

# 团 体 标 准

T/SSDA 0X-2023

## 先进电子材料 $\alpha$ 粒子特性与缺陷分析方法

(征求意见稿)

2023-02-16 发布

2023-03-18 实施

深圳市半导体显示行业协会 发布

## 目 录

前 言 .....	3
1 范围 .....	4
2 规范性引用文件 .....	4
3 术语和定义 .....	4
4 方法原理 .....	4
5 干扰因素 .....	5
6 仪器及设备 .....	5
6.1 低本底 $\alpha$ 粒子表面辐射检测装置 .....	5
6.2 透射电子显微镜 .....	6
6.3 场发射扫描电子显微镜 .....	6
6.4 X 射线粉末衍射仪 .....	6
6.5 拉曼光谱仪 .....	6
7 试样准备 .....	6
7.1 标准样品 .....	7
7.2 测试样品 .....	7
7.3 晶体缺陷 .....	7
8 操作步骤 .....	7
8.1 样品装载 .....	7
8.2 仪器调试 .....	7
8.3 测试分析 .....	8
8.4 分析结果的计算 .....	8
8.5 工作曲线的绘制 .....	9
8.6 实验报告 .....	9

## 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。

本文件由深圳市半导体显示行业协会提出并归口。

本文件主编单位：深圳大学材料学院、深圳市计量质量检测研究院、深圳大学核技术研究所。

本文件参编单位：深圳市有嘉科技有限公司、深圳市标准技术研究院。

本文件主要起草人：邹继兆、黎晓华、赵劲来、周迎春、郭继平、张帆，孙慧斌、吴正新、胡世鹏、张春富、王超群。

本文件为首次发布。

# 先进电子材料 $\alpha$ 粒子特性与缺陷分析方法

## 1 适用范围

本文件规定了先进电子材料 $\alpha$ 粒子特性与缺陷分析的方法原理、干扰因素、仪器及设备、试样准备、操作步骤等内容。

本文件适用于半导体材料（硅、氮化镓、碳化硅等）及器件中缺陷种类、浓度及分布状态的分析，构建先进电子材料 $\alpha$ 粒子特性与缺陷的分析方法。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本团体标准的应用是必不可少。凡标注日期引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不标注日期的引用文件，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 16555 含碳、碳化硅、氮化物耐火材料化学分析方法

GB/T 22461 表面化学分析词汇

GB/T 16698-2008  $\alpha$  粒子发射率的测量 大面积正比计数管法

## 3 术语和定义

GB/T 14264、GB/T 22461、GB/T 16698-1996、GB/T 16698-2008界定的术语和定义适用于本标准。

## 4 方法原理

应用低本底 $\alpha$ 粒子表面辐射检测装置对将制备的半导体材料及器件样品的 $\alpha$ 粒子辐射量进行测量，获取样品（半导体材料及器件）能带间隙与 $\alpha$ 粒子捕获量的线性关系，结合先进精密的材料实验室检测半导体材料及器件进行缺陷（点、线、面等）种类和分布状态的方法和结果，建立缺陷种类或浓度与释放 $\alpha$ 粒子强度或分布状态的对应关系曲线，可用于建

立基于低本底 $\alpha$ 粒子的先进电子材料快速无损检测方法，具体原理如图1所示。

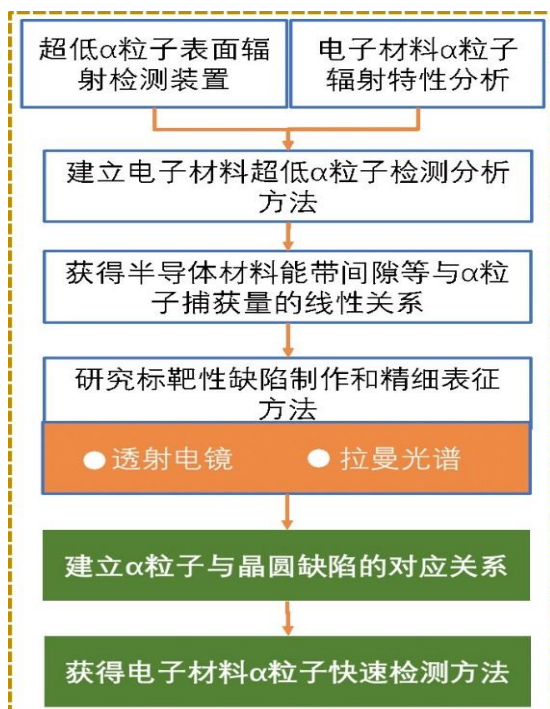


图1 先进电子材料 $\alpha$ 粒子检测分析原理示意图

## 5 干扰因素

干扰因素主要包括以下方面：

- $\alpha$ 粒子表面辐射检测装置对 $\alpha$ 本底的影响；
- 高能宇宙射线引起的脉冲信号淹没样品发射的 $\alpha$ 粒子所造成的影响；
- 电离气室内氦及其子体所带来的环境本底影响；
- 样品表面粗糙度对测量准确度的影响。

## 6 仪器及设备

### 6.1 低本底 $\alpha$ 粒子表面辐射检测装置

低本底 $\alpha$ 粒子表面辐射检测装置一般由气体电离室辐射探测器、电源系统、信号放大器与调理电子学系统、分析软件等模块组成。利用 $\alpha$ 粒子在加电场的电离气室内与工作气体的电离效应，对电子信号进行探测收集，并利用波形分析技术 $\alpha$ 粒子产生的电子信号进行甄别，实现对被测样品 $\alpha$ 粒子发射率的测量。本文件中的低本底 $\alpha$ 粒子表面辐射检测装置需能够提

供材料能带间隙等与  $\alpha$  粒子捕获量之间的线性关系，并具备相关缺陷表征分析功能。

## 6.2 透射电子显微镜

透射电子显微镜 (Transmission Electrons Microscope, TEM), 是把经加速和聚集的高能电子束投射到非常薄的样品上, 电子与样品中的原子碰撞而改变方向, 从而产生立体角散射。散射角的大小与样品的密度、厚度等相关, 因此可以形成明暗不同的影像, 影像将在放大、聚焦后在成像器件 (如荧光屏、胶片、以及感光耦合组件) 上显示出来。透射电子显微镜的分辨率非常高, 可以达到 0.1~0.2 nm, 放大倍数为几万至几百万倍。因此, 使用透射电子显微镜可以用来观察样品的精细结构, 甚至可以用于观察仅仅一列原子的结构, 可用于研究材料的化学特性、晶体方向、电子结构等。

## 6.3 场发射扫描电子显微镜

场发射扫描电子显微镜 (Field Emission Scanning Electron Microscope, FE-SEM) 是电子显微镜的一种, 是利用极细聚焦电子束冲击扫描材料表面, 通过电子束和材料表面的相互作用激发出二次电子或背散射电子等物理信号, 并通过传感器收集相关物理信号来反馈样品的表面形貌, 该设备具有超高分辨率, 能做各种固态样品表面形貌的二次电子像, 背散射电子像等。同时, 配备高性能 X 射线能谱仪后, 可以对样品表层的微区成分进行定性或半定量分析。

## 6.4 X 射线粉末衍射仪

X 射线衍射仪 (X-ray diffractometer, XRD) 通常用来研究材料的晶体结构, 物相组成以及晶粒尺寸和结晶度等。将 X 射线照射在材料表面, 当不同原子散射的 X 射线相互干涉, 在某些特殊方向上产生强 X 射线衍射时, 衍射线在空间分布的方位和强度等信息能够反映出晶体结构分布情况, 从而获得该材料内部原子分布情况。

测试条件为: Cu 靶 K $\alpha$  辐射 ( $\lambda=0.15418$  nm), Ni 滤波, 工作电压为 40 kV, 工作电流为 200 mA, 步进扫描, 扫描速度 10° /min, 扫描范围 10-80° 。

## 6.5 拉曼光谱仪

拉曼光谱仪 (Raman spectra), 是一种对与入射光频率不同的散射光谱进行分析以得到分子振动、转动方面信息, 并应用于分子结构研究的一种测试分析仪器。用于研究物质内分子振动和转动的光谱技术, 通过分析拉曼散射光得到物质结构以及物质组成成分的信息。

## 7 试样准备

## 7.1 标准样品

以单晶硅晶圆为标准样品。分布均匀性在 5% 以内，保证标准样品表面平坦光滑，样品表面粗糙度  $R_a$  小于  $0.1 \mu\text{m}$ 。

## 7.2 测试样品

通过使用高能激光、X 射线等辐照制造缺陷后的样品做为测试样品，保证空白样品表面平坦光滑，如需要可对空白样品表面进行化学腐蚀、抛光或者效果更好的机械振动抛光处理。

测试样品的表面粗糙度  $R_a$  小于  $0.1 \mu\text{m}$ 。

## 7.3 晶体缺陷

7.3.1 晶体缺陷是指晶体内部结构完整性受到破坏。按其几何形状和涉及的范围常可分成点缺陷、线缺陷和面缺陷几种主要类型。在理想完整的晶体中，原子按一定的次序严格地处在空间有规则的、周期性的格点上。但在实际的晶体中，由于晶体形成条件、原子的热运动及其它条件的影响，原子的排列不可能那样完整和规则，往往存在偏离了理想晶体结构的区域。这些与完整周期性点阵结构的偏离就是晶体中的缺陷，它破坏了晶体的对称性。

7.3.2 点缺陷是指只涉及到大约一个原子大小范围的晶格缺陷。它包括：晶格位置上缺失正常应有的质点而造成的空位；由于额外的质点充填晶格空隙而产生的填隙；由杂质成分的质点替代了晶格中固有成分质点的位置而引起的替位等。

7.3.3 线缺陷是指局部晶格沿一定的原子面发生晶格的滑移。在已滑移部分和未滑移部分晶格的分界处造成质点的错乱排列，叫做位错。位错有两种基本类型：位错线与滑移方向垂直，称刃位错，也称棱位错；位错线与滑移方向平行，则称螺旋位错。

7.3.4 面缺陷是指沿着晶格内或晶粒间的某个面两侧大约几个原子间距范围内出现的晶格缺陷。主要包括堆垛层错以及晶体内和晶体间的各种界面，如小角晶界、畴界壁、双晶界面及晶粒间界等。

## 8 操作步骤

### 8.1 样品装载

对标准样品和测试样品进行编号，分别将待测样品装入低本底  $\alpha$  粒子表面辐射检测装置的样品架，并检查确认样品是否平坦地放在样品架上，并尽可能多覆盖窗口。

### 8.2 仪器调试

按照仪器说明书开启仪器，低本底 $\alpha$ 粒子表面辐射检测装置应状态良好，以尽可能降低仪器的背景噪声。

### 8.3 测试分析

8.3.1 开启低本底 $\alpha$ 粒子表面辐射检测装置，开始测量，分别记录标准样品和测试样品的 $\alpha$ 粒子辐射量计数值。

8.3.2 对照透射电子显微镜、扫描电子显微镜、X射线衍射谱以及拉曼光谱等表征手段获得的数据，揭示高能激光、X射线及脉冲等诱导半导体材料和器件表面缺陷的形成机制，确定半导体材料及相关器件表面处理方式与形成相关缺陷种类或浓度的对应关系。扫描电子显微镜可以观察半导体材料或器件的表面形貌及元素组成，透射电子显微镜可以更直观地观察半导体材料或器件处理前后微区形貌、元素组成和缺陷的种类及分布状态，X射线衍射仪和拉曼光谱仪可以明确地看出半导体材料或器件处理前后表面晶型结构及原子振动之间的变化规律。扫描电子显微镜、X射线衍射谱以及拉曼光谱等测试手段可以从宏观以及光谱学的角度定性分析半导体材料及相关器件表面所存在的缺陷种类及分布状况。透射电子显微镜可以更加直观、系统、定量地角度来分析半导体材料及相关器件表面缺陷的种类和分布情况，后期需要对至少三个区域的透射电子显微镜的图片信息进行科学合理地收集、分析、汇总。将获得的结果与半导体材料及相关器件表面产生的 $\alpha$ 粒子辐射相关的数据进行比对，找出缺陷种类和浓度对 $\alpha$ 粒子辐射的影响规律，建立对应关系。

8.3.3 使用不同设备对步骤8.3.2中的同一被测样品和测试样品进行测试表征，分别记录测试表征的结果数据。

8.3.4 按照表1对 $\alpha$ 粒子辐射量测量结果、透射电子显微镜测量表征结果、扫描电子显微镜测量结果、X射线衍射谱以及拉曼光谱测量结果进行统计。

表1 测量结果

样品类型	样品编号	$\alpha$ 粒子辐射量计数	点缺陷测量表征结果	线缺陷测量表征结果	面缺陷测量表征结果
标准样品	样品 1				
	样品 2				
	.....				
测试样品	样品 1				
	样品 2				
	.....				

### 8.4 分析结果的计算



8.4.1 点缺陷的平均值： $\text{Mean}(\text{dot}) = (X_1 + X_2 + X_3 + \dots + X_n) / n$ ，其中  $X_1, X_2, \dots, X_n$  分别代表所选区域中点缺陷的个数， $n$  为所选区域的个数 ( $n \geq 3$ )。

8.4.2 线缺陷的平均值： $\text{Mean}(\text{line}) = (X_1 + X_2 + X_3 + \dots + X_n) / n$ ，其中  $X_1, X_2, \dots, X_n$  分别代表所选区域中线缺陷的个数， $n$  为所选区域的个数 ( $n \geq 3$ )。

8.4.3 面缺陷的平均值： $\text{Mean}(\text{planar}) = (X_1 + X_2 + X_3 + \dots + X_n) / n$ ，其中  $X_1, X_2, \dots, X_n$  分别代表所选区域中面缺陷的个数， $n$  为所选区域的个数 ( $n \geq 3$ )。

## 8.5 工作曲线的绘制

样品能带间隙与  $\alpha$  粒子辐射量之间的线性关系确定，根据 8.3.4 中的数据结果，绘制  $\alpha$  粒子辐射量计数与不同种类缺陷（点、线、面）数目平均值以及浓度之间的关系曲线。

## 8.6 实验报告

试验报告应至少包括以下内容：

——试样；

——分析结果及其表示；

——测试过程中观察到的异常现象；

——试验日期。

## 9 附则

本团体标准由深圳市半导体显示行业协会团体标准技术委员会负责解释，自发文之日起实施执行。

**【正文结束】**