

团 体 标 准

T/CASA 013—2021

碳化硅晶片位错密度检测方法 KOH 腐蚀结合图像识别法

Measuring method for testing the density of dislocation in SiC crystal
Combined KOH etching and image recognition methods

(委员会草案)

202X-XX-XX 发布

202X-XX-XX 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.....	2
6 试剂和材料.....	2
7 样品制备.....	2
8 测试环境.....	2
9 测试程序.....	3
10 结果计算.....	5
11 重复性和准确性.....	5
12 报告.....	5
参考文献.....	7

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。

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。

引 言

碳化硅（这里指 4H-SiC）材料作为重要的第三代宽禁带半导体材料，具有高临界击穿场强、高的热导率、高的电子饱和漂移速率、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。近年，随着单晶和外延薄膜生长技术的不断发展，SiC 单极型器件譬如肖特基二极管（SBD）及金属氧化物场效应晶体管（MOSFET）已经商业化，在不同应用领域的需求急剧增加。然而，由于材料中高密度位错缺陷的存在（典型值为 10^3 - 10^4 个/cm²），限制了其进一步的发展。

SiC 晶体中位错主要有三种类型：螺位错（TSD）、刃位错（TED）和基平面位错（BPD）。在衬底上进行同质外延时，衬底中的位错缺陷会向外延层中延伸和转化，导致外延层中大量扩展型缺陷。例如，衬底中的螺位错可以作为外延层中胡萝卜缺陷的成核中心，衬底中的螺位错转化为外延层中的弗兰克型层错（Frank SFs），衬底中的基平面位错大部分转化为刃位错、部分螺旋特征的 BPD 直接延伸到外延层中。这些缺陷的存在严重影响了 SiC 功率器件的性能，导致器件参数退化，特别是使得 SiC 大功率器件的优越特性无法得以实现。因此，对位错缺陷进行有效的表征与分析对单晶工艺及外延工艺改进优化进而提高器件性能至关重要。位错具有随机分布且密度量级大的特征，随着单晶尺寸的增大，人工统计位错密度的困难增加，过少的统计区域则又无法代表整个晶片的位错密度，因此需要依靠设备自动化来统计位错密度。目前我国以 KOH 腐蚀结合图像识别法检测和统计位错密度的标准属于空白领域，因此特制定本标准。

碳化硅晶片位错密度检测方法 KOH 腐蚀结合图像识别法

1 范围

本文件规定了用化学择优腐蚀结合图像识别法检测碳化硅晶片中位错密度的方法。

本文件适用于 4H 及 6H-SiC 晶片材料中 Si 面位错检测及其密度统计，材料表面为化学机械抛光状态。

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

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法原理

缺陷择优腐蚀是表征晶体质量的一个快速、有效的方法，特别是对于半导体单晶来说，腐蚀坑的形状和密度呈现出了单晶的缺陷类型以及缺陷密度。SiC 单晶衬底在碱性腐蚀剂中容易产生各向异性的腐蚀，也就是不同晶向的腐蚀速度会有所差异。对于 (0001) 取向的 SiC 单晶来说，位错周围的晶格发生畸变，即位错区域表面应变能较大，因此位错区域容易与腐蚀剂发生化学反应，首先被腐蚀。同时，又因为腐蚀速度的各向异性，导致在有缺陷的地方出现形状规则的腐蚀坑，腐蚀坑的形状和最密排面的原子排列方式有关。对于 SiC 单晶，Si 面 (0001) 和 C 面 (000 $\bar{1}$) 极性不同，故腐蚀剂在两个表面的腐蚀速度也存在差异，在熔融 KOH 腐蚀剂中腐蚀时，C 面的腐蚀速度是 Si 面腐蚀速度的 4 倍。在 Si 面，腐蚀剂对晶格完整区域的腐蚀速度慢，在缺陷区域腐蚀速度快，因此形成择优腐蚀，出现形状规则的腐蚀坑；在 C 面，腐蚀剂在晶格完整区域腐蚀速度快，甚至和缺陷区域的腐蚀速度相当，因此在 C 面就会出现各向同性腐蚀效果，很少显露腐蚀坑或腐蚀坑呈近似圆形。

采用 KOH 化学腐蚀技术从 Si 面显示 SiC 衬底或外延材料中的位错缺陷，用光学显微镜观察样品表面腐蚀坑，根据腐蚀坑的尺寸及形貌不同，可将腐蚀坑分为三类，如图 1 所示为 100X 的放大结果，尺寸最大的六角形腐蚀坑对应 TSD，尺寸较小近似圆形的腐蚀坑对应 TED，贝壳形、腐蚀坑底部不在中心的腐坑对应 BPD。利用图像识别将腐蚀坑归类并计算每个视野内的位错密度，再结合自动运动平台实现完整晶片的分区统计，最后利用软件计算晶片内的位错密度及其分布情况。

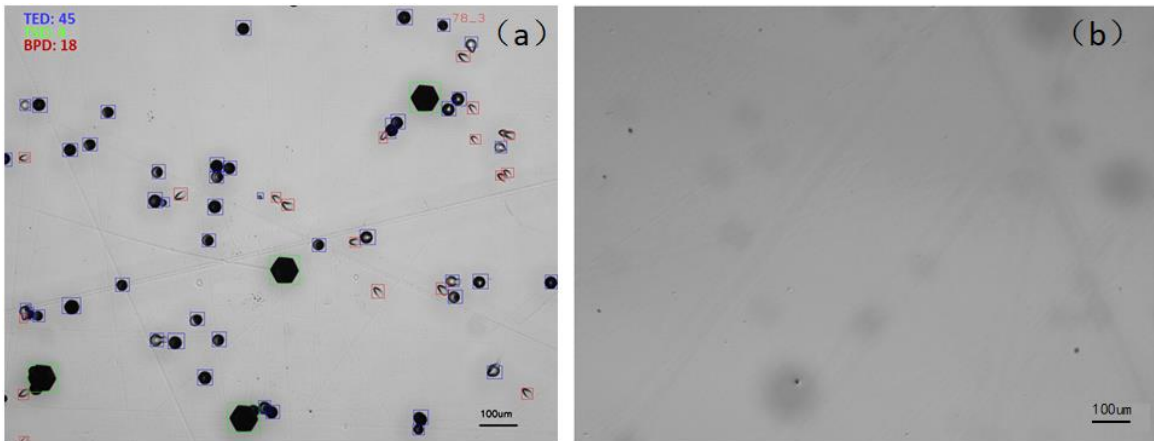


图1 腐蚀后的碳化硅硅面位错形貌 (a)、碳面位错形貌 (b)

5 仪器设备

本方法需要下列仪器和设备：

- a) 光学显微镜，50X~200X放大倍数，数据采集相机；自动运动平台；具有扫描、统计功能的软件系统；
- b) 碳化硅单晶片腐蚀炉，温度精度 $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，可加热至 $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以上；
- c) 镍坩埚，直径 Φ (50~210) mm。

6 试剂和材料

本方法需要下列试剂和材料：

- a) 氢氧化钾 (KOH)，分析纯；
- b) 无水乙醇，分析纯；
- c) 去离子水。

7 样品制备

将单晶按标准流程进行切割、研磨、抛光等制备成完整衬底片，然后将其浸泡在熔融KOH中腐蚀一段时间，通过调整腐蚀温度 ($470\text{ }^{\circ}\text{C}$ ~ $490\text{ }^{\circ}\text{C}$) 和腐蚀时间 (10 min ~30 min)，使TSD腐蚀坑的尺寸在 $(100\pm 30)\text{ }\mu\text{m}$ 的范围内，此时TED和BPD长轴方向尺寸在 $(40\pm 10)\text{ }\mu\text{m}$ 范围内，腐蚀后需保证腐蚀坑形状清晰并被准确识别。腐蚀结束后分别用无水乙醇和去离子水对其进行清洗， N_2 吹干备用。

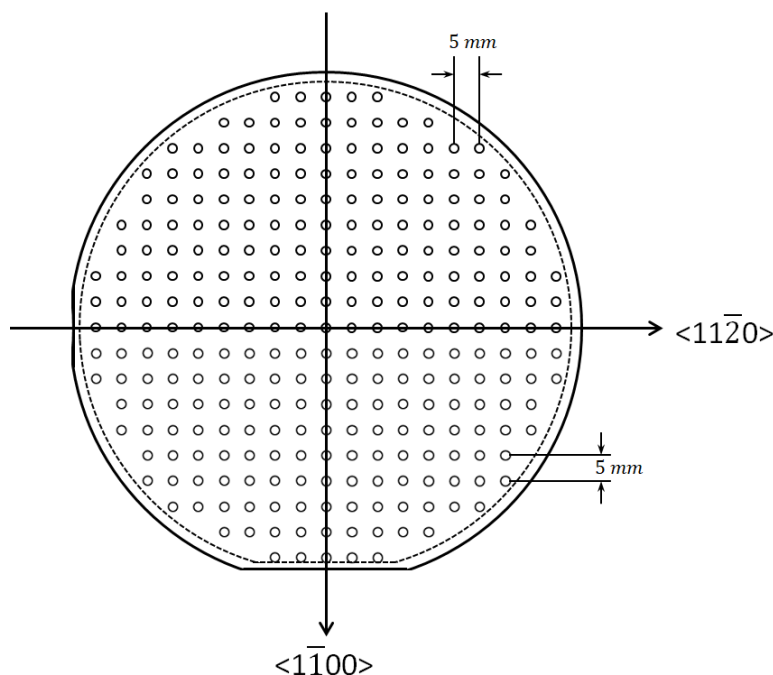
8 测试环境

测试的环境要求如下：

- a) 环境温度： $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ；
- b) 相对湿度： $\leq 75\%$ 。

9 测试程序

- a) 将腐蚀完毕的SiC样品置于光学显微镜载物台上，Si 面朝上如图 2 所示，将晶片边缘去除2 mm后进行矩阵式扫描。即将晶片最长直径 D 按间隔5 mm的距离分成若干份，然后在若干份的区域里选取中心成像。扫描过程中需保证每个视野内成像清晰；



注：上图以4寸SiC片为例，图中 \circ 表示测试点，最长直径上的测试点个数 $n = \frac{D}{5} - 1$ 个。

图2 单晶片放置示意图

- b) 扫描过程中，按照图 1 不同位错腐蚀坑的特征，读取并分别记录各测试点TSD、TED、BPD腐蚀坑的个数，规定视野边界上的位错腐蚀坑，应至少有1/2面积在视场内才予以计数；
- c) 扫描完成后得到TSD、TED、BPD和总位错分布情况及其密度结果，记录方式有如下两种：
- 将每个视野内TSD、TED、BPD和总位错个数记录在图3所示的表格中，并分别计算位错密度；
 - 记录每个视野内TSD、TED、BPD和总位错密度，建立方块颜色与位错密度的关联，获得不同位错密度在整个晶片上的分布信息，如图4所示。位错密度用每个视野内位错密度的平均值表示。

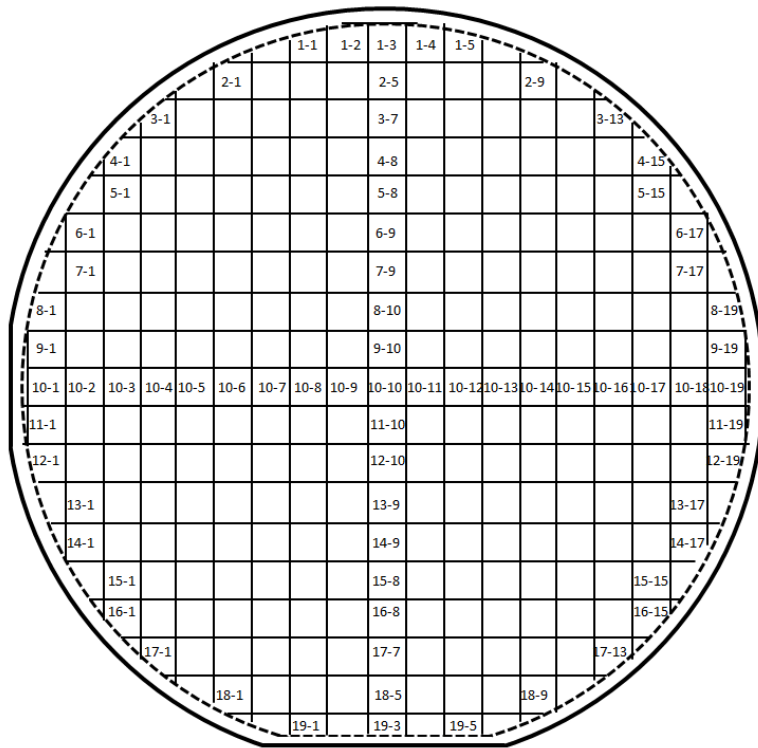


图 3 位错数目记录表格

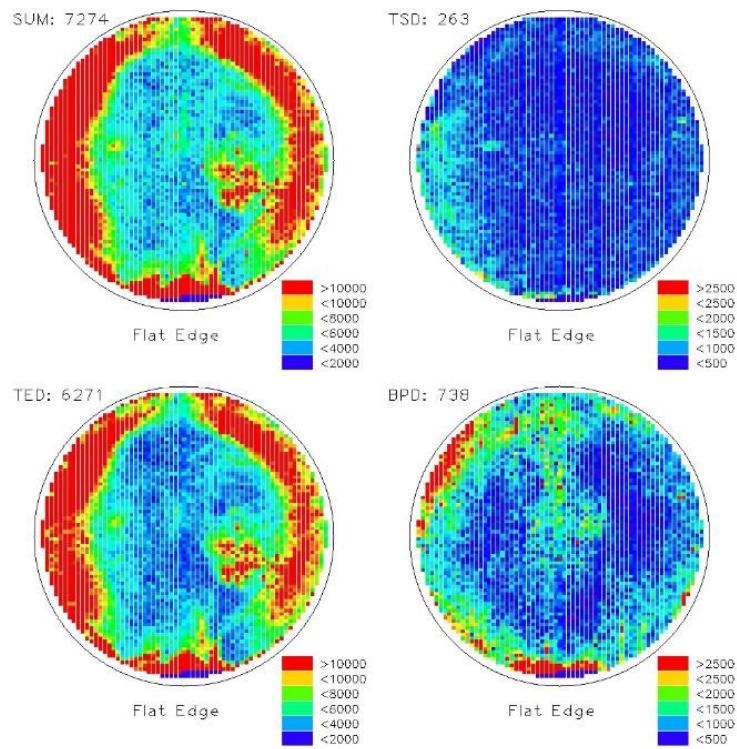


图 4 位错密度记录案例

10 结果计算

碳化硅单晶片TSD密度 D_{TSD} 按式（1）计算。

$$D_{TSD} = \frac{1}{nS} \sum_{i=1}^n N_i \dots\dots\dots (1)$$

式中：

n —— 测试点个数；

N_i —— 第*i*个测试点TSD 数目；

S —— 视场面积，单位为平方厘米（ cm^2 ）。

碳化硅单晶片TED密度 D_{TED} 按式（2）计算。

$$D_{TED} = \frac{1}{nS} \sum_{i=1}^n N_i \dots\dots\dots (2)$$

式中：

n —— 测试点个数；

N_i —— 第 *i* 个测试点TED 数目；

S —— 视场面积，单位为平方厘米（ cm^2 ）。

碳化硅单晶片BPD密度 D_{BPD} 按式（3）计算。

$$D_{BPD} = \frac{1}{nS} \sum_{i=1}^n N_i \dots\dots\dots (3)$$

式中：

n —— 测试点个数；

N_i —— 第*i*个测试点BPD 数目；

S —— 视场面积，单位为平方厘米（ cm^2 ）。

注：位错密度按照视场内位错个数除以视野面积计算。

11 重复性和准确性

在重复性条件下，本方法测量位错缺陷密度的相对标准偏差不大于 20 %。

12 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) TSD、TED、BPD和总位错密度测试结果；
- e) 位错数目或者位错密度分布结果；
- f) 测试仪器；

- g) 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 砷化镓单晶位错密度的测试方法
 - [3] GB/T 30868 碳化硅单晶片微管密度的测定 化学腐蚀
 - [4] T/CASA 004.1—4H 碳化硅衬底及外延层缺陷 术语
 - [5] T/CASA 004.2—4H 碳化硅衬底及外延层缺陷 图谱
-