



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104502351 A

(43) 申请公布日 2015. 04. 08

(21) 申请号 201410548619. 6

(22) 申请日 2014. 10. 16

(71) 申请人 广东德豪润达电气股份有限公司  
地址 519085 广东省珠海市唐家湾镇金凤路  
1 号

(72) 发明人 陈刚毅 梅劲

(74) 专利代理机构 广东秉德律师事务所 44291  
代理人 杨焕军

(51) Int. Cl.  
G01N 21/88(2006. 01)  
G01N 21/64(2006. 01)

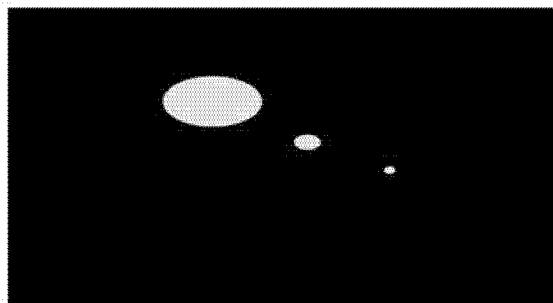
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54) 发明名称

一种 GaN 基外延材料位错缺陷的测定方法

(57) 摘要

一种 GaN 基外延材料位错缺陷的测定方法, 步骤如下: 将磷酸溶液或者磷酸和硫酸的混合溶液加热至溶液沸腾; 将氮化镓样品放入沸腾的酸中腐蚀 20 ~ 30 分钟; 取出样品, 将样品进行化学清洗并干燥; 采用荧光显微镜观察样品, 将荧光显微镜的光源转换到强光源, 并设为暗场模式, 目镜中观察到的材料表面呈现黑色, 由于位错形成的不同大小的凹坑的斜面和底部反射入射光, 形成大小不同的光斑, 统计样品上光斑的数量, 得到不同位错总数, 将相应的位错总数除以该放大倍数下的观察面积, 得到对应的位错密度。本发明利用沸腾的酸类化学品刻蚀结合暗场荧光显微镜技术, 利用强光源在暗场条件下光在不同位错缺陷位置呈现出的不同大小的光斑, 可对位错进行测定。



1. 一种 GaN 基外延材料位错缺陷的测定方法,其特征在于,包括以下步骤:

步骤一、将磷酸溶液或者磷酸和硫酸的混合溶液加热至溶液沸腾;

步骤二、将氮化镓样品放入沸腾的酸中腐蚀 20 ~ 30 分钟;

步骤三、取出样品,将样品进行化学清洗并干燥;

步骤四、采用荧光显微镜观察样品,将荧光显微镜的光源转换到强光源,并设为暗场模式,目镜中观察到的材料表面呈现黑色,由于位错形成的不同大小的凹坑的斜面和底部反射入射光,形成大小不同的光斑,统计样品上光斑的数量,得到不同位错总数,将相应的位错总数除以该放大倍数下的观察面积,得到对应的位错密度。

2. 如权利要求 1 所述的 GaN 基外延材料位错缺陷的测定方法,其特征在于:步骤一中溶液的加热温度为 160 ~ 200°C。

3. 如权利要求 1 或 2 所述的 GaN 基外延材料位错缺陷的测定方法,其特征在于:步骤一中采用磷酸和硫酸的混合溶液时,磷酸的体积百分比是 50% ~ 99%,剩余为硫酸。

4. 如权利要求 1 所述的 GaN 基外延材料位错缺陷的测定方法,其特征在于:步骤四中荧光显微镜观察到的图片中,较大的为中空位错,较小的为螺位错,最小的为刃位错。

5. 如权利要求 1 所述的 GaN 基外延材料位错缺陷的测定方法,其特征在于:所述荧光显微镜的光源为卤素灯或波长小于 405nm 的激光。

6. 如权利要求 1 所述的 GaN 基外延材料位错缺陷的测定方法,其特征在于:所述荧光显微镜的物镜的倍数为 5 倍。

7. 如权利要求 1 所述的 GaN 基外延材料位错缺陷的测定方法,其特征在于:步骤四中,通过荧光 CCD 将图像导出,在导出的图片上人工或采用软件统计样品的位错数。

8. 如权利要求 1 所述的 GaN 基外延材料位错缺陷的测定方法,其特征在于:步骤二中氮化镓样品在沸腾的酸中刻蚀的时间为 30 分钟。

## 一种 GaN 基外延材料位错缺陷的测定方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于半导体材料位错观测和表征领域,尤其涉及一种氮化镓 (GaN) 基外延生长材料的位错缺陷类型的观测及其密度的测定方法。

### 背景技术

[0002] 由于缺乏适用于大规模生产的同质化衬底,氮化物半导体发光外延层普遍使用异质化衬底,如蓝宝石 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )、SiC 或者 Si 等。由于晶格常数及热膨胀系数的失配,会导致氮化物外延层内有  $10^7 \sim 10^9/\text{cm}^2$  的位错贯穿整个外延层。由于位错大小远小于可见光波长,通常能够直接观测到贯穿位错并判定其类型的检测方法只有透射电子显微镜技术 (TEM),但该技术的局限性在于昂贵的 TEM 设备及维护投入,复杂的 TEM 薄膜样品制备技术及有限的观测区域范围,不适于生产中所需的快速检测反馈机制。

[0003] 目前常用的间接测量位错密度的方法是通过 x 射线衍射技术 (XRD) 对样品表面进行很小区域的扫描,通过测量特定晶面 (如 102 或者 002 晶面) 的半峰宽,对比以往的经验数据估算出对应的位错密度。但该技术的局限性在于检测区域小,估算精确度低,无法检测出具有特定特性的线位错,如可能导致漏电流的空心线缺陷。

[0004] 公开号为 CN103487453A 的中国发明专利申请公开了一种异质外延生长的氮化镓位错密度测定方法,利用高温熔融氢氧化钾对氮化镓外延膜进行刻蚀,辅以扫描电子显微镜和原子力显微镜技术研究氮化镓外延膜表面位错类型及其分布和测定位错密度。但该方法存在以下不足:首先,需要将外延材料在强碱性液体中加热到极高的温度 ( $400 \sim 600$  度),操作上存在安全隐患,而且一般加热装置较难达到所需温度;其次,扫描电镜和原子力显微镜的观测区域较小,很难对产业中大尺寸材料进行缺陷分布分析,而且观测设备较昂贵,需要专业人员操作。

### 发明内容

[0005] 本发明的目的是提供一种 GaN 基外延材料位错缺陷的测定方法,可以简易直观的观测氮化镓外延膜表面位错类型及分布和计算位错密度。

[0006] 为了实现上述目的,本发明采取如下的技术方案:

[0007] 一种 GaN 基外延材料位错缺陷的测定方法,包括以下步骤:

[0008] 步骤一、将磷酸溶液或者磷酸和硫酸的混合溶液加热至溶液沸腾;

[0009] 步骤二、将氮化镓样品放入沸腾的酸中腐蚀  $20 \sim 30$  分钟;

[0010] 步骤三、取出样品,将样品进行化学清洗并干燥;

[0011] 步骤四、采用荧光显微镜观察样品,将荧光显微镜的光源转换到强光源,并设为暗场模式,目镜中观察到的材料表面呈现黑色,由于位错形成的不同大小的凹坑的斜面和底部反射入射光,形成大小不同的光斑,统计样品上光斑的数量,得到不同位错总数,将相应的位错总数除以该放大倍数下的观察面积,得到对应的位错密度。

[0012] 本发明进一步的技术方案为:步骤一中溶液的加热温度为  $160 \sim 200^\circ\text{C}$ 。

[0013] 本发明进一步的技术方案为：步骤一中采用磷酸和硫酸的混合溶液时，磷酸的体积百分比是 50%~99%，剩余为硫酸。

[0014] 本发明进一步的技术方案为：步骤四中荧光显微镜观察到的图片中，较大的为中空位错，较小的为螺位错，最小的为刃位错。

[0015] 本发明进一步的技术方案为：所述荧光显微镜的光源为卤素灯或波长小于 405nm 的激光。

[0016] 本发明进一步的技术方案为：所述荧光显微镜的物镜的倍数为 5 倍。

[0017] 本发明进一步的技术方案为：步骤四中，通过荧光 CCD 将图像导出，在导出的图片上人工或采用软件统计样品的位错数。

[0018] 本发明进一步的技术方案为：步骤二中氮化镓样品在沸腾的酸中刻蚀的时间为 30 分钟。

[0019] 由以上技术方案可知，本发明方法利用沸腾的酸类化学品刻蚀结合暗场荧光显微镜技术，利用强光源在暗场条件下光在不同位错缺陷位置呈现出的不同大小的光斑，即可对位错进行测定，本方法对位错腐蚀条件要求较低，操作安全较易得到保障，而且还可利用一般图像处理软件进行自动计数，便于对较大区域和面积进行检测统计，对操作人员要求低，可以简易直观的观测氮化镓外延膜表面位错类型及分布和计算位错密度。

## 附图说明

[0020] 为了更清楚地说明本发明实施例，下面将对实施例或现有技术描述中所需要使用的附图做简单介绍，显而易见地，下面描述中的附图仅仅是本发明的一些实施例，对于本领域普通技术人员来讲，在不付出创造性劳动的前提下，还可以根据这些附图获得其他的附图。

[0021] 图 1 为本发明实施例采用酸液腐蚀后样品的位错侧视示意图；

[0022] 图 2 为本发明实施例采用酸液腐蚀后不同的位错在显微镜暗场模式下的光斑大小；

[0023] 图 3 为漏电流良率和中空缺陷密度对应关系图。

[0024] 以下结合附图对本发明的具体实施方式作进一步详细地说明。

## 具体实施方式

[0025] 本发明采用沸腾的酸类化学品刻蚀氮化镓样品，采用荧光显微镜观测样品的位错情况，可以对许多不同衬底上制备得到的氮化镓膜进行位错类型判定和分析，例如：蓝宝石、SiC、Si、LiAlO<sub>2</sub>、LiGaO<sub>2</sub>、镁铝尖晶石等。

[0026] 本发明方法的步骤如下：

[0027] 将磷酸溶液或者磷酸和硫酸的混合溶液置于耐酸腐蚀塑料容器中，加热至 160~200℃，使溶液沸腾；采用磷酸和硫酸的混合溶液时，磷酸的体积百分比是 50%~99%，剩余为硫酸，优选的，磷酸的体积百分比为 80%~99%；

[0028] 将氮化镓样品放入沸腾的酸中腐蚀 20~30 分钟；

[0029] 取出样品，将样品进行化学清洗并干燥；

[0030] 采用荧光显微镜观察样品，将荧光显微镜的光源转换到强光源，如卤素灯或波长

小于 405nm 的激光,并将模式转换为暗场模式,在此种操作模式下,目镜中观察到的材料表面呈现黑色,而由位错形成的不同大小的凹坑的斜面和底部由于反射入射光,形成大小不同的光斑,腐蚀后表面凹坑越大,光斑越大;

[0031] 统计样品单位面积的位错数量(光斑数),可人工或者利用电脑软件对特定放大倍数下的图像进行错位计数,得到不同位错总数,除以该放大倍数下的观察面积即得到位错密度。

[0032] 如图 1 和图 2 所示,采用酸液腐蚀样品后,在荧光显微镜下通常可以观测到样品上有三种大小的光斑,其中,较大的为中空位错,较小的为螺位错,最小的为刃位错。观测到光斑后,统计观察面积上的光斑数量,即可计算出单位面积的位错数,即位错密度。同时还可通过荧光 CCD 将图像导出,使用图形处理软件,在软件上进行观测及位错密度的测定。

[0033] 下面通过一个具体实施例对本发明的方法进行详细说明。

[0034] 步骤一、在可以加热的酸洗槽中加入工业用磷酸,将磷酸加热至沸腾,温度大约为 180 ~ 200℃;

[0035] 步骤二、将待腐蚀的氮化镓外延片装入花篮中,盖上半开放的顶盖,以防止外延片在酸液中浮起而滑落至酸洗槽中,将装有氮化镓外延片的花篮放入酸已沸腾的酸洗槽中进行腐蚀,腐蚀时间为 30 分钟;

[0036] 步骤三、将花篮取出,对腐蚀后的外延片进行常规化学清洗,依次用丙酮、乙醇和去离子水冲洗 10 分钟,最后用高纯氮气吹干,以去除样品表面的沾污;

[0037] 步骤四、将外延片置于荧光显微镜载物台上,使用高强度光源,并将模式设置为暗场模式,可以看到观测区域内不同大小的白色光斑,利用肉眼数出大光斑的个数,然后除以放大倍数下的观测面积,得出该缺陷的密度。物镜倍数越低,观测面积越大,得到的缺陷密度越准确,可设置最低倍数的物镜,通常是 5X。

[0038] 或者将光信号切换到荧光 CCD 摄像机接收,将观测图像导出,打开图像处理软件,调整对比度,并保存照片,对图片进行观测,照片中光斑直径最大的为中空位错。

[0039] 将样品的中空缺陷密度与对应的外延批次产品的漏电流良率进行对比作图,如图 3 所示,由图 3 可看出,产品的中空缺陷密度越大,相应外延批次做成芯片产品的漏电流良率越低,利用此方法即可监控不同批次的外延是否会出现漏电流良率低的问题。

[0040] 本发明的腐蚀条件较低,安全性高;检测设备较简单,设备购置及维护成本较低,操作简单,可以利用软件代替人员进行计数,适用于氮化镓半导体生产企业中的监控及反馈,以及时筛选出能造成器件性能隐患的不良外延,提高产品良率。

[0041] 以上实施例仅用以说明本发明的技术方案而非对其限制,尽管参照上述实施例对本发明进行了详细的说明,所属领域的普通技术人员应当理解,依然可以对本发明的具体实施方式进行修改或者等同替换,而未脱离本发明精神和范围的任何修改或者等同替换,其均应涵盖在本发明的权利要求范围之内。

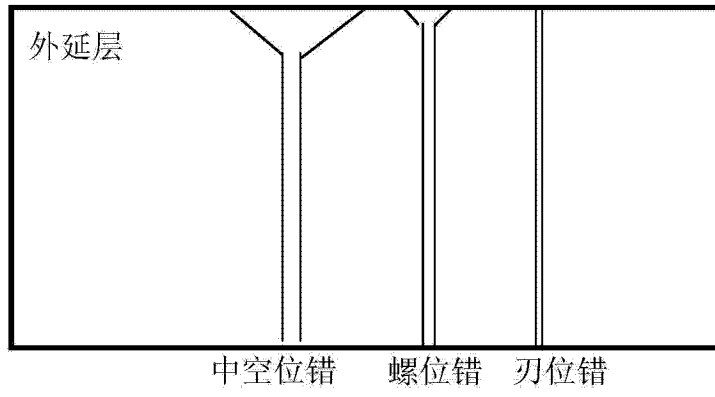


图 1

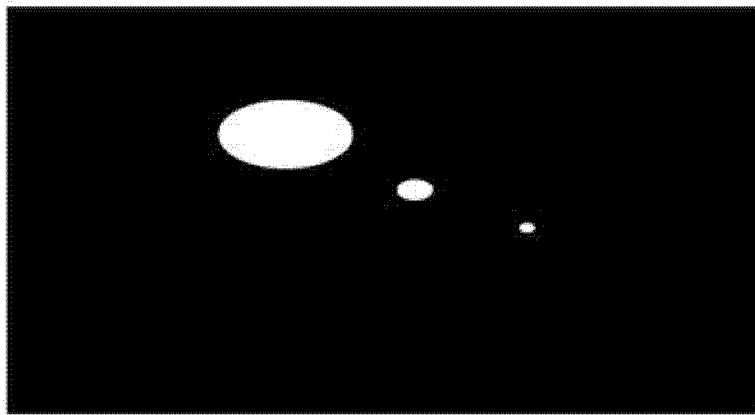


图 2

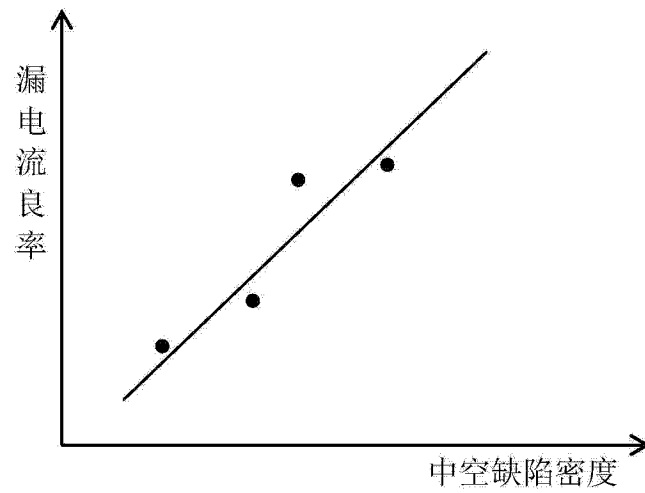


图 3