

T/CWDPA

团 体 标 准

T/CWDPA XXXX—XXXX

电子级多晶硅晶格缺陷密度评价指南

Guide for evaluating defect density in electron-grade polysilicon lattices

2026-XX-XX 发布

2026-XX-XX 实施

中国西部开发促进会 发 布

目 次

前 言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 方法概要 1

5 试剂和材料 1

6 仪器和设备 2

7 试样制备 2

 7.1 取样原则 2

 7.2 试样切割 2

 7.3 表面处理 2

8 测试步骤 2

 8.1 环境条件 2

 8.2 试样清洗 2

 8.3 试样化学抛光 3

 8.4 缺陷的腐蚀显现 3

 8.5 缺陷观测 3

 8.6 缺陷特征 3

9 数据处理 3

 9.1 单个视场缺陷密度 3

 9.2 异常值处理 4

 9.3 单片试样缺陷密度 4

 9.4 批次产品缺陷密度 4

10 精密度 4

 10.1 概述 4

 10.2 重复性 4

 10.3 再现性 4

11 干扰因素 4

 11.1 表面污染 4

 11.2 表面损伤 4

 11.3 腐蚀条件 4

 11.4 视场选择 4

12 报告 4

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专利的责任。

本文件由XXXX提出。

本文件由中国西部开发促进会归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

电子级多晶硅晶格缺陷密度评价指南

1 范围

本文件规定了电子级多晶硅棒、块的晶格缺陷密度评价方法，包含方法概要、试剂和材料、仪器和设备、试样制备、测试步骤、数据处理、精密度、干扰因素和报告。

本文件适用于以氯硅烷、硅烷制得的电子级多晶硅棒、块的晶格缺陷密度评价。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6379.2—2004 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 12963—2022 电子级多晶硅

GB/T 25915.1—2021 洁净室及相关受控环境 第1部分：按粒子浓度划分空气洁净度等级

GB/T 37051—2018 太阳能级多晶硅锭、硅片晶体缺陷密度测定方法

3 术语和定义

GB/T 12963和GB/T 37051界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

晶格缺陷 lattice defect

晶体中原子排列的不规则性，包括点缺陷、线缺陷（位错）、面缺陷（晶界、孪晶、堆垛层错）和体缺陷。

3.2

缺陷密度 defect density

单位面积或单位体积内的缺陷数量，本文件中特指单位面积内显现的晶格缺陷数量，单位为个每平方厘米（个/cm²）。

4 方法概要

采用化学腐蚀法使电子级多晶硅表面的晶格缺陷优先显现，通过高倍光学显微镜或扫描电子显微镜观察并计数缺陷数量，计算得到缺陷密度。

具体步骤为：对电子级多晶硅试样进行表面处理和化学抛光，去除表面损伤层；使用选择性腐蚀液对抛光后的表面进行腐蚀，使晶格缺陷处形成可观测的腐蚀坑或腐蚀线；在显微镜下选取多个代表性视场进行观察和缺陷计数；通过数据处理计算得到试样的晶格缺陷密度。

5 试剂和材料

5.1 重铬酸钾：优级纯。

5.2 氢氟酸：质量分数 40%，MOS 级（金属-氧化物-半导体级）。

T/CWDPA XXXX—XXXX

- 5.3 硝酸：质量分数 65%，MOS 级。
- 5.4 化学腐蚀抛光液： $V_{\text{(氢氟酸)}}:V_{\text{(硝酸)}}=1:4$ ，现配现用。
- 5.5 去离子水：电导率小于或等于 $1\ \mu\text{S}/\text{cm}$ 。
- 5.6 无水乙醇：MOS 级。
- 5.7 重铬酸钾溶液：质量浓度 44 g/L。称取 44 g 重铬酸钾，用去离子水完全溶解并稀释至 1000 mL，混匀，贮于聚四氟乙烯瓶中。
- 5.8 Secco 腐蚀液：由氢氟酸和重铬酸钾溶液配制的混合液， $V_{\text{(氢氟酸)}}:V_{\text{(重铬酸钾溶液)}}=2:1$ ，现配现用。
- 5.9 高纯氮气：纯度 $\geq 99.999\%$ 。
- 5.10 聚四氟乙烯容器：耐氢氟酸腐蚀。

6 仪器和设备

- 6.1 光学显微镜：具有电子图片采集功能，总放大倍率不小于 500 倍，配备微分干涉相衬（DIC）装置，物镜视场直径不小于 $100\ \mu\text{m}$ 。
- 6.2 扫描电子显微镜（SEM）：放大倍率不小于 1000 倍，用于对缺陷形貌进行高倍确认和分析，或具备大视场自动拼图功能，用于低缺陷密度试样的分析。
- 6.3 通风橱。
- 6.4 超声清洗机：功率可调，配备聚四氟乙烯清洗槽。
- 6.5 精密金刚石切割机：用于切割多晶硅试样。
- 6.6 机械抛光机：配备金刚石研磨膏和丝绸抛光布。
- 6.7 恒温水浴槽：温度控制精度 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。
- 6.8 电子天平：感量 0.01 g。

7 试样制备

7.1 取样原则

从电子级多晶硅棒或块上随机选取具有代表性的试样，取样位置应包括棒的头部、中部和尾部，以及块的中心和边缘区域。每批产品至少取 3 个试样。

7.2 试样切割

使用精密金刚石切割机从多晶硅棒或块上切割出尺寸为 $10\ \text{mm}\times 10\ \text{mm}\times 5\ \text{mm}$ 的试样，切割面应平整，无明显裂纹和崩边。

7.3 表面处理

- 7.3.1 将切割后的试样依次用 180#、400#、800#、1200#、2000# 碳化硅砂纸进行机械研磨，每道工序研磨至前一道工序的划痕完全消失。
- 7.3.2 用丝绸抛光布和 $0.5\ \mu\text{m}$ 金刚石研磨膏对试样表面进行机械抛光，直至表面呈镜面状，无明显划痕。
- 7.3.3 抛光后的试样立即放入无水乙醇中保存，防止表面氧化和污染。

8 测试步骤

8.1 环境条件

- 8.1.1 试样制备和测试环境空气洁净度应符合 GB/T 25915.1—2021 规定的 ISO 6 或更高级别的要求。
- 8.1.2 实验室温度控制在 $20^\circ\text{C}\sim 25^\circ\text{C}$ ，相对湿度控制在 40%~60%。

8.2 试样清洗

- 8.2.1 将试样在无水乙醇中超声清洗 15 min，以去除有机沾污。
- 8.2.2 将试样在去离子水中超声清洗 15 min，然后用去离子水冲洗 3 次以上。

8.2.3 清洗后的试样用高纯氮气吹干，吹干时氮气枪口应与试样表面成 45° 角，距离不小于 10 cm。

8.3 试样化学抛光

8.3.1 在通风橱中，在冰水浴或温度控制条件下，将试样放入化学腐蚀抛光液中，控制反应液温度为 20℃~25℃，使抛光液液面高出试样顶部至少 1 cm。

8.3.2 抛光时间以去除机械损伤层所需的最短时间为准，通常为 30 s~2 min，期间轻轻晃动容器，确保抛光均匀。

8.3.3 抛光结束后，迅速将试样放入去离子水中超声清洗 5 min，再用去离子水冲洗 5 次以上，然后按照 8.2.3 干燥试样。

8.3.4 检查试样表面，应光亮、无划痕、无氧化层。如表面不符合要求，应重新进行机械抛光和化学抛光。

8.4 缺陷的腐蚀显现

8.4.1 在恒温水浴槽中使用预热至 25℃±1℃的 Secco 腐蚀液对试样进行腐蚀显现，使腐蚀液液面高出试样顶部至少 1 cm。

8.4.2 腐蚀时间为 5 min~10 min，期间每隔 1 min 轻轻晃动容器一次，确保腐蚀均匀。

8.4.3 腐蚀结束后，迅速将试样放入去离子水中超声清洗 5 min，再用去离子水冲洗 5 次以上，然后按照 8.2.3 干燥试样。

8.4.4 腐蚀后的试样应立即进行观察，如不能立即观察，应放入干燥器中保存，保存时间不超过 24 h。

8.5 缺陷观测

8.5.1 对于缺陷密度>10 个/cm²的试样，使用光学显微镜进行观察；对于缺陷密度≤10 个/cm²的试样，宜优先使用具备大视场拼图功能的扫描电子显微镜进行观察。

8.5.2 在试样表面均匀选取 25 个测试点，选点方法为：将试样表面划分为 5×5 的网格，取每个网格的中心点作为测试点，所有测试点应距离试样边缘不小于 1 mm，并避开明显的机械损伤区域。

8.5.3 在显微镜下观测每个测试点，将图像调至最清晰，保存成电子图片。

8.5.4 观察并记录每个视场内的缺陷类型和数量。

8.6 缺陷特征

8.6.1 位错

位错表现为圆形、椭圆形或三角形的腐蚀坑，坑底尖锐，边缘清晰。

8.6.2 晶界

晶界为两个晶粒的交界线，表现为连续的、弯曲的腐蚀线。

8.6.3 孪晶

孪晶表现为一组平行的、等间距的腐蚀线。

8.6.4 堆垛层错

堆垛层错表现为三角形或四边形的腐蚀坑，坑底平坦，边缘呈直线状。

9 数据处理

9.1 单个视场缺陷密度

单个视场的缺陷密度按公式（1）计算：

$$N_i = \frac{n_i}{S} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

N_i ——第*i*个视场的缺陷密度，单位为个每平方厘米（个/cm²）；

n_i ——第*i*个视场内的缺陷总数，单位为个；

S ——视场面积，单位为平方厘米（ cm^2 ）。

9.2 异常值处理

在计算单片试样缺陷密度前，应使用格拉布斯准则或狄克逊准则对25个视场的缺陷密度值（ N_i ）进行异常值检验，剔除因表面污染、划伤等造成的异常数据点。

9.3 单片试样缺陷密度

经异常值检验后，单片试样的缺陷密度按公式（2）计算：

$$N = \frac{\sum N_i}{n} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

N ——单片试样的缺陷密度，单位为个每平方厘米（个/ cm^2 ）；

N_i ——第 i 个视场的有效缺陷密度，单位为个每平方厘米（个/ cm^2 ）；

n ——有效视场数。

9.4 批次产品缺陷密度

批次产品的缺陷密度用所测试样缺陷密度的平均值和最大值表示。

10 精密度

10.1 概述

本文件的精密度数据待通过实验室间比对试验，根据GB/T 6379.2的规定确定。

10.2 重复性

在重复性条件下，同一操作人员使用同一仪器对同一试样进行两次独立测试。

10.3 再现性

在再现性条件下，不同操作人员在不同实验室使用不同仪器对同一试样进行测试。

11 干扰因素

11.1 表面污染

试样表面的灰尘、颗粒和有机沾污会掩盖缺陷或形成假缺陷，导致测试结果偏差。因此，必须严格控制环境洁净度和试样清洗过程。

11.2 表面损伤

机械研磨和抛光过程中产生的表面损伤会形成假缺陷，导致测试结果偏高。因此，必须严格控制机械研磨和抛光的工艺参数，确保表面损伤层被完全去除。

11.3 腐蚀条件

腐蚀液的浓度、温度和腐蚀时间会影响缺陷的显现效果。腐蚀不足会导致缺陷不能完全显现，腐蚀过度会导致缺陷扩大或合并，影响计数准确性。因此，必须严格控制腐蚀条件。

11.4 视场选择

由于电子级多晶硅中的缺陷分布不均匀，视场选择的代表性会影响测试结果。因此，必须按照本文件规定的选点方法选取足够数量的测试点。

12 报告

报告应至少包含以下内容：

- a) 样品名称、规格型号、批号、生产厂家；

- b) 取样位置和数量；
 - c) 测试仪器型号、放大倍数、视场面积；
 - d) 每个试样的缺陷密度评价结果，包括平均值和最大值；
 - e) 缺陷类型和分布情况；
 - f) 本文件编号；
 - g) 测试单位名称、评价人、审核人、评价日期。
-