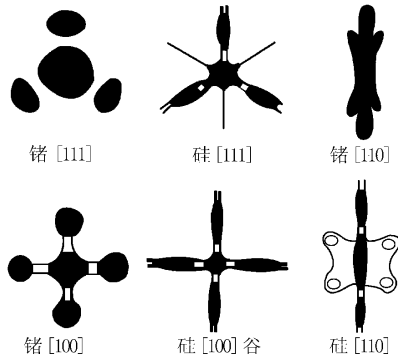


图 2 经腐蚀后锗和硅表面的反射光图

#### 9 试验装置

9.1 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。

9.2 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  $0^\circ$  基准面的误差校准到允许值。

## 10 测试步骤

10.1 用 W28 金刚砂磨料研磨试样表面,磨料粒度应符合 GB 2477 的要求。在研磨过程中应避免在原表面磨出偏角。

10.2 按表 2 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。

10.3 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,观察光屏上的反射图像,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。

10.4 调节载物台角度,使反射光图中心对准如 9.1 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  $\alpha$  和  $\beta$ 。

10.5 若需要,可将晶体表面绕其法线旋转  $180^\circ$ ,再进行 10.4 操作,其角度偏差分量的大小应保持常数,但符号相反。

表 2 锆和硅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, $^\circ\text{C}$
锆	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 50%氢氧化钾溶液(重量)	5	65

注:(111)、(100)和(110)晶面可以用诸腐蚀液腐蚀

## 11 测量结果计算

11.1 不论对方法 A,还是对方法 B,被测表面与所要求的结晶平面之间总的角度偏差  $\phi$  可由下式求得:

$$\cos\phi = \cos\alpha \cdot \cos\beta \quad \dots\dots\dots (8)$$

对于总角度偏差小于  $5^\circ$  的角,该式可简化为:

$$\phi^2 = \alpha^2 + \beta^2 \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中:  $\phi$ ——总角度偏差,  $^\circ$ ;

$\alpha$  和  $\beta$ ——总角度偏差的两个分量,  $^\circ$ 。

## 12 精密度

12.1 对方法 A—X 射线衍射定向法,使用工业 X 射线装置单台仪器的精密度为  $\pm 15'$  (3 s)。

12.2 对方法 B—光图定向法,使用工业光图定向装置,单台仪器的精密度为  $\pm 30'$  (3 s)。

## 13 试验报告

13.1 试验报告应包括下列内容:

- a) 所用方法(X 射线法或光图法);
- b) 材料名称;
- c) 晶体参考平面;
- d) 被测平面与参考平面的两个偏离分量;
- e) 总的角度偏差;
- f) 测量仪器;
- g) 本标准编号;
- h) 测量单位和测量者;
- i) 测量日期