



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 114594119 A

(43) 申请公布日 2022.06.07

(21) 申请号 202210080468.0

(22) 申请日 2022.01.24

(71) 申请人 中国电子产品可靠性与环境试验研究所(工业和信息化部电子第五研究所)(中国赛宝实验室)

地址 511300 广东省广州市增城区朱村街朱村大道西78号

(72) 发明人 朱刚 李子阳 张坤 黄凯 刘子莲

(74) 专利代理机构 华进联合专利商标代理有限公司 44224  
专利代理师 杜寒宇

(51) Int. Cl.

G01N 23/225 (2018.01)

G01N 23/2202 (2018.01)

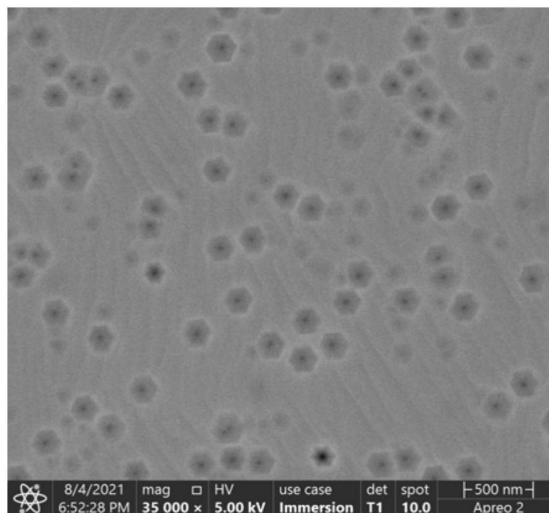
权利要求书1页 说明书8页 附图4页

(54) 发明名称

氮化镓晶体的位错情况的检测方法

(57) 摘要

本发明涉及半导体材料技术领域,特别涉及氮化镓晶体的位错情况的检测方法。该方法包括以下步骤:按照(1.1~2.9):(0.1~1.9):1的体积比混合硫酸溶液、盐酸溶液和磷酸溶液,制备混合酸液;将氮化镓样品浸没于温度为250℃~400℃的所述混合酸液中,刻蚀5min~60min,制备待观察样品;对所述待观察样品的表面进行扫描电镜分析,获取氮化镓晶体的位错情况。本发明能够通过刻蚀得到微米级或纳米级的小尺寸的位错,且可以直接、快速、准确地观察到氮化镓晶体的位错的尺寸、形态、分布、密度等进行表征,且满足常规检测条件。



1. 一种氮化镓晶体的位错情况的检测方法,其特征在于,包括以下步骤:

按照(1.1~2.9):(0.1~1.9):1的体积比混合硫酸溶液、盐酸溶液和磷酸溶液,制备混合酸液;

将氮化镓样品浸没于温度为250℃~400℃的所述混合酸液中,刻蚀5min~60min,制备待观察样品;

对所述待观察样品的表面进行扫描电镜分析,获取氮化镓晶体的位错情况。

2. 根据权利要求1所述的氮化镓外延层位错情况的检测方法,其特征在于,所述硫酸溶液、盐酸溶液和磷酸溶液的体积比为(1.2~1.5):(0.5~0.8):1。

3. 根据权利要求1所述的氮化镓晶体的位错情况的检测方法,其特征在于,所述硫酸溶液为质量分数为95%-98%的硫酸水溶液。

4. 根据权利要求1所述的氮化镓晶体的位错情况的检测方法,其特征在于,所述盐酸溶液为质量分数为36%-38%的盐酸水溶液。

5. 根据权利要求1所述的氮化镓晶体的位错情况的检测方法,其特征在于,所述磷酸溶液为质量分数不低于85%的磷酸水溶液。

6. 根据权利要求1-5任一项所述的氮化镓晶体的位错情况的检测方法,其特征在于,所述位错情况包括位错分布、位错形态、位错密度和位错尺寸。

7. 根据权利要求1-5任一项所述的氮化镓晶体的位错情况的检测方法,其特征在于,所述混合酸液的温度为250℃~350℃。

8. 根据权利要求1-5任一项所述的氮化镓晶体的位错情况的检测方法,其特征在于,所述刻蚀的时间为20min~50min。

9. 根据权利要求1-5任一项所述的氮化镓晶体的位错情况的检测方法,其特征在于,所述将氮化镓样品浸没于温度为250℃~400℃的所述混合酸液中之前,还包括对所述氮化镓晶体进行表面清洗处理的步骤。

10. 根据权利要求1-5任一项所述的氮化镓晶体的位错情况的检测方法,其特征在于,所述刻蚀后,还包括清洗和干燥的步骤。

## 氮化镓晶体的位错情况的检测方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及半导体材料技术领域,特别涉及氮化镓晶体的位错情况的检测方法。

### 背景技术

[0002] 氮化镓(GaN)是一种宽禁带的半导体材料,具有临界击穿电场强度大、饱和电子漂移速度高、介电常数小以及良好的化学稳定性等特点,能满足下一代电子装备大功率、高频率、小体积和高温工作的要求,因此氮化镓材料成为半导体行业的研究热点。

[0003] 由于大块氮化镓晶体很难获得,目前氮化镓晶体只能在Si、SiC及蓝宝石等异质衬底上外延生长,最终在衬底表面得到氮化镓外延层。由于异质生长产生的晶体点阵常数的差异,使得晶体产生点阵错配,导致氮化镓外延层表面中存在大量的位错,从而严重影响材料的性能和应用。因此,对异质生长的氮化镓晶体进行位错检测,表征氮化镓晶体中位错的尺寸、数量和分布情况,不仅可以完善氮化镓的质量评价方法,而且可以推动氮化镓的制备工艺的优化和产品质量的改善。

[0004] 传统的晶体位错的检测方法有如下几种:

[0005] 一种方法是采用聚焦离子束切割晶体,获得特定区域的样品,然后采用透射电镜观察位错的形貌。但是这种方法的样品制备过程复杂,成本高且周期长,因此不适用于常规的检测。

[0006] 还有一种方法是采用X射线衍射得到晶体物相的XRD图谱,然后对衍射图谱进行峰形拟合,得到不同衍射面的衍射峰的位置和半高宽,再作图形和多步骤的拟合,最后通过数学公式计算出位错密度。但是采用X射线衍射法无法直接观察到晶体中位错,无法对位错的类型、形态、分布等特征进行表征。

[0007] 还有一种方法是将氮化镓外延层置于KOH蚀刻液中,引入Cd-He激光器提供激光照射进行刻蚀,最后采用原子力显微镜观察位错,实现氮化镓外延层位错密度的计算。但是光辅助湿法刻蚀技术在试验过程中需要特定的光源照射,对设备和实验条件要求较高,因此也不适用于对氮化镓晶体的位错密度进行常规检测。

[0008] 还有一种方法,采用熔融的KOH和MgOH混合蚀刻液,在腐蚀温度400℃~600℃下腐蚀外延层2~4min,以获得位错密度。但是这种方法首先需要将固态的混合碱加热至熔融状态,由于加热温度较高,实际的腐蚀过程不好控制;此外,该方法对于小尺寸范围的位错腐蚀效果一般,较难腐蚀出小位错的形貌。

[0009] 还有一种方法,采用荧光显微镜观察位错凹坑反射的光形成的光斑统计位错数量。但小尺寸位错的光斑难以观测到,这种方法并不适用于小尺寸位错的检测,而且这种方法也无法对位错的形态进行观察。

### 发明内容

[0010] 基于此,本发明提供一种氮化镓晶体的位错情况的检测方法,避免上述方法的弊端,能够通过刻蚀得到微米级或纳米级的小尺寸的位错,且可以直接、快速、准确地观察到

氮化镓晶体的位错的尺寸、形态、分布、密度等进行表征,且满足常规检测条件。

[0011] 本发明的技术方案如下:

[0012] 一种氮化镓晶体的位错情况的检测方法,包括以下步骤:

[0013] 按照(1.1~2.9):(0.1~1.9):1的体积比混合硫酸溶液、盐酸溶液和磷酸溶液,制备混合酸液;

[0014] 将氮化镓样品浸没于温度为250℃~400℃的所述混合酸液中,刻蚀5min~60min,制备待观察样品;

[0015] 对所述待观察样品的表面进行扫描电镜分析,获取氮化镓晶体的位错情况。

[0016] 在其中一个实施例中,所述硫酸溶液、盐酸溶液和磷酸溶液的体积比为(1.2~1.5):(0.5~0.8):1。

[0017] 在其中一个实施例中,所述硫酸溶液为质量分数为95%-98%的硫酸水溶液。

[0018] 在其中一个实施例中,所述盐酸溶液为质量分数为36%-38%的盐酸水溶液。

[0019] 在其中一个实施例中,所述磷酸溶液为质量分数不低于85%的磷酸水溶液。

[0020] 在其中一个实施例中,所述位错情况包括位错分布、位错形态、位错密度和位错尺寸。

[0021] 在其中一个实施例中,所述混合酸液的温度为250℃~350℃。

[0022] 在其中一个实施例中,所述刻蚀的时间为20min~50min。

[0023] 在其中一个实施例中,所述将氮化镓样品浸没于温度为250℃~400℃的所述混合酸液中之前,还包括对所述氮化镓晶体进行表面清洗处理的步骤。

[0024] 在其中一个实施例中,所述表面清洗处理的方法为依次采用乙醇和水清洗所述氮化镓晶体,干燥。

[0025] 在其中一个实施例中,所述刻蚀后,还包括清洗和干燥的步骤。

[0026] 在其中一个实施例中,所述清洗的方法为依次采用乙醇和水清洗去除刻蚀物。

[0027] 与传统方案相比,本发明具有以下有益效果:

[0028] 位错是晶体中局部滑移区域的边界线,即是晶体中的一种线缺陷。它是决定金属等晶体力学性质的基本因素,也对晶体的其他许多性质(包括晶体生长)有着严重的影响。本发明借助混合酸液刻蚀,在高温下,使用混合酸液直接对氮化镓晶体进行刻蚀,然后通过扫描电子显微镜可直观观察到快速、准确地观察到微米级或纳米级的位错的尺寸、形态、分布、密度等特征,适用于小尺寸位错的表征。而且本发明所使用的观察仪器可以满足常规检测的条件,步骤简单、测试效率高、便捷性高。

## 附图说明

[0029] 图1为实施例1的氮化镓表面的位错情况的SEM图;

[0030] 图2为实施例2的氮化镓表面的位错情况的SEM图;

[0031] 图3为实施例3的刻蚀时间与位错密度关系示意图;

[0032] 图4为对比例1的氮化镓表面的位错情况的SEM图;

[0033] 图5为对比例2的氮化镓表面的位错情况的SEM图;

[0034] 图6为对比例3的氮化镓表面的位错情况的SEM图;

[0035] 图7为对比例4的氮化镓表面的位错情况的SEM图。

## 具体实施方式

[0036] 以下结合具体实施例对本发明作进一步详细的说明。本发明可以以许多不同的形式来实现,并不限于本文所描述的实施方式。相反地,提供这些实施方式的目的是使对本发明公开内容理解更加透彻全面。

[0037] 除非另有定义,本文所使用的所有的技术和科学术语与属于本发明的技术领域的技术人员通常理解的含义相同。本文中在本发明的说明书中所使用的术语只是为了描述具体的实施例的目的,不是旨在于限制本发明。

[0038] 术语

[0039] 除非另外说明或存在矛盾之处,本文中使用的术语或短语具有以下含义:

[0040] 本发明中,所使用的术语“和/或”、“或/和”、“及/或”的可选范围包括两个或两个以上相关所列项目中任一个项目,也包括相关所列项目的任意的和所有的组合,所述任意的和所有的组合包括任意的两个相关所列项目、任意的更多个相关所列项目、或者全部相关所列项目的组合。

[0041] 本发明中,“一种或几种”指所列项目的任一种、任两种或任两种以上。其中,“几种”指任两种或任两种以上。

[0042] 本发明中,所使用的“其组合”、“其任意组合”、“其任意组合方式”等中包括所列项目中任两个或任两个以上项目的所有合适的组合方式。

[0043] 本发明中,“可选地”、“可选的”、“可选”,指可有可无,也即指选自“有”或“无”两种并列方案中的任一种。如果一个技术方案中出现多处“可选”,如无特别说明,且无矛盾之处或相互制约关系,则每项“可选”各自独立。

[0044] 本发明中,“优选”仅为描述效果更好的实施方式或实施例,应当理解,并不构成对本发明保护范围的限制。

[0045] 本发明中,以开放式描述的技术特征中,包括所列举特征组成的封闭式技术方案,也包括包含所列举特征的开放式技术方案。

[0046] 本发明中,涉及到数值区间,如无特别说明,则包括数值区间的两个端点。

[0047] 本发明中,涉及到百分比含量,如无特别说明,对于固液混合和固相-固相混合均指质量百分比,对于液相-液相混合指体积百分比。

[0048] 本发明中,涉及到百分比浓度,如无特别说明,均指终浓度。所述终浓度,指添加成分在添加该成分后的体系中的占比。

[0049] 本发明中,涉及到温度参数,如无特别限定,既允许为恒温处理,也允许在一定温度区间内进行处理。所述的恒温处理允许温度在仪器控制的精度范围内进行波动。

[0050] 传统的晶体位错的检测方法有如下几种:

[0051] 一种方法是采用聚焦离子束切割晶体,获得特定区域的样品,然后采用透射电镜观察位错的形貌。但是这种方法样品制备过程复杂,成本高且周期长。因此不适用于常规的检测。

[0052] 还有一种方法是采用X射线衍射得到晶体物相的XRD图谱,然后对衍射图谱进行峰形拟合,得到不同衍射面的衍射峰的位置和半高宽,再作图形和多步骤的拟合,最后通过数学公式计算出位错密度。但是采用X射线衍射法无法直接观察到晶体中位错,无法对位错的类型、形态、分布等特征进行表征。

[0053] 还有一种方法是将氮化镓外延层置于KOH蚀刻液中,引入Cd-He激光器提供激光照射进行刻蚀,最后采用原子力显微镜观察位错,实现氮化镓外延层位错密度的计算。但是光辅助湿法刻蚀技术在试验过程中需要特定的光源照射,对设备和实验条件要求较高,因此也不适用于对氮化镓晶体的位错密度进行常规检测。

[0054] 还有一种方法,采用熔融的KOH和MgOH混合蚀刻液,在腐蚀温度400℃~600℃下腐蚀外延层2~4min,以获得位错密度。但是这种方法首先需要将固态的混合碱加热至熔融状态,由于加热温度较高,实际的腐蚀过程不好控制;此外,该方法对于小尺寸范围的位错腐蚀效果一般,较难腐蚀出小位错的形貌。

[0055] 还有一种方法,采用荧光显微镜观察位错凹坑反射的光形成的光斑统计位错数量。但小尺寸位错的光斑难以观测到,这种方法并不适用于小尺寸位错的检测,而且这种方法也无法对位错的形态进行观察。

[0056] 本发明提供一种氮化镓晶体的位错情况的检测方法,避免上述方法的弊端,技术方案为:

[0057] 一种氮化镓晶体的位错情况的检测方法,包括以下步骤:

[0058] 按照(1.1~2.9):(0.1~1.9):1的体积比混合硫酸溶液、盐酸溶液和磷酸溶液,制备混合酸液;

[0059] 将氮化镓样品浸没于温度为250℃~400℃的所述混合酸液中,刻蚀5min~60min,制备待观察样品;

[0060] 对所述待观察样品的表面进行扫描电镜分析,获取氮化镓晶体的位错情况。

[0061] 位错是晶体中局部滑移区域的边界线,即是晶体中的一种线缺陷。它是决定金属等晶体力学性质的基本因素,也对晶体的其他许多性质(包括晶体生长)有着严重的影响。本发明借助混合酸液刻蚀,在高温下,使用混合酸液直接对氮化镓晶体进行刻蚀,然后通过扫描电子显微镜可直观观察到快速、准确地观察到微米级或纳米级的位错的尺寸、形态、分布、密度等特征,适用于小尺寸位错的表征。而且本发明所使用的观察仪器可以满足常规检测的条件,步骤简单、测试效率高、便捷性高。

[0062] 本发明中,所述位错情况包括位错分布、位错形态、位错密度和位错尺寸。

[0063] 本发明中,混合酸液的组成、混合酸液的温度和刻蚀的时间,均影响小尺寸位错的露头处(腐蚀坑)能否通过扫描电镜观测到。

[0064] 其中,混合酸液由体积比为(1.1~2.9):(0.1~1.9):1的硫酸溶液、盐酸溶液和磷酸溶液混合而成。可以理解地,硫酸溶液、盐酸溶液和磷酸溶液的体积比包括但不限于1.1:1.9:1、1.1:1.5:1、1.1:1:1、1.1:0.5:1、1.1:0.1:1、1.5:1.9:1、1.5:1.5:1、1.5:1:1、1.5:0.5:1、1.5:0.1:1、2:1.9:1、2:1.5:1、2:1:1、2:0.5:1、2:0.1:1、2.5:1.9:1、2.5:1.5:1、2.5:1:1、2.5:0.5:1、2.5:0.1:1、2.9:1.9:1、2.9:1.5:1、2.9:1:1、2.9:0.5:1、2.9:0.1:1等。优选地,所述硫酸溶液、盐酸溶液和磷酸溶液的体积比为(1.2~1.5):(0.5~0.8):1。包括但不限于1.2:0.8:1、1.2:0.7:1、1.2:0.6:1、1.2:0.5:1、1.3:0.8:1、1.3:0.7:1、1.3:0.6:1、1.3:0.5:1、1.4:0.8:1、1.4:0.7:1、1.4:0.6:1、1.4:0.5:1、1.5:0.8:1、1.5:0.7:1、1.5:0.6:1、1.5:0.5:1。更优选地,所述硫酸溶液、盐酸溶液和磷酸溶液的体积比为1.2:0.8:1或1.3:0.7:1或1.4:0.6:1或1.5:0.5:1。

[0065] 相对于单独使用硫酸溶液、盐酸和磷酸溶液,使用混合酸溶液能够刻蚀小尺寸位

错,适用于小尺寸位错的表征。

[0066] 可选地,所述硫酸溶液为质量分数为95%-98%的硫酸水溶液。

[0067] 可选地,所述盐酸溶液为质量分数为36%-38%的盐酸水溶液。

[0068] 可选地,所述磷酸溶液为质量分数不低于85%的磷酸水溶液。

[0069] 制备混合酸液后,将氮化镓样品浸没于温度为250℃~400℃的所述混合酸液中,刻蚀5min~60min。可以理解地,可以先将混合酸液的温度升高至250℃~400℃,再放入氮化镓晶体,也可以先将氮化镓样品浸没至混合酸液中,再升温至250℃~400℃。进一步可以理解地,刻蚀过程中,混合酸液一直保持在250℃~400℃。

[0070] 在一个实施例中,先将混合酸液的温度升高至250℃~400℃,保温2min~10min后,再放入氮化镓晶体,将氮化镓样品浸没于所述混合酸液中。

[0071] 优选地,所述混合酸液的温度为250℃~350℃。更优选地,所述混合酸液的温度为280℃~320℃。

[0072] 优选地,所述刻蚀的时间为20min~50min。更优选地,述刻蚀的时间为35min~45min。

[0073] 可选地,所述将氮化镓样品浸没于温度为250℃~400℃的所述混合酸液中之前,还包括对所述氮化镓晶体进行表面清洗处理的步骤。

[0074] 在一个实施例中,所述表面清洗处理的方法为依次采用乙醇和水清洗所述氮化镓晶体,干燥。可以理解地,干燥的方法包括但不限于用吹风机吹干。

[0075] 可选地,所述刻蚀后,还包括清洗和干燥的步骤。

[0076] 在一个实施例中,所述清洗的方法为依次采用乙醇和水清洗去除刻蚀物,干燥。可以理解地,干燥的方法包括但不限于用吹风机吹干。

[0077] 本发明可以快速对氮化镓外延层中的晶体位错进行检测,准确地研究氮化镓外延层的晶体位错形貌、分布和测定位错密度。对晶体生长的质量评估、可靠性评估和失效分析等方面也具有较大的应用前景。此外,本发明测试成本较低,测试步骤简单,测试效率高,具有较大的应用价值。

[0078] 以下结合具体实施例和对比例进行进一步说明,以下具体实施例中所涉及的原料,若无特殊说明,均可来源于市售,所使用的仪器,若无特殊说明,均可来源于市售,所涉及到的工艺,如无特殊说明,均为本领域技术人员常规选择。

[0079] 其中,硫酸溶液的浓度为95%-98%,来源于广东广试试剂科技有限公司;盐酸溶液的浓度为36%-38%,来源于广东广试试剂科技有限公司;磷酸溶液的浓度不低于85%,来源于广东广试试剂科技有限公司。

[0080] 实施例1

[0081] 本实施例提供一种氮化镓晶体的位错情况的检测方法,步骤如下:

[0082] 1、依次采用乙醇和去离子水清洗氮化镓样品,然后用吹风机吹干样品备用。

[0083] 2、配置体积比为1.5:0.5:1的硫酸溶液、盐酸溶液和磷酸溶液的混合酸液,

[0084] 将配置好的混合酸液倒入烧杯中,并放在恒温加热搅拌器中加热至300℃,保温5min,将氮化镓样品放入所述混合酸液中,在300℃下刻蚀20min。

[0085] 3、将刻蚀后的样品依次采用乙醇和去离子水清洗,去除刻蚀物,干燥,得待观察样品。

[0086] 4、采用扫描电子显微镜 (SEM) 对所述待观察样品进行观察, 获取所述氮化镓晶体的位错特征, 如图1所示。从图1中, 可直观地观察到氮化镓晶体的真实的形态, 了解位错分布、位错形态、位错密度和位错尺寸。本实施例中, 位错坑的尺寸约为200nm-250nm, 位错坑的外围呈六边形, 坑的形状主要为倒置的六棱锥。对图1中的位错进行位错密度计算, 结果为 $7.97 \times 10^8$ 个/cm<sup>2</sup>。

[0087] 实施例2

[0088] 本实施例提供一种氮化镓晶体的位错情况的检测方法, 步骤如下:

[0089] 1、依次采用乙醇和去离子水清洗与实施例1相同的氮化镓样品, 然后用吹风机吹干样品备用。

[0090] 2、配置体积比为1.2:0.8:1的硫酸溶液、盐酸溶液和磷酸溶液的混合酸液。

[0091] 将配置好的混合酸液倒入烧杯中, 并放在恒温加热搅拌器中加热至400℃, 保温10min, 将氮化镓样品放入所述混合酸液中, 在400℃下刻蚀30min。

[0092] 3、将刻蚀后的样品依次采用乙醇和去离子水清洗, 去除刻蚀物, 干燥, 得待观察样品。

[0093] 4、采用扫描电子显微镜 (SEM) 对所述待观察样品进行观察, 获取所述氮化镓晶体的位错特征, 如图2所示。对图2中的位错进行位错密度计算, 结果为 $9.70 \times 10^8$ 个/cm<sup>2</sup>。

[0094] 实施例3

[0095] 本实施例提供一种氮化镓晶体的位错情况的检测方法, 步骤如下:

[0096] 1、平行取7份与实施例1相同的氮化镓样品, 依次采用乙醇和去离子水清洗氮化镓样品, 然后用吹风机吹干样品备用。

[0097] 2、平行配置7份体积比为1:1:1的硫酸溶液、盐酸溶液和磷酸溶液的混合酸液。

[0098] 将配置好的7份混合酸液分别倒入烧杯中, 并放在恒温加热搅拌器中加热至300℃, 保温10min, 将7份氮化镓样品分别放入7份所述混合酸液中, 7份分别在300℃下刻蚀5min、10min、20min、30min、40min、50min、60min。

[0099] 3、将刻蚀后的样品依次采用乙醇和去离子水清洗, 去除刻蚀物, 干燥, 得7份待观察样品。

[0100] 4、采用扫描电子显微镜 (SEM) 对所述待观察样品进行观察, 获取7份所述氮化镓晶体的位错特征。根据SEM图中的位错计算7份位错密度。

[0101] 绘制氮化镓晶体的位错密度随刻蚀时间变化的曲线, 如图3所示。从图3可知, 氮化镓晶体的位错密度随刻蚀时间的增加, 呈先增大后减小, 其可能的原因为: 由于不同类型的位错刻蚀的难易程度不一, 在初始刻蚀阶段, 位错密度会随着刻蚀时间增加而增加; 而刻蚀时间过长, 会导致基体被腐蚀, 位错坑形貌逐渐被覆盖, 位错密度下降。刻蚀30min能够观察到较多的位错露出点, 说明该刻蚀时间较佳。

[0102] 对比例1

[0103] 本对比例提供一种氮化镓晶体的位错情况的检测方法, 与实施例1的主要区别在于: 使用混合酸液中各成分体积比不同, 步骤如下:

[0104] 1、依次采用乙醇和去离子水清洗与实施例1相同的氮化镓样品, 然后用吹风机吹干样品备用。

[0105] 2、配置体积比为0.5:0.5:2的硫酸溶液、盐酸溶液和磷酸溶液的混合酸液。



[0106] 将配置好的混合酸液倒入烧杯中,并放在恒温加热搅拌器中加热至300℃,保温5min,将氮化镓样品放入所述混合酸液中,在300℃下刻蚀20min。

[0107] 3、将刻蚀后的样品依次采用乙醇和去离子水清洗,去除刻蚀物,干燥,得待观察样品。

[0108] 4、采用扫描电子显微镜(SEM)对所述待观察样品进行观察,获取所述氮化镓晶体的位错特征,如图4所示。从图4中可以看出,位错呈现圆形的小点状,未能准确反馈氮化镓位错的形貌。

[0109] 对比例2

[0110] 本对比例提供一种氮化镓晶体的位错情况的检测方法,与实施例1的主要区别在于:使用混合酸液中各成分体积比不同,步骤如下:

[0111] 1、依次采用乙醇和去离子水清洗与实施例1相同的氮化镓样品,然后用吹风机吹干样品备用。

[0112] 2、配置体积比为1:1:2的硫酸溶液、盐酸溶液和磷酸溶液的混合酸液。

[0113] 将配置好的混合酸液倒入烧杯中,并放在恒温加热搅拌器中加热至300℃,保温5min,将氮化镓样品放入所述混合酸液中,在300℃下刻蚀20min。

[0114] 3、将刻蚀后的样品依次采用乙醇和去离子水清洗,去除刻蚀物,干燥,得待观察样品。

[0115] 4、采用扫描电子显微镜(SEM)对所述待观察样品进行观察,获取所述氮化镓晶体的位错特征,如图5所示。从图5中可以看出位错呈现小点状,位错的数量较少。

[0116] 对比例3

[0117] 本对比例提供一种氮化镓晶体的位错情况的检测方法,与实施例1的主要区别在于:使用磷酸代替混合酸液,步骤如下:

[0118] 1、依次采用乙醇和去离子水清洗与实施例1相同的氮化镓样品,然后用吹风机吹干样品备用。

[0119] 2、将磷酸溶液倒入烧杯中,并放在恒温加热搅拌器中加热至300℃,保温5min,将氮化镓样品放入所述磷酸溶液中,在300℃下刻蚀20min。

[0120] 3、将刻蚀后的样品依次采用乙醇和去离子水清洗,去除刻蚀物,干燥,得待观察样品。

[0121] 4、采用扫描电子显微镜(SEM)对所述待观察样品进行观察,获取所述氮化镓晶体的位错特征,如图6所示。从图6中未观察到明显的位错形貌。

[0122] 对比例4

[0123] 本对比例提供一种氮化镓晶体的位错情况的检测方法,与实施例1的主要区别在于:使用硫酸代替混合酸液,步骤如下:

[0124] 1、依次采用乙醇和去离子水清洗与实施例1相同的氮化镓样品,然后用吹风机吹干样品备用。

[0125] 2、将硫酸溶液倒入烧杯中,并放在恒温加热搅拌器中加热至300℃,保温5min,将氮化镓样品放入所述硫酸溶液中,在300℃下刻蚀20min。

[0126] 3、将刻蚀后的样品依次采用乙醇和去离子水清洗,去除刻蚀物,干燥,得待观察样品。

[0127] 4、采用扫描电子显微镜(SEM)对所述待观察样品进行观察,获取所述氮化镓晶体的位错特征,如图7所示。从图7中未观察到明显的位错形貌。

[0128] 以上所述实施例的各技术特征可以进行任意的组合,为使描述简洁,未对上述实施例中的各个技术特征所有可能的组合都进行描述,然而,只要这些技术特征的组合不存在矛盾,都应当认为是本说明书记载的范围。

[0129] 以上所述实施例仅表达了本发明的几种实施方式,其描述较为具体和详细,但并不能因此而理解为对发明专利范围的限制。应当指出的是,对于本领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明构思的前提下,还可以做出若干变形和改进,这些都属于本发明的保护范围。因此,发明专利的保护范围应以所附权利要求为准。

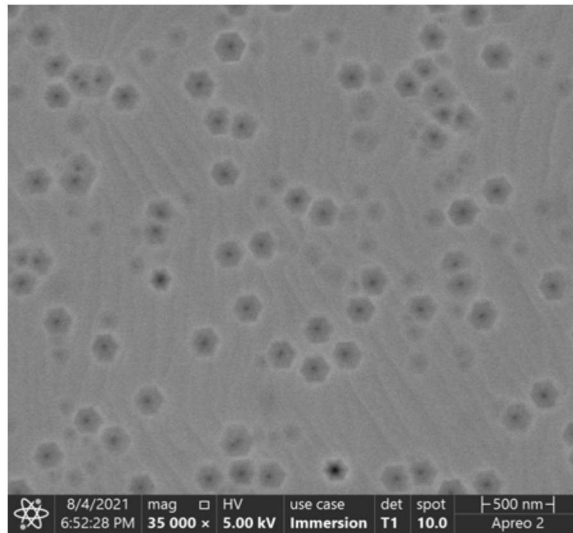


图1

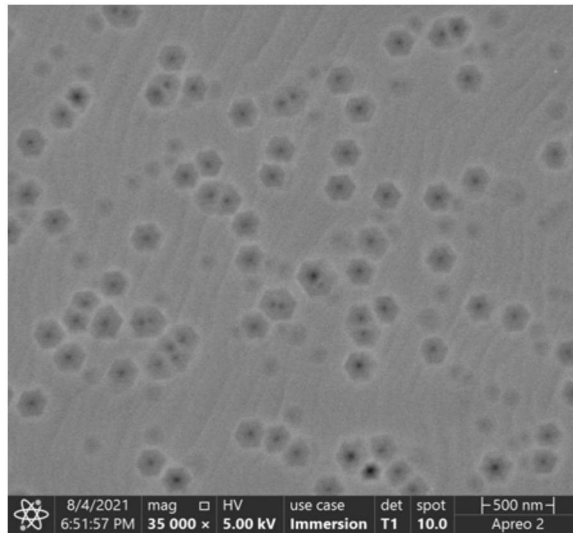


图2

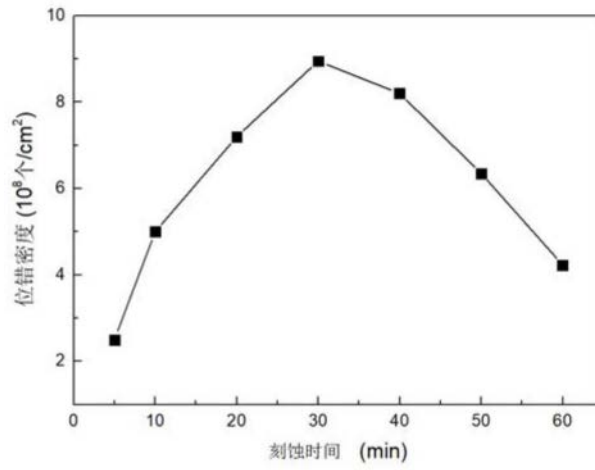


图3

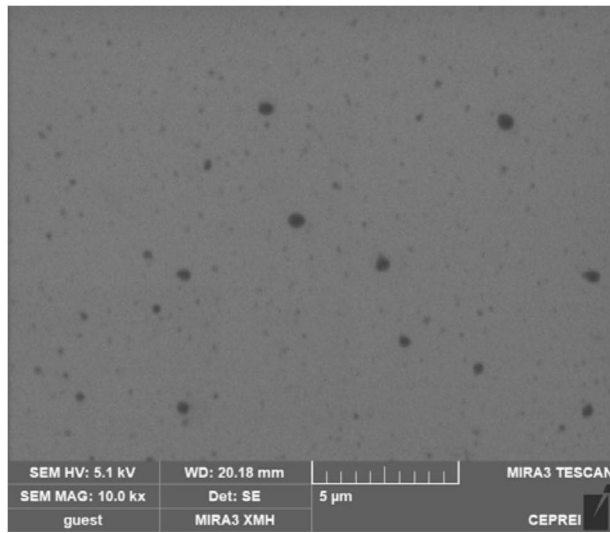


图4

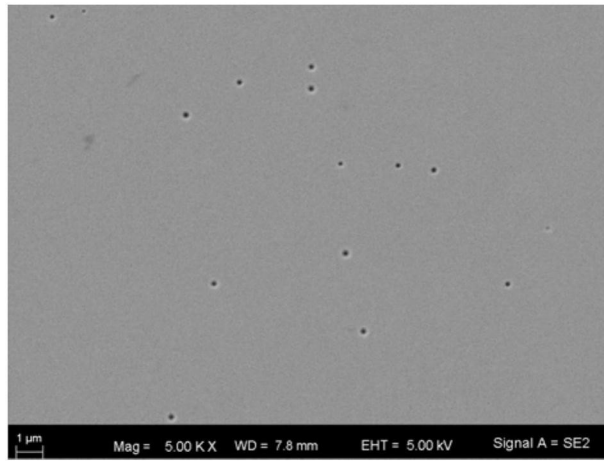


图5

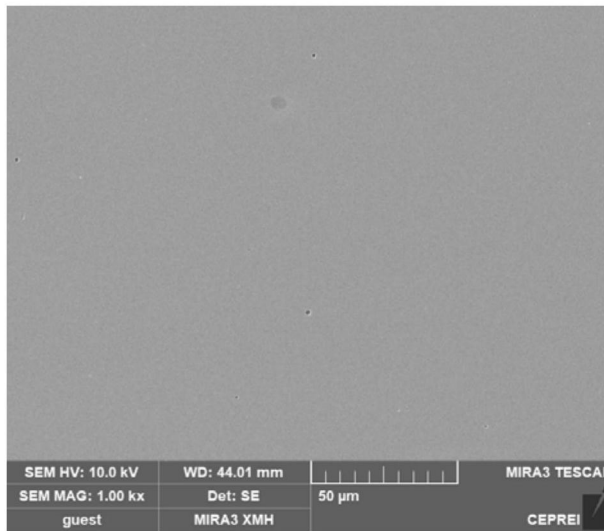


图6

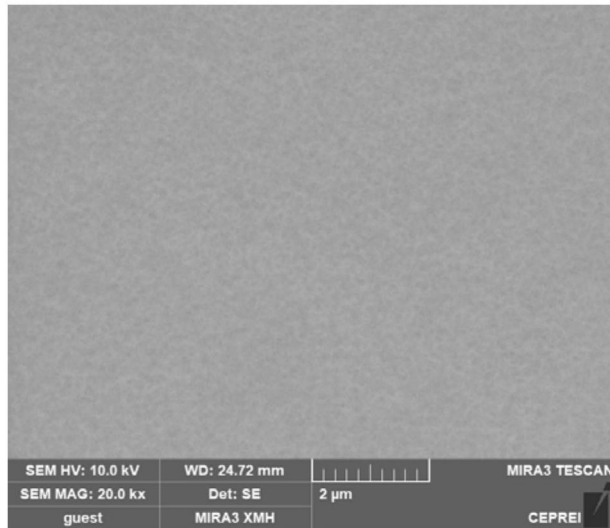


图7