

MATERIAŁY PÓLPRZEWODNI- KOWE	NORMA BRANŻOWA	BN-74
	German monokrystaliczny do produkcji elementów półprze- wodnikowych	0891-03
	Pręty	19.11
	Metody badań	Grupa katalogowa III 55

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są metody i sposób przeprowadzania badań monokryształów germanu, przeznaczonych do produkcji elementów półprzewodnikowych.

1.2. Zakres stosowania normy. Postanowienia normy należy stosować przy wytwarzaniu monokryształów germanu i kontroli ich jakości.

1.3. Określenia

1.3.1. Płaszczyzna górna monokryształu — płaszczyna powstała wskutek odcięcia monokryształu od strony zarodki.

1.3.2. Płaszczyzna dolna monokryształu — płaszczyna powstała wskutek odcięcia jego części od strony przeciwnej do zarodki.

1.3.3. Długość monokryształu — najmniejsza długość tworzącej między dwoma punktami leżącymi na górnej i dolnej płaszczynie monokryształu.

1.3.4. Obwód monokryształu — przecięcie powierzchni bocznej monokryształu z płaszczyną prostopadłą do osi wyciągania.

1.3.5. Średnica monokryształu — największa odległość w linii prostej między dwoma punktami leżącymi na obwodzie monokryształu.

1.3.6. Opór elektryczny właściwy — stosunek natężenia pola elektrycznego do gęstości prądu elektrycznego płynącego pod wpływem tego pola.

1.3.7. Czas życia nośników mniejszościowych — czas, po upływie którego koncentracja nadmiarowych nośników mniejszościowych wprowadzonych jednorodnie do całej objętości monokryształu maleje e razy (gdzie: e — podstawa logarytmu naturalnego).

1.3.8. Typ przewodnictwa — rodzaj większościowych nośników ładunku. Dla germanu typu n nośnikami większościowymi są elektrony. Dla germanu typu p nośnikami większościowymi są dziury.

1.3.9. Stopień kompensacji — stosunek koncentracji domieszki akceptorowej do donorowej

dla germanu typu n i donorowej do akceptorowej dla germanu typu p wyrażony w procentach.

1.3.10. Odchylenie płaszczyny monokryształu od płaszczyny krystalograficznej — kąt dwuścienny utworzony przez określoną płaszczynę krystalograficzną i płaszczynę monokryształu.

1.3.11. Gęstość dyslokacji — ilość liniowych zakłóceń sieci monokryształu na 1 cm^2 , ujawniających się przy trawieniu w postaci jamek.

1.3.12. Linia dyslokacyjna jamek trawienia — kolejne ułożenie ponad 25 dyslokacyjnych jamek trawienia w linii na długości 1 mm .

2. METODY BADAŃ

2.1. Pomiary geometrii monokryształu

2.1.1. Pomiar długości monokryształu wykonuje się za pomocą suwmiarki wzdłuż tworzącej monokryształu. Wyniki pomiaru podaje się w mm z dokładnością $0,5 \text{ mm}$.

2.1.2. Pomiar średnicy monokryształu wykonuje się za pomocą suwmiarki na obwodzie monokryształu, obracając go wokół osi. Maksymalny wynik pomiaru na danym obwodzie przyjmuje się za średnicę monokryształu. Wynik podaje się w mm z dokładnością $0,5 \text{ mm}$.

2.2. Pomiar masy monokryształu. Masę monokryształu wyznacza się za pomocą wagi technicznej. Wynik podaje się z dokładnością 1 g .

2.3. Pomiar oporu elektrycznego właściwego wykonuje się metodą czterostrzową. Zasada pomiaru jest następująca: na płaszczynę monokryształu ustawia się sondę z czterema ostrzami przy czym ostrza są rozstawione w linii prostej w jednakowej odległości od siebie; do dwóch skrajnych ostrzy sondy doprowadza się określony prąd i mierzy się spadek napięcia między dwoma środkowymi ostrzami.

Wartość mierzonego oporu elektrycznego właściwego (ρ) określa się w $\Omega \cdot \text{cm}$ wg wzoru

$$\rho = 2\pi s \frac{U}{I} \quad (1)$$

Zgłoszona przez Naukowo-Produkcyjne Centrum Półprzewodników
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Elektronicznego UNITRA dnia 12 września 1974 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 lipca 1975 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 2/1975 poz. 4)

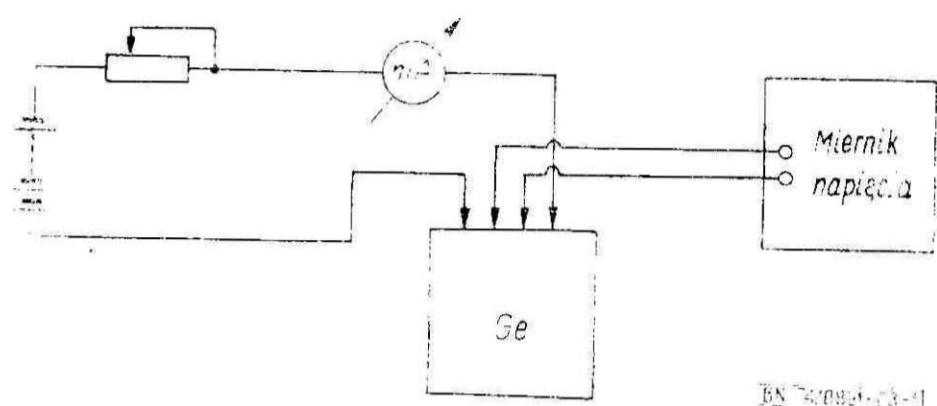
w którym:

U — spadek napięcia pomiędzy środkowymi ostrzami sondy, mV,

I — prąd zasilania, mA,

s — odległość między sąsiednimi ostrzami, cm.

Schemat ideowy układu pomiarowego przedstawiono na rys. 1.



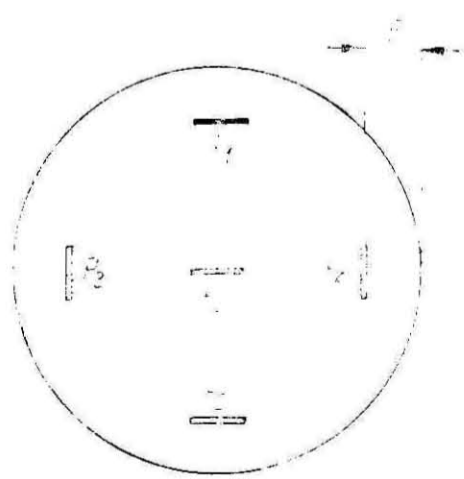
Rys. 1

Ostrza sondy powinny być wykonane z węgla wolframu, wolframu lub twardej stali o promieniu zaostrenia nie większym niż $50 \mu\text{m}$. Rozstawienie między sąsiednimi ostrzami powinno wynosić $1 \pm 0,01 \text{ mm}$ lub $1,59 \pm 0,01 \text{ mm}$. Nacisk pojedynczego ostrza na powierzchnię powinien wynosić od 60 do 200 g.

Dopuszczalne natężenie prądu — $\frac{1}{\rho} \leq I \leq \frac{3}{\rho} \text{ mA}$.

Dopuszczalny błąd pomiaru natężenia prądu — najwyżej 1%, spadku napięcia — najwyżej 0,5%.

Płaszczyzna monokryształu, na której wykonywany jest pomiar, powinna być wyszlifowana papierem ściernym o ziarnistości $240 \div 320$ lub proszkiem ściernym o tej samej ziarnistości i przemyta alkoholem. Pomiar wykonuje się na górnej i dolnej płaszczyźnie monokryształu w 5 punktach na dwóch prostokątnych średnicach (jeden punkt w środku, a 4 pozostałe odległe o 5 mm od brzegu) wg rys. 2.



Rys. 2

Pomiar należy wykonywać w temperaturze otoczenia $20 \pm 2^\circ\text{C}$. Dokładność pomiaru elektrycznego oporu właściwego — $\pm 10\%$.

Rozrzut elektrycznego oporu właściwego wynosi w procentach

$$\left| \frac{\rho_c - \frac{\rho_1 + \rho_2 + \rho_3 + \rho_4}{4}}{\rho_c} \right| \cdot 100 \quad (2)$$

gdzie:

ρ_c — elektryczny opór właściwy w środku płaszczyzny,

$\rho_1, \rho_2, \rho_3, \rho_4$ — elektryczny opór właściwy punktów brzegowych.

Błąd pomiaru elektrycznego oporu właściwego — nie większy niż $\pm 10\%$.

2.4. Pomiar niejednorodności oporu elektrycznego właściwego wykonuje się sondą czteroostrzową o rozstawieniu ostrzy co 1 mm w linii prostej. Zasada pomiaru i przygotowanie płaszczyzny do pomiaru — wg 2.3. Pomiar należy wykonać wzdłuż średnicy monokryształu w dwóch prostokątnych kierunkach, przy czym punkty pomiarowe powinny być odległe od siebie o 2 mm, w odległości co najmniej 4 mm od brzegu płytki. Płaszczyznę ostrzy sondy należy ustawić prostopadle do średnicy, na której wykonuje się pomiar.

Niejednorodność elektrycznego oporu właściwego wynosi w %/mm

$$\frac{\Delta \rho}{\rho_r} \cdot 100 \quad (3)$$

gdzie:

$\Delta \rho$ — maksymalna różnica elektrycznych oporów właściwych między dwoma sąsiednimi punktami pomiarowymi,

ρ_r — arytmetyczna średnia wartość elektrycznego oporu właściwego tych punktów,

l — odległość między sąsiednimi punktami pomiarowymi.

2.5. Pomiar czasu życia nośników mniejszościowych ładunku. Do pomiaru czasu życia nośników mniejszościowych prądu w germanie należy stosować:

— metodę Valdes'a — dla germanu o czasach życia nośników zawartych w zakresie $20 \div 700 \mu\text{s}$,

— metodę zaniku fotoprzewodnictwa — dla germanu o czasach życia nośników większych od $700 \mu\text{s}$ i mniejszych od $20 \mu\text{s}$.

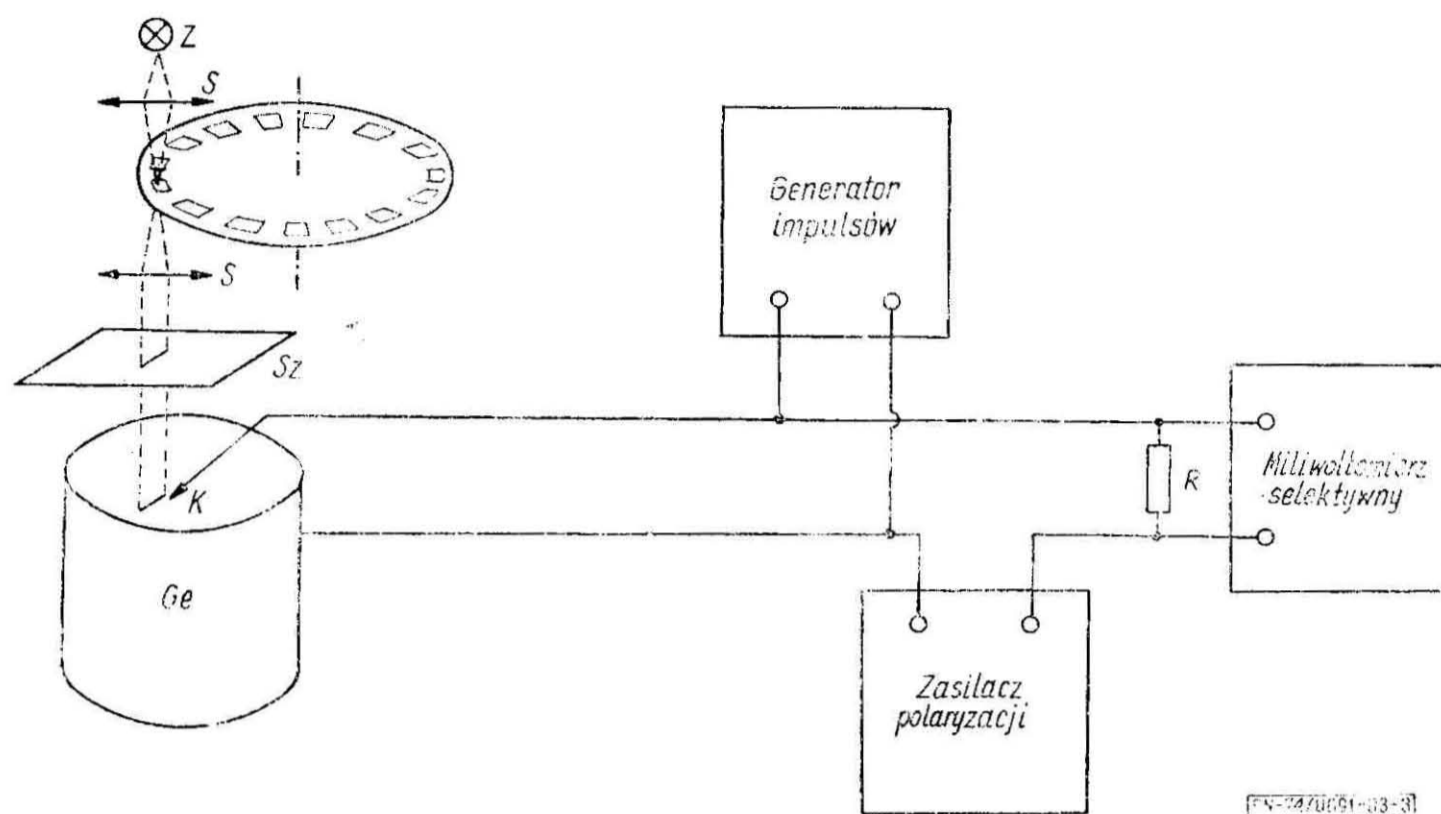
Pomiar czasu życia nośników mniejszościowych ładunku wykonuje się tylko w tych miejscach, gdzie niejednorodność oporu elektrycznego jest mniejsza od 10% na 1 milimetr.

a) Pomiar metodą Valdes'a. Metoda ta polega na generowaniu w monokryształ germanu par elektron-dziura przez wąską linię światła przerywanego oraz pomiarze koncentracji nośników w funkcji odległości od linii generowania przy zastosowaniu kolektora spolaryzowanego w kierunku wstecznym. Czas życia nośników mniejszościowych wyznacza się z długości drogi dyfuzji (l) wyliczonej z porównania eksperymentalnej krzywej prądu kolektora w funkcji odległości

z krzywą teoretyczną, wynikającą z rozwiązania równania dyfuzji nośników dla odpowiednich warunków brzegowych.

Schemat blokowy układu pomiarowego przedstawiono na rys. 3.

15 cm³ CH₃COOH cz.d.a., lodowaty,
25 cm³ HNO₃ cz.d.a., 63 ÷ 65-procentowy,
15 cm³ HF cz.d.a., 48 ÷ 51-procentowy,
0,3 cm³ Br₂ cz.d.a., 5-procentowy roztwór alkoholowy bromu.



Rys. 3

K — ostrze kolektora, Z — źródło światła, S — soczewki, M — modulator światła, Sz — szczelina.

Wymagania dotyczące układu pomiarowego:

— zasilacz powinien zapewnić płynną regulację napięcia stałego od 0 do 10 V oraz zmianę napięcia polaryzacji,

— generator impulsów powinien zapewnić regulowane napięcie od 0 do 300 V z możliwością zmiany polaryzacji oraz czas trwania impulsu około 0,1 s,

- mikrowoltomierz selektywny
- selektywność najwyższej 10 Hz (3 dB),
- czułość co najmniej 1 V,
- zakres pomiarowy 1—300 μV,
- częstotliwość zsynchronizowana z modulatorem światła.

Ostrze kolektora należy wykonać z drutu wolframowego o średnicy 0,1 mm. Ostrze należy ustawić w stosunku do powierzchni kryształu pod kątem 45÷60°. Kontakt należy uformować impulsem napięciowym tak, aby stosunek natężenia prądów w kierunku przewodzenia i zaporowym był większy niż 10. Prąd polaryzacji kolektora powinien wynosić około 0,5 mA. Wymiary plamki świetlnej powinny wynosić 0,2×10 mm ±2%. Powierzchnie do pomiaru należy przygotować przez zeszlifowanie na papierze ściernym wodoodpornym o ziarnistości 150, 240, 360, następnie na proszku alundowym 1800.

Powierzchnię zeszlifowaną i dokładnie wypłukaną należy wytrawić przez 2 min w mieszance CP-4 o składzie:

Mieszanka trawiąca powinna być przygotowana co najmniej na 30 min przed wykonaniem trawienia i nie może być przechowywana dłużej niż 2 tygodnie.

Czas życia nośników należy mierzyć nie później niż w 2 godz po wytrawieniu.

Pomiar czasu życia nośników mniejszościowy należy wykonać na obu powierzchniach czołowych monokryształu, po uprzednim przygotowaniu powierzchni. Pomiar należy wykonać w środku kryształu oraz na dwóch prostokątnych średnicach, w odległości 5 mm od brzegu.

Pomiar prądu kolektora w zależności od odległości linii świetlnej od jego ostrza należy wykonywać co 0,1 mm, zaczynając pomiar w odległości 0,3 mm od położenia, w którym prąd przyjmuje wartość maksymalną. Pomiar należy wykonywać w dwóch kierunkach względem linii świetlnej, przyjmując za wynik średnią arytmetyczną obu pomiarów.

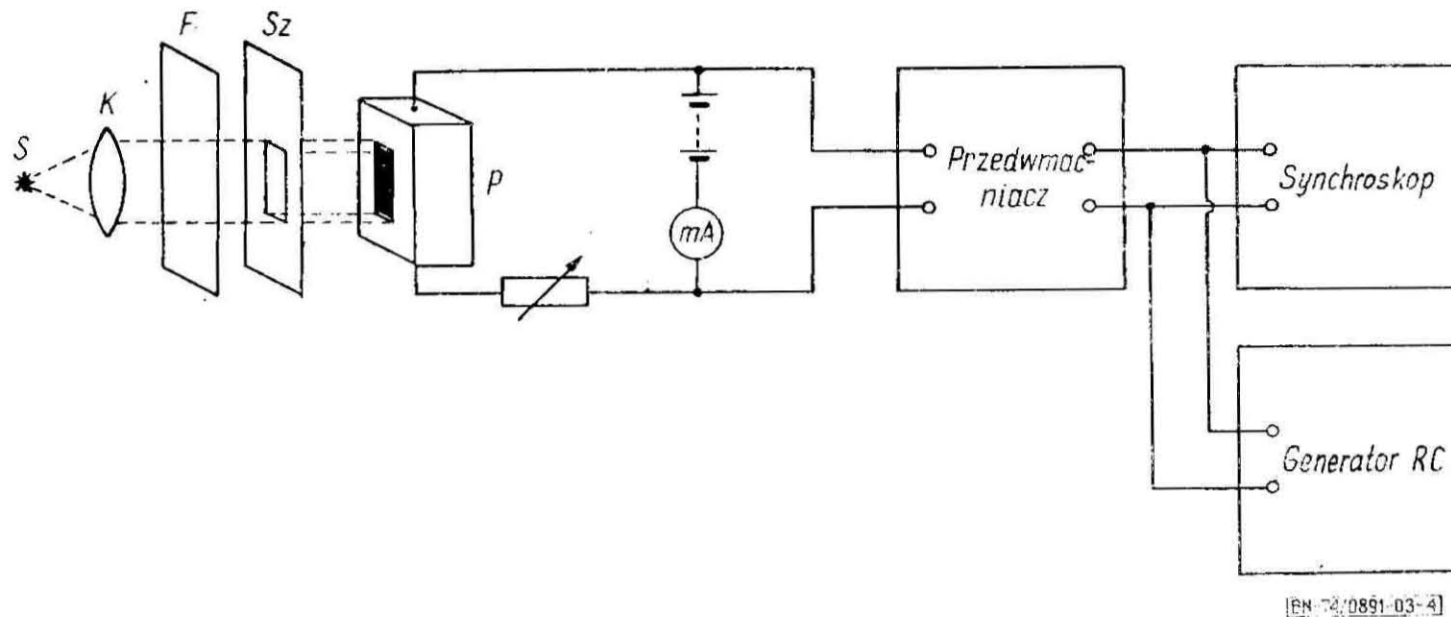
Pomiar zależności prądu kolektora od odległości linii świetlnej wykonuje się co najmniej w 7 punktach równomiernie rozłożonych.

Dokładność pomiaru czasu życia ±30%.

b) Pomiar czasu życia metodą zaniku fotoprzewodnictwa. Zasada pomiaru polega na module przewodnictwa w próbce pod wpływem oświetlenia (krótkiego błysku). Zmiana koncentracji nośników w czasie zależy od czasu życia nośników. Zmianę tę określa się, oceniając zmianę czasu

napięcia na próbce, przez którą płynie prąd. Z krzywej zaniku napięcia określa się czas życia nośników mniejszościowych.

Schemat blokowy układu pomiarowego przedstawiono na rys. 4.



Rys. 4

S — źródło światła, K — kolektor optyczny, F — filtr, Sz — szczelina, P — próbka.

Wymagania dotyczące układu pomiarowego:

- synchronoskop z przedwzmacniaczem,
- czułość co najmniej 0,5 mV/cm,
- szerokość pasma przepuszczania co najmniej $2 \cdot 10^6$ Hz; synchronoskop powinien mieć wyzwalaną podstawę czasu o zakresie prędkości wyzwalania 10^{-6} — 10^{-3} s/cm,
- generator RC,
- napięcie regulowane $2 \text{ mV} \div 1 \text{ V}$,
- stała czasowa regulowana 10^{-6} — 10^{-3} s,
- częstotliwość $10 \div 100$ Hz.

Pomiar należy wykonywać przy prądzie polaryzacji równym $1 \text{ mA} \pm 0,5\%$.

Czas trwania błysku — nie większy niż $0,1 \mu\text{s}$. Do pomiaru należy stosować filtr germanowy o grubości $200 \mu\text{m}$. Plama świetlna powinna padać prostopadle do powierzchni próbki. Niedopuszczalne jest oświetlenie kontaktów i brzegów próbki. Z dolnej części każdego mierzonego monokryształu należy wyciąć próbkę o wymiarach $6 \times 6 \times 25 \text{ mm} \pm 10\%$. Rozrzut wartości oporu elektrycznego wyciętej próbki nie powinien przekraczać 10% wartości średniej. Powierzchnie boczne próbek należy zeszlifować na papierze ściernym o ziarnistości 150, 240, 360, a następnie na proszku alundowym 1800. Po dokładnym zeszlifowaniu i wypłukaniu próbkę należy wytrawić w mieszance CP-4. Na powierzchni czołowej próbki należy nanieść kontakty ze stopu 95% Sn + 5% Sb.

Odczyt wartości czasu życia wykonać przez porównanie doświadczalnej eksponencjonalnej krzywej z krzywą z generatora RC. Przy dokładnym pokryciu się krzywych mierzony czas życia jest równy RC.

2.6. Pomiar stopnia kompensacji

2.6.1. Zasada pomiaru. Dla germanu typu n stopień kompensacji (K) jest to stosunek koncentracji domieszki akceptorowej do donorowej wyrażony w procentach wg wzoru

$$K = \frac{N_A}{N_D} \cdot 100 \quad (4)$$

w którym:

- N_A — koncentracja domieszki akceptorowej,
- N_D — koncentracja domieszki donorowej.

Sumaryczną koncentrację domieszki donorowej i akceptorowej określa się, wykorzystując zależność ruchliwości w temperaturze 77 K od koncentracji zjonizowanych domieszek, która została obliczona na podstawie anizotropowej teorii rozproszenia nośników w obszarze słabych pól magnetycznych przy temperaturze 77 K oraz sprawdzona doświadczalnie pomiarami stopnia kompensacji w ciekłym helu. Mierzając ruchliwość w temperaturze 77 K, określa się sumaryczną koncentrację N_i z wykresu na rys. 5, przy czym

$$N_i = N_D + N_A \quad (5)$$

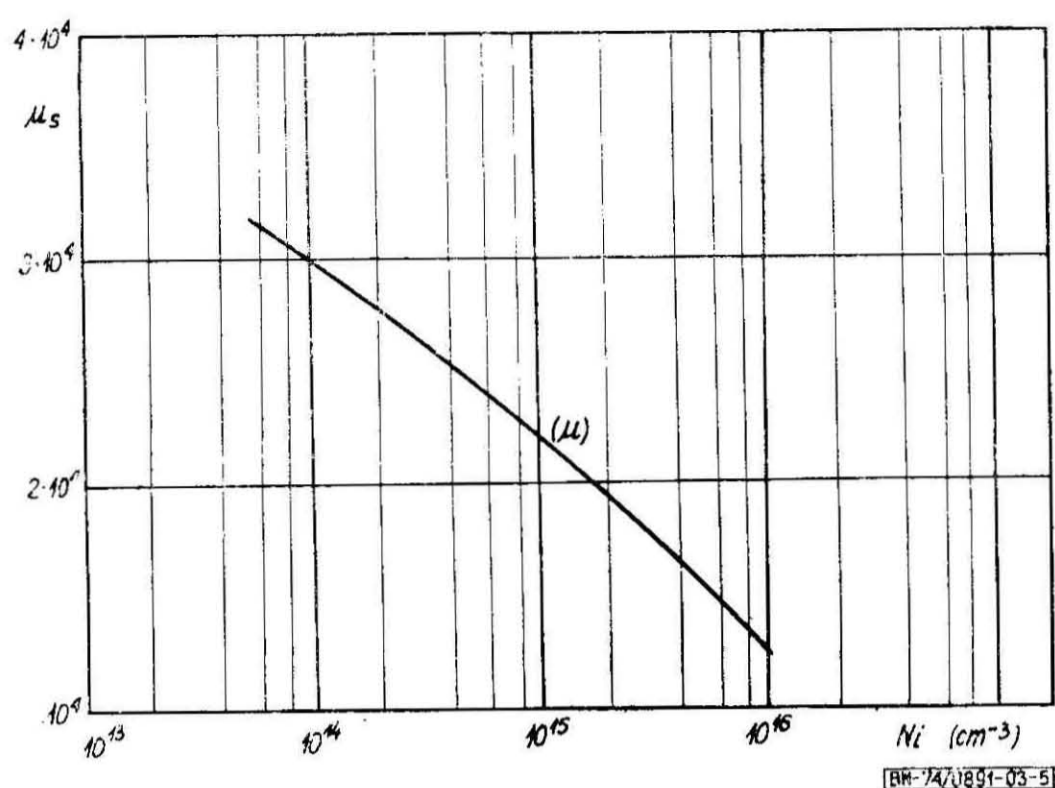
2.6.2. Przeprowadzenie pomiaru. Ruchliwość nośników prądu określa się z pomiarów współczynnika Hall'a i oporu elektrycznego właściwego. Współczynnik Hall'a (R) oblicza się w $\text{cm}^3/\text{culomb}$ wg zależności:

$$U_H = R \cdot \frac{I}{t} \cdot H \cdot 10^{-8} \quad (6)$$

w której:

- U_H — napięcie Hall'a, V,
- I — prąd płynący przez próbkę, A,
- H — natężenie pola magnetycznego, Gs,
- t — grubość próbki, cm.

Znając współczynnik Hall'a oraz opór elektryczny właściwy, można wyznaczyć ruchliwość no-



Rys. 5

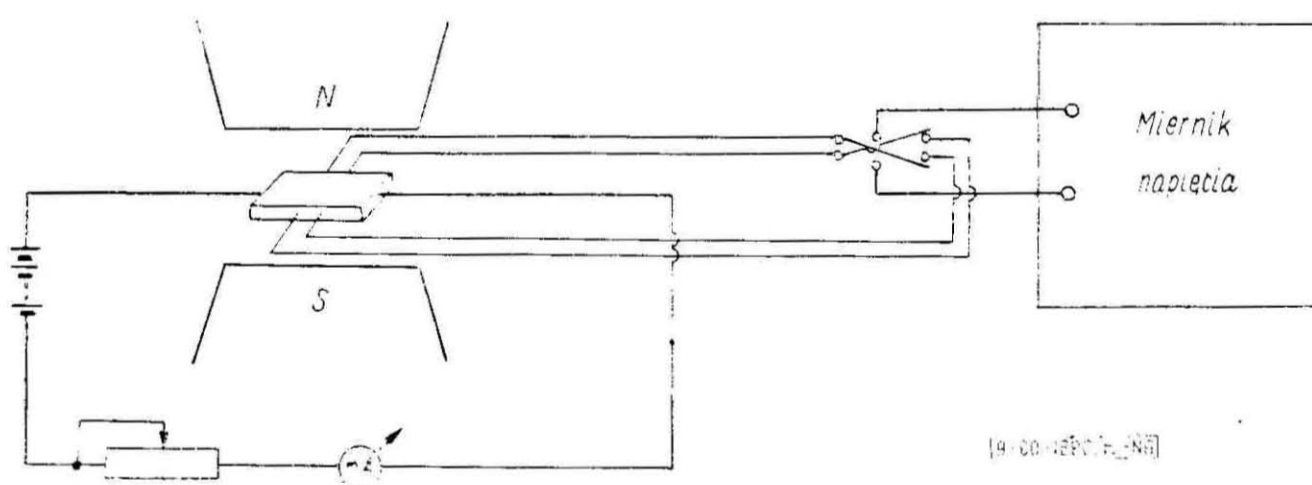
śników (μ) prądu w $\text{cm}^2/(\text{V} \cdot \text{s})$ wg wzoru

$$\mu = \frac{R}{\rho} \quad (7)$$

Koncentrację nośników (n) wyznacza się w cm^{-3} wg wzoru

$$n = \frac{10^{19}}{1,6 \cdot R} \quad (8)$$

Schemat układu pomiarowego przedstawiono na rys. 6.



Rys. 6

Wymagania dotyczące układu pomiarowego — magnes z polem kalibrowanym z dokładnością $\pm 1\%$; w celu wykonania pomiarów z górnej i dolnej części monokryształu należy wyciąć próbkę o kształcie podanym na rys. 7; grubość próbki — $1 \pm 0,1$ mm.

Rozrzut oporu elektrycznego właściwego próbki nie może przekraczać 10% . Powierzchnie boczne próbki zszlifować na proszku alundowym 1800. Po dokładnym zszlifowaniu i wypłukaniu w alkoholu, próbkę należy wytrawić w mieszance CP-4.

Kontakty prądowe próbki (1, 2) oraz napięciowe (3, 4, 5, 6) pokryć stopem o składzie: $95\% \text{ Sn} + 5\% \text{ Sb}$ dla materiału typu n i $97\% \text{ Sn} + 3\%$

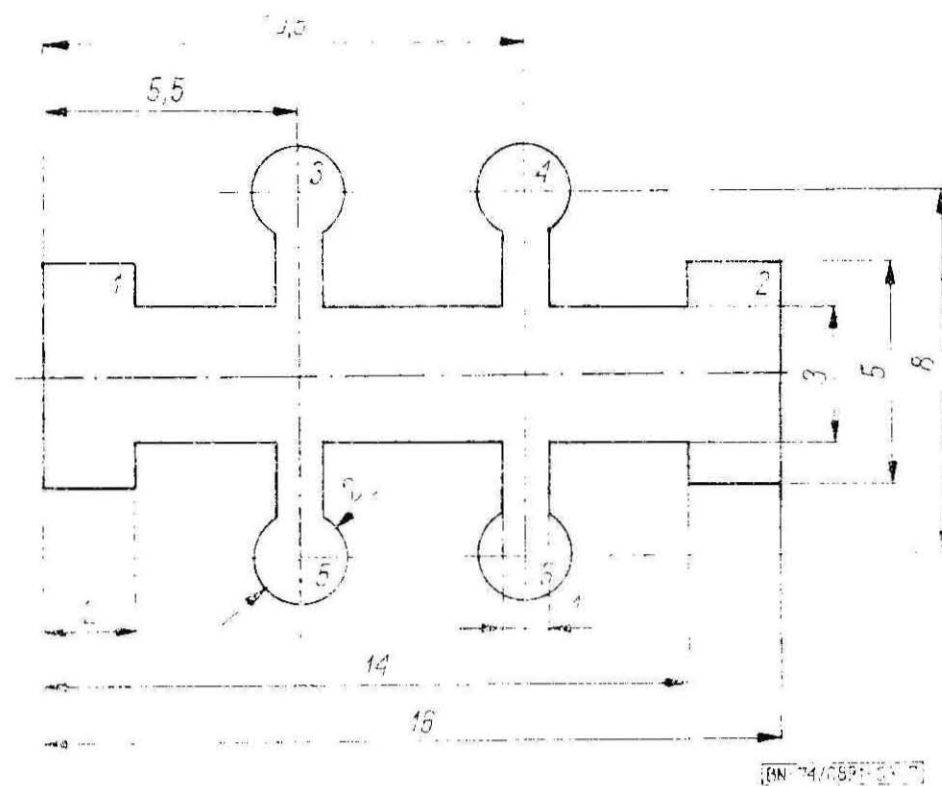
In dla materiału typu p. Do kontaktów należy doprowadzić elektrody, a próbkę umieścić w kriostacie, zapewniającym temperaturę ciekłego azotu w otoczeniu próbki.

Dopuszczalne natężenie prądu płynącego przez badaną próbkę — $I \leq \frac{50}{\rho}$ mA.

Natężenie pola magnetycznego nie może być większe od $0,5$ T.

2.7. Określenie typu przewodnictwa. Typ przewodnictwa germanu należy określać metodą znaku napięcia Hall'a dla germanu o $\rho \geq 40 \Omega \cdot \text{cm}$, dla pozostałych gatunków germanu należy stosować metodę termosondy.

a) Określenie typu przewodnictwa ze znaku napięcia Hall'a. Dla półprzewodnika, w którym nośniki prądu mają znak ujemny (elektrony), współczynnik Hall'a jest mniejszy od zera, tzn. napięcie Hall'a ma znak ujemny. W tym przypadku półprzewodnik ma przewodnictwo typu n. Przy współczynniku Hall'a większym od zera, tj. dodatnim napięciu Hall'a, mamy do czynienia z dodatnimi nośnikami prądu (dziury) i przewodnictwem typu p. W celu wykonania pomiaru

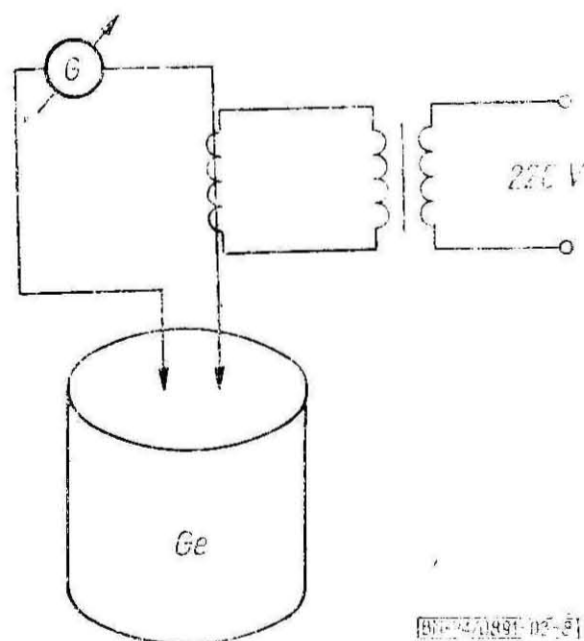


Rys. 7

należy na próbce przygotowanej do pomiaru ruchliwości nośników prądu określić znak napięcia Hall'a i na podstawie podanych zasad określić typ przewodnictwa.

b) Określenie typu przewodnictwa za pomocą termosondy. Określenie typu przewodnictwa oparte jest na zjawisku termoelektrycznym. Zetknięcie gorącej sondy z półprzewodnikiem powoduje wytworzenie dodatkowych par elektron-dziura. W obwodzie zamkniętym sonda gorąca-półprzewodnik-sonda zimna popłynie prąd. Kierunek przepływu prądu wskazuje typ przewodnictwa.

Schemat pomiaru przedstawiono na rys. 8.



Rys. 8

Wymagania dotyczące układu pomiarowego — galwanometr z zerem w środku skali o czułości co najmniej 10^{-7} A; pomiary należy wykonać na górnej i dolnej płaszczyźnie monokryształu; rozstawienie ostrzy sondy — około 10 mm (0,01 m); różnica temperatur pomiędzy ostrzami sondy powinna wynosić 80 — 100°C.

2.8. Określenie gęstości dyslokacji oraz linii dyslokacyjnych należy przeprowadzać metodą

trawienia chemicznego i obserwacji optycznej. Zasada ujawniania dyslokacji poprzez trawienie chemiczne polega na usuwaniu przez roztwór chemiczny atomów związanych słabiej z siecią monokryształu. Słabsze wiązania istnieją w miejscach zakłóceń periodyczności w sieci monokryształu. Dyslokacje po trawieniu chemicznym uwidoczniają się w postaci jamek o geometrii zależnej od symetrii krystalograficznej powierzchni monokryształu, na której ujawnia się dyslokacja. Na powierzchni monokryształu germanu o orientacji zbliżonej do płaszczyzny krystalograficznej /111/ mają one kształt ostrosłupów o podstawie trójkąta.

Gęstość dyslokacji określa się na powierzchniach, których odchylenie od płaszczyzn krystalograficznych /111/ nie przekracza 3° . Badaną powierzchnię należy zeszlifować na szkle proszkiem alundowym o ziarnistości 1800. Po zeszlifowaniu powierzchnię monokryształu należy wytrawić w roztworze polerującym CP-4. Trawić należy do momentu ukazania się brunatnego dymu. Po wypłukaniu i osuszeniu monokryształu należy wykonać następne trawienie w roztworze o czystości cz.d.a. o następującym składzie chemicznym:

80 g $K_3Fe(CN)_6$,
120 g KOH,
1000 cm³ H₂O (dejonizowana)

ujawniającym dyslokacje na płaszczyźnie /111/.

Trawić należy we wrzącym roztworze przez 8 min. Proces trawienia przerywa się wodą dejonizowaną. Płukanie również należy wykonywać w wodzie dejonizowanej przez 5 min. Roztwory można używać po 30 min od czasu ich przygotowania; czas przechowywania przygotowanych roztworów nie może być dłuższy niż 2 tygodnie.

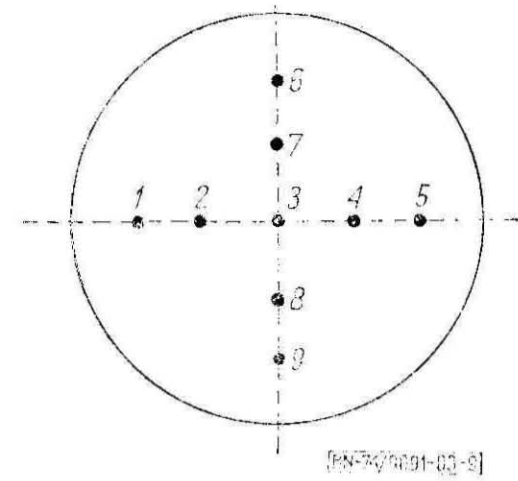
Gęstość dyslokacji oblicza się za pomocą mikroskopu metalograficznego w świetle odbitym.

Obserwacje i obliczenie należy wykonywać w 9 punktach znajdujących się na prostopadłych do siebie kierunkach wg rys. 9 (krawędź stanowi punkt odniesienia), stosując pole widzenia o promieniu zależnym od średniej gęstości dyslokacji.

W tabl. 1 podano zestawienie promieni pól widzenia w mikroskopie w zależności od gęstości dyslokacji.

Tablica 1

Srednia gęstość dyslokacji cm ⁻²	Promień pola widzenia cm	Pole widzenia cm ²
0 ÷ 2000	0,036	1 · 10 ⁻²
2000 ÷ 5000	0,040	0,5 · 10 ⁻²
5000 ÷ 10000	0,023	0,25 · 10 ⁻²
ponad 10000	0,020	0,1256 · 10 ⁻²



Rys. 9

Wzajemny rozkład poszczególnych punktów pomiarowych w zależności od średnicy monokryształu — wg tabl. 2.

Po wytrawieniu jamki dyslokacyjne powinny być ciemne i mieć ostre kontury. W wybranych

Tablica 2

Lp.	Średnica monokryształu	Odległość punktów obserwacji od krawędzi, mm				
		1 i 6	2 i 7	3	4 i 8	5 i 9
1	2					
1	20	2,1	1,8	10,0	13,2	17,9
2	21	2,1	2,0	10,4	13,0	18,9
3	22	2,2	2,2	11,0	13,3	19,8
4	23	2,3	2,4	11,5	13,6	20,8
5	24	2,3	2,5	12,0	13,4	21,7
6	25	2,4	2,6	12,5	13,1	22,5
7	26	2,4	2,7	13,0	13,0	23,5
8	27	2,5	2,8	13,5	13,7	24,5
9	28	2,5	2,9	14,0	13,5	25,5
10	29	2,6	3,0	14,5	13,8	26,4
11	30	2,7	3,0	15,0	13,1	27,3
12	31	2,7	3,2	15,5	13,9	28,3
13	32	2,8	3,3	16,0	14,7	29,2
14	33	2,8	3,5	16,5	15,5	30,2
15	34	2,9	3,8	17,0	16,2	31,1
16	35	3,0	4,0	17,5	17,0	32,0
17	36	3,0	4,2	18,0	17,3	33,0
18	37	3,1	4,4	18,5	18,6	33,9
19	38	3,1	4,6	19,0	19,4	34,9
20	39	3,2	4,8	19,5	20,2	35,8
21	40	3,2	5,0	20,0	21,0	36,8

polach widzenia należy liczyć wszystkie jamki dyslokacyjne.

Uwzględniając powiększenie mikroskopu, gęstość dyslokacji należy podawać w ilości jamek trawienia przypadających na pole o powierzchni 1 cm². W wynikach pomiaru należy podać wszystkie 9 wartości pomiaru gęstości dyslokacji. Podczas trawienia ujawniającego dyslokacje uwidoczniają się również linie dyslokacyjne. Pomiar gęstości jamek dyslokacyjnych w linii wykonuje się za pomocą mikroskopu metalograficznego.

2.9. Pomiar odchylenia płaszczyzny monokryształu germanu od płaszczyzny krystalograficznej (określenie orientacji). Pomiar orientacji należy wykonać jedną z dwóch metod:

- metodą dyfrakcji promieni rentgenowskich,
- metodą optyczną z figur świetlnych.

a) Pomiar orientacji metodą dyfrakcji promieni rentgenowskich oparty jest na zjawisku dyfrakcji promieni rentgenowskich. W zjawisku dyfrakcji — wzmocnienie interferencyjne monochromatycznej wiązki promieni rentgenowskich zachodzi tylko przy kącie padania wiązki, spełniającym równanie:

$$n\lambda = 2d \sin\theta \quad (9)$$

w której:

- n — rząd ugięcia,
- λ — długość fali promieniowania rentgenowskiego,
- d — odległość między sąsiednimi płaszczyznami atomowymi o wskaźnikach $/hkl/$,
- θ — kąt padania wiązki promieni rentgenowskich na płaszczyznę o wskaźnikach $/hkl/$.

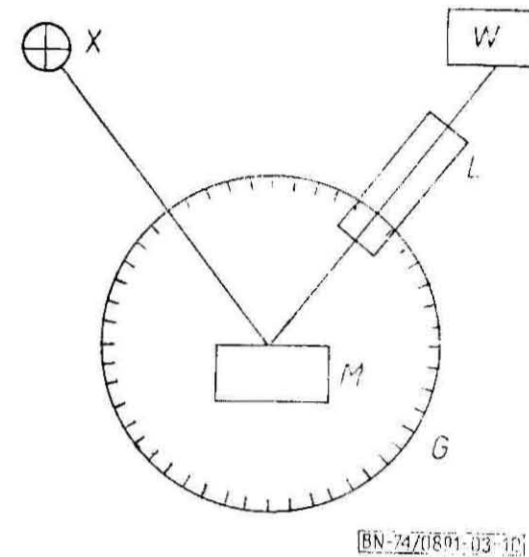
Dla płaszczyzny krystalograficznej $/111/$ germanu wykorzystaniu charakterystycznego promieniowania miedzi $\lambda_{K\alpha}$ Cu kąt padania wiązki wynosi 13°40'.

Dla monokryształu półprzewodnikowego najkorzystniej jest stosować promieniowanie rentgenowskie z anody miedzianej. W celu określenia orientacji należy wyznaczyć najpierw kierunek przecięcia się płaszczyzny krystalograficznej $/111/$ z powierzchnią monokryształu poprzez obrót monokryształu wokół osi własnej na goniometrze ustawionym w ten sposób, aby zachodziło ugięcie na płaszczyznach krystalograficznych $/111/$. Następnie ustawia się monokryształ w ten sposób, aby kierunek przecięcia się powierzchni monokryształu z płaszczyzną $/111/$ był równoległy do osi obrotu goniometru. Obracając monokryształ wokół tej osi, otrzymuje się położenie, przy którym jest rejestrowana ugięta wiązka promieni. Różnica kątów tego ustawienia i kąta θ dla płaszczyzny $/111/$ daje wartość odchylenia płaszczyzny krystalograficznej $/111/$ od powierzchni

monokryształu. Kierunek odchylenia wyznacza prostopadła do kierunku przecięcia się płaszczyzny $/111/$ z powierzchnią monokryształu.

Powierzchnia do pomiaru orientacji powinna być gładka, może być przygotowana przez zeszlifowanie na papierze ściernym o ziarnistości 220 lub 240. Pomiar orientacji wykonuje się za pomocą dyfraktometru rentgenowskiego.

Schemat dyfraktometru przedstawiono na rys. 10.



Rys. 10

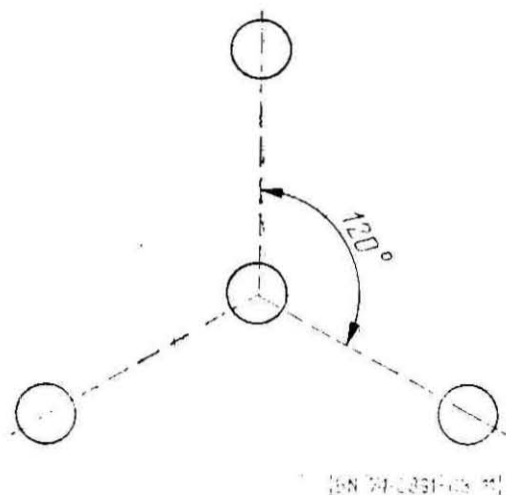
X — źródło promieniowania rentgenowskiego, G — stół goniometryczny, M — mierzony monokryształ, L — licznik promieniowania rentgenowskiego, W — wskaźnik intensywności promieniowania.

Dokładność pomiaru zależy od typu goniometru; powinna wynosić co najmniej 20'.

b) Pomiar orientacji metodą optyczną z figur świetlnych. Do pomiaru orientacji metodą figur świetlnych powierzchnię mierzoną należy zeszlifować na papierze ściernym o ziarnistości 220 oraz wytrawić przez 3 ÷ 4 min w roztworze chemicznym (z odczynnikami cz.d.a. i wodzie dejonizowanej o oporności 5 MΩ) o następującym składzie:

- 4 cz. obj. H₂O,
- 1 cz. obj. HF 48 ÷ 51-procentowy,
- 1 cz. obj. H₂O₂ 30-procentowa.

Zasada metody polega na tym, że powierzchnia monokryształu germanu szlifowana i trawiona odpowiednim roztworem chemicznym wykazuje istnienie na całej powierzchni jamek utworzonych przez płaszczyzny monokryształu, o kształcie zależnym od orientacji krystalograficznej badanej powierzchni. Równoległa wiązka światła odbita od wytrawionej powierzchni monokryształu ustawionego prostopadle do wiązki światła, daje na ekranie charakterystyczny obraz plamek świetlnych, będących odbiciem wiązki światła od ścianek tworzących wytrawioną jamkę. Przy określeniu orientacji powierzchni monokryształu germanu w stosunku do płaszczyzny krystalograficznej $/111/$ figura świetlna powinna mieć kształt wg rys. 11.



Rys. 11

W przypadku istnienia odchylenia powierzchni monokryształu od płaszczyzny krystalograficznej /111/ figura będzie niesymetryczna. Kąt, o który

należy obrócić monokryształ, aby uzyskać symetryczną figurę świetlną, odpowiada kątowi odchylenia powierzchni monokryształu od płaszczyzny krystalograficznej /111/. Kąt ten może być mierzony mechanicznie przez zastosowanie do obrotu monokryształu pokręteł z naniesioną podziałką lub optycznie. Do optycznego pomiaru kąta odchylenia płaszczyzny monokryształu germanu od płaszczyzny krystalograficznej służy skala wykonana na ekranie, na który rzutowany jest obraz przesłony, odbity od płaskorównoległościennego luterska przykładanego do badanej powierzchni.

Dokładność pomiaru badanych kątów powinna wynosić co najmniej 30' (minut).

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Ośrodek Naukowo-Produkcyjny Materiałów Półprzewodnikowych.
2. Autorzy projektu normy — mgr K. Nowysz, mgr M. Pawłowska, mgr J. Grabowski, mgr E. Szyszka.