



Norme
internationale

ISO 5618-2

**Céramiques techniques — Méthode
d'essai pour les défauts de surface
des cristaux de GaN —**

Partie 2:
**Méthode de détermination de la
densité des piqûres**

*Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical
ceramics) — Test method for GaN crystal surface defects —*

Part 2: Method for determining etch pit density

[ISO 5618-2:2024](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/cd27b9ef-1e90-486e-965b-5683100b6cca/iso-5618-2-2024)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/cd27b9ef-1e90-486e-965b-5683100b6cca/iso-5618-2-2024>

Première édition
2024-04

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 5618-2:2024](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/cd27b9ef-1e90-486e-965b-5683100b6cca/iso-5618-2-2024)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/cd27b9ef-1e90-486e-965b-5683100b6cca/iso-5618-2-2024>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2024

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	v
Introduction	vi
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	3
5 Définition de la position dans le plan du substrat	3
6 Procédures de formation d'une piqûre	4
6.1 Prétraitement d'un échantillon	4
6.2 Procédé de gravure	4
6.3 Lavage	4
7 Méthode d'acquisition d'images de piqûres	5
7.1 Réglage des conditions d'observation d'un microscope optique	5
7.1.1 Lentille objectif	5
7.1.2 Résolution de l'image	5
7.1.3 Zone de mesure	6
7.1.4 Points de mesure	6
7.2 Acquisition d'images de piqûres à l'aide d'un microscope optique	7
8 Méthode de calcul de la densité des piqûres	7
8.1 Critères de comptage des piqûres	7
8.1.1 Cibles de comptage	7
8.1.2 Critères de comptage	7
8.2 Comptage des piqûres	8
8.3 Méthode de calcul de la densité des piqûres	8
8.4 Méthode de calcul du coefficient de variation de la densité des piqûres	9
9 Classification des piqûres en forme de pyramide hexagonale inversée en fonction de leur taille et calcul de leurs pourcentages	9
9.1 Déterminer si les piqûres en forme de pyramide hexagonale inversée peuvent être classées en fonction de leur taille	9
9.2 Principe de classification des dislocations en fonction de la taille des piqûres en forme de pyramide hexagonale inversée	9
9.3 Détermination de la taille des piqûres en forme de pyramide hexagonale inversée	10
9.4 Création d'un histogramme des tailles des piqûres en forme de pyramide hexagonale inversée	10
9.4.1 Définition des sections de données	10
9.4.2 Génération d'un histogramme	10
9.5 Analyse d'un histogramme	11
9.5.1 Méthode d'analyse d'un histogramme	11
9.5.2 Nombre de niveaux de taille des piqûres en forme de pyramide hexagonale inversée	12
9.5.3 Niveaux de taille des piqûres en forme de pyramide hexagonale inversée	12
9.5.4 Méthode de calcul du pourcentage d'un niveau de taille des piqûres en forme de pyramide hexagonale inversée	13
10 Rapport d'essai	13
Annexe A (normative) Vérification de la détection de dislocations par gravure	14
Annexe B (informative) Taille appropriée des piqûres en forme de pyramide hexagonale inversée pour le comptage des piqûres	17
Annexe C (normative) Zone de mesure	19
Annexe D (normative) Points de mesure	22

ISO 5618-2:2024(fr)

Annexe E (normative) Vérification de la classification des dislocations en fonction de la taille des piqûres	23
Bibliographie	26

iTeh Standards (<https://standards.iteh.ai>) Document Preview

[ISO 5618-2:2024](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/cd27b9ef-1e90-486e-965b-5683100b6cca/iso-5618-2-2024)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/cd27b9ef-1e90-486e-965b-5683100b6cca/iso-5618-2-2024>

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'ISO attire l'attention sur le fait que la mise en application du présent document peut entraîner l'utilisation d'un ou de plusieurs brevets. L'ISO ne prend pas position quant à la preuve, à la validité et à l'applicabilité de tout droit de brevet revendiqué à cet égard. À la date de publication du présent document, l'ISO n'avait pas reçu notification qu'un ou plusieurs brevets pouvaient être nécessaires à sa mise en application. Toutefois, il y a lieu d'avertir les responsables de la mise en application du présent document que des informations plus récentes sont susceptibles de figurer dans la base de données de brevets, disponible à l'adresse www.iso.org/brevets. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié tout ou partie de tels droits de propriété.

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 206, *Céramiques techniques*.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 5618 se trouve sur le site web de l'ISO.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Introduction

Le GaN est un semi-conducteur à large bande interdite à gap direct qui possède des propriétés physiques supérieures à celles du Si, telles qu'un champ électrique de claquage, une vitesse de dérive des électrons saturés et une conductivité thermique plus élevés. On s'attend à ce que le GaN soit appliqué non seulement dans les dispositifs émetteurs de lumière qui sont utilisés depuis longtemps, tels que les diodes laser (LD) et les diodes électroluminescentes (LED) ultraviolettes et bleues, mais aussi dans les dispositifs de puissance qui effectuent une conversion de puissance avec un rendement élevé. Les caractéristiques des dispositifs de puissance en GaN sont notamment utilisées dans les domaines du photovoltaïque, de l'automobile, des chemins de fer (moteurs électriques et moteurs linéaires), des stations de base de communication et de la transmission de puissance par micro-ondes.

Le monocristal de GaN ou le film de GaN monocristallin est le matériau de base de nombreux dispositifs. Toutefois, la surface du monocristal de GaN ou du film de GaN monocristallin contient de nombreuses dislocations introduites pendant la croissance du cristal ainsi que des défauts introduits pendant le traitement de la plaquette. Ces dislocations et/ou les défauts entraînent une diminution de l'efficacité lumineuse des dispositifs électroluminescents et une diminution des performances et de la fiabilité des dispositifs de puissance. En particulier, compte tenu des applications pratiques et de l'expansion du marché des dispositifs de puissance qui appliquent une tension et un courant élevés, il est indispensable de fournir des substrats de GaN monocristallins et des films de GaN monocristallins avec une faible densité de dislocations et de défauts. Il est donc essentiel de disposer d'une Norme internationale qui définit et classe les types de dislocations et de défauts induits par le process à la surface, comme un indice permettant d'évaluer la qualité d'un substrat ou d'un film de GaN monocristallin, et qui détermine la densité de ces dislocations et défauts.

iTeh Standards (<https://standards.iteh.ai>) Document Preview

[ISO 5618-2:2024](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/cd27b9ef-1e90-486e-965b-5683100b6cca/iso-5618-2-2024)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/cd27b9ef-1e90-486e-965b-5683100b6cca/iso-5618-2-2024>

Céramiques techniques — Méthode d'essai pour les défauts de surface des cristaux de GaN —

Partie 2: Méthode de détermination de la densité des piqûres

1 Domaine d'application

Le présent document décrit une méthode de détermination de la densité des piqûres qui est utilisée pour détecter les dislocations et les défauts induits par le process et qui sont rencontrés sur les substrats de GaN monocristallin ou les films de GaN monocristallin.

Il est applicable aux défauts spécifiés dans l'ISO 5618-1 parmi les défauts émergents à la surface des types de substrats ou de films de GaN suivants: substrat de GaN monocristallin, film de GaN monocristallin formé par croissance homoépitaxiale sur un substrat de GaN monocristallin ou film de GaN monocristallin formé par croissance hétéroépitaxiale sur un substrat monocristallin de Al_2O_3 , SiC ou Si.

Il est applicable aux défauts dont la densité des piqûres est $\leq 7 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 5618-1, *Céramiques techniques — Méthode d'essai pour les défauts de surface des cristaux de GaN — Partie 1: Classification des défauts*

ISO 19606, *Céramiques techniques — Méthode d'essai pour la rugosité de surface des films céramique fins par microscopie à force atomique*

ISO 21920-2:2021, *Spécification géométrique des produits (GPS) — État de surface: Méthode du profil — Partie 2: Termes, définitions et paramètres d'état de surface*

ISO/IEC 17025, *Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et les définitions donnés dans l'ISO 5618-1 ainsi que les suivants, s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <https://www.electropedia.org/>

3.1

méplat d'orientation primaire

partie plate de la zone du substrat utilisée pour indiquer l'orientation du cristal

3.2

méplat secondaire

partie plate de la zone du substrat qui est plus courte que le méplat d'orientation primaire

3.3

microscope optique

microscope utilisé pour grossir et observer un objet en utilisant la lumière visible

EXEMPLE Lumière blanche, monochromatique ou laser.

3.4

ouverture numérique

ON

produit du sinus du demi-angle au sommet du plus grand cône de rayons méridiens qui peuvent pénétrer dans un dispositif optique, ou en sortir, par l'indice de réfraction du milieu où se trouve le sommet du cône

[SOURCE: IEC 60050-731:1991, 731-03-85]

3.5

pixels par pouce

ppp

nombre de pixels individuels d'une ligne ou d'une colonne d'une image numérique dans un espace de 25,4 mm (1 pouce)

[SOURCE: ISO/IEC 39794-5:2019, 3.50]

3.6

polissage mécano-chimique

CMP

polissage qui aplanit la surface d'un substrat semi-conducteur au moyen d'une action chimique et d'une action mécanique

3.7

gravure catalysée

traitement induisant une gravure chimique uniquement sur le plan de référence afin d'aplanir la surface d'un substrat semi-conducteur avec une grande exactitude sans perturber sa cristallinité

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/cd27b9ef-1e90-486e-965b-5683100b6cca/iso-5618-2-2024>

3.8

piqûre

dépression en forme de pyramide hexagonale inversée ou ovale générée par gravure

3.9

longueur de la diagonale la plus longue

longueur de la ligne qui relie les coins opposés de la base hexagonale de la pyramide hexagonale inversée

3.10

coefficient de variation

variation relative calculée en divisant l'écart-type par la moyenne arithmétique

3.11

microscope multiphotonique

microscope utilisé pour observer la distribution de la lumière émise suite à une absorption multiphotonique simultanée

3.12

photoluminescence

PL

luminescence provoquée par une excitation optique

3.13

cathodoluminescence**CL**

luminescence provoquée par une excitation électronique

3.14

échantillon de référence

échantillon fabriqué par le même fabricant ou selon la même méthode que l'échantillon pour essai

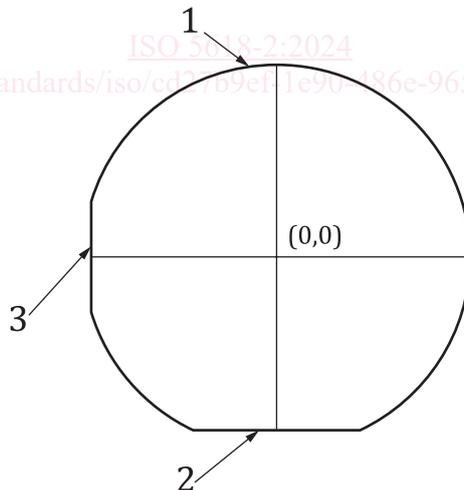
4 Principe

Lorsqu'un monocristal de GaN ou un film de GaN monocristallin est immergé dans un agent d'attaque chimique, des piqûres sont formées aux emplacements où des dislocations ou des défauts induits par le process émergent sur la face polaire (0001)Ga. Ces piqûres sont formées parce que la gravure aux emplacements où des dislocations ou des défauts induits par le process émergent sur la face polaire (0001) Ga est plus rapide qu'aux emplacements où il n'y a pas de dislocations. Pour des dislocations traversantes, des piqûres en forme de pyramide hexagonale inversée composée de six faces de $\{1\bar{1}0n\}$ et d'un sommet sont formés. Les trous dérivés des dislocations ont ce sommet. Pour des dislocations dans le plan basal, des piqûres de forme ovale sont générées. Dans ce cas, un côté est plus étroit et plus profond que l'autre.

Les piqûres en forme de pyramide hexagonale tronquée inversée ou les piqûres en forme de cuvette causées par une pyramide hexagonale tronquée inversée altérée résultent des trous causés par le process. Les rainures linéaires proviennent de rayures et de rayures latentes causées par le process.

5 Définition de la position dans le plan du substrat

La face polaire (0001)Ga étant orientée vers le haut, placer le méplat d'orientation primaire en bas, comme indiqué à la [Figure 1](#). Tracer ensuite la médiatrice du plan d'orientation primaire. La position située au milieu du segment de la médiatrice partant du point d'intersection entre la médiatrice et le contour supérieur du substrat est fixée comme point d'origine (0,0). La position du substrat dans le plan est exprimée par (x, y) en millimètres (mm).



Légende

- 1 substrat
- 2 méplat d'orientation primaire
- 3 méplat secondaire

Figure 1 — Définition de la position dans le plan du substrat

6 Procédures de formation d'une piqûre

6.1 Prétraitement d'un échantillon

La rugosité de surface moyenne d'un échantillon R_a , telle que définie dans l'ISO 21920-2:2021, doit être ≤ 1 nm. Lorsque R_a est supérieure à 1 nm, aplanir la surface au moyen d'une méthode telle que le polissage mécano-chimique ou la gravure catalysée. Une fois la surface aplanie, consigner cette information dans le rapport spécifié à [l'Article 10](#).

Mesurer la rugosité de surface conformément à l'ISO 19606.

6.2 Procédé de gravure

Graver l'échantillon dans des conditions de gravure pertinentes conformément à [l'Annexe A](#).

Ajuster la taille des piqûres à une taille appropriée en modifiant uniquement la durée d'immersion, et non les autres conditions de gravure qui ont été déterminées comme pertinentes (composition de l'agent d'attaque chimique, température de l'agent d'attaque chimique et durée d'immersion). Voir [l'Annexe B](#) pour référence.

Préparer l'agent d'attaque chimique pour chaque lot de gravure.

Ne pas utiliser d'agent d'attaque chimique lorsque des précipités se sont déposés sur les parois du creuset qui le contient au cours de son utilisation.

Éléments exposés à l'échantillon ou à l'agent d'attaque chimique pendant la gravure: utiliser le récipient destiné à contenir l'agent d'attaque chimique (par exemple creuset ou bécher), le porte-échantillon et le thermomètre (thermomètre ou tube protecteur du thermomètre) uniquement si l'agent d'attaque chimique en a été retiré après leur utilisation précédente et s'ils ont été séchés avant d'être stockés.

Éléments exposés à l'échantillon ou à l'agent d'attaque chimique pendant la gravure: lors de l'exécution du procédé de gravure de l'échantillon, utiliser les mêmes matériaux pour le récipient destiné à contenir l'agent d'attaque chimique (par exemple creuset ou bécher), le porte-échantillon et le thermomètre (thermomètre ou tube protecteur du thermomètre) que ceux utilisés lors du procédé de gravure de l'échantillon de référence, afin de démontrer leur pertinence.

Lorsqu'un échantillon rompt sous l'effet d'un choc thermique au cours de la gravure, consigner cette information dans le rapport spécifié à [l'Article 10](#).

Si un agent d'attaque chimique contenant du KOH est utilisé, le creuset ne doit pas être recouvert pendant le procédé de chauffage.

Si un agent d'attaque chimique contenant du KOH est utilisé, la gravure doit être effectuée pendant 120 min ou plus après que la température de gravure ait été atteinte.

Si un échantillon présente des fissures ou des contraintes internes, il peut rompre sous l'effet d'un choc thermique lorsqu'il est introduit dans l'agent d'attaque chimique.

6.3 Lavage

Nettoyer la surface de l'échantillon sur laquelle des piqûres ont été formées.

EXEMPLE Le procédé de lavage de référence est le suivant:

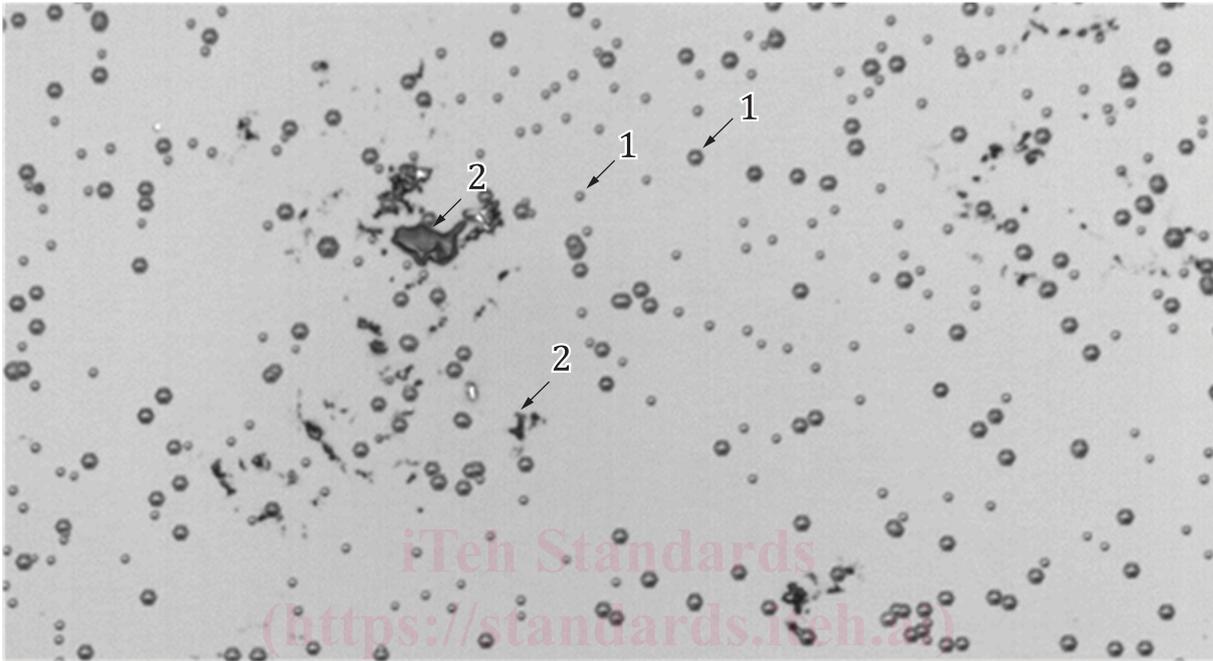
- Rincer à l'eau courante désionisée pendant 10 min, nettoyer dans un bain à ultrasons rempli d'eau désionisée pendant 10 min, porter à ébullition dans de l'acide chlorhydrique à 2 mol/l pendant 1 h, et rincer à l'eau courante désionisée pendant 10 min.
- Une fois l'échantillon lavé, le sécher par soufflage avec de l'air filtré, de l'azote ou de l'argon.

Si l'échantillon rompt au cours du lavage, consigner cette information dans le rapport spécifié à [l'Article 10](#).

Comme le montre la [Figure 2](#), il est difficile de différencier les piqûres du lysat contenu dans le creuset des autres substances qui ont adhéré à l'échantillon. Par conséquent, la densité des piqûres sera mal estimée.

NOTE Des traces de séchage peuvent subsister si on laisse sécher l'échantillon naturellement après le lavage. Comme il est difficile de différencier ces traces de séchage des piqûres, la densité des piqûres sera supérieure à la valeur réelle.

Les échantillons présentant des fissures ou des contraintes internes peuvent rompre lors du nettoyage par ultrasons.



Légende

- 1 piqûre
- 2 matière adhérente

Document Preview

[ISO 5618-2:2024](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/cd27b9ef-1e90-486e-965b-5683100b6cca/iso-5618-2-2024>

Figure 2 — Exemple de matière adhérent sur la surface gravée d'un substrat de GaN

7 Méthode d'acquisition d'images de piqûres

7.1 Réglage des conditions d'observation d'un microscope optique

7.1.1 Lentille objectif

Utiliser une lentille objectif dont l'ouverture numérique (ON) est supérieure à celle de la lentille objectif utilisée en [6.2](#).

7.1.2 Résolution de l'image

Utiliser une lentille objective satisfaisant aux conditions spécifiées en [7.1.1](#) pour observer une zone où l'on peut voir au moins 20 piqûres en forme de pyramide hexagonale inversée au point (0,0) de l'échantillon, comme illustré à la [Figure 3](#). Parmi ces piqûres en forme de pyramide hexagonale inversée, en sélectionner cinq qui, selon vous, peuvent être classées dans le plus petit groupe et calculer la moyenne des longueurs de leurs diagonales les plus longues, D en μm .