

HUTNICTWO METALI NIEŻELAZNYCH	NORMA BRANŻOWA	BN-74
	Krzem monokrystaliczny do produkcji elementów półprzewodnikowych	0894-06
	Pręty Metody badań	Grupa katalogowa 152 1914

## 1. WSTĘP

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

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

### 1.3. Określenia

**1.3.1. Płaszczyzna górna monokryształu** - płaszczyzna powstała wskutek odcięcia części monokryształu od strony zarodki.

**1.3.2. Płaszczyzna dolna monokryształu** - płaszczyzna 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 płaszczyźnie monokryształu.

**1.3.4. Obwód monokryształu** - przecięcie powierzchni bocznej monokryształu z płaszczyzną prostopadłą do osi wyciągania.

**1.3.5. Średnica monokryształu** - największą 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 wprowadzanych równomiernie do całej objętości monokryształu maleje e razy (gdzie: e - podstawa logarytmu naturalnego).

**1.3.8. Typ przewodnictwa** - rodzaj większościowych nośników ładunku. Dla krzemu typu n nośnikami większościowymi są elektrony. Dla krzemu typu p nośnikami większościowymi są dziury.

**1.3.9. Odchylenie płaszczyzny monokryształu od płaszczyzny krystalograficznej** - kąt dwuścienny utworzony przez określoną płaszczyznę krystalograficzną i płaszczyznę monokryształu.

**1.3.10. Gęstość dyslokacji** - ilość liniowych zakłóceń sieci monokryształu na  $1 \text{ cm}^2$ , ujawniających się przy trawieniu w postaci jamek.

**1.3.11. 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.

**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 0,1 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 płaszczyznę 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 ( $\rho$ ) określa się w  $\Omega \cdot \text{cm}$  wg wzoru

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

w którym:

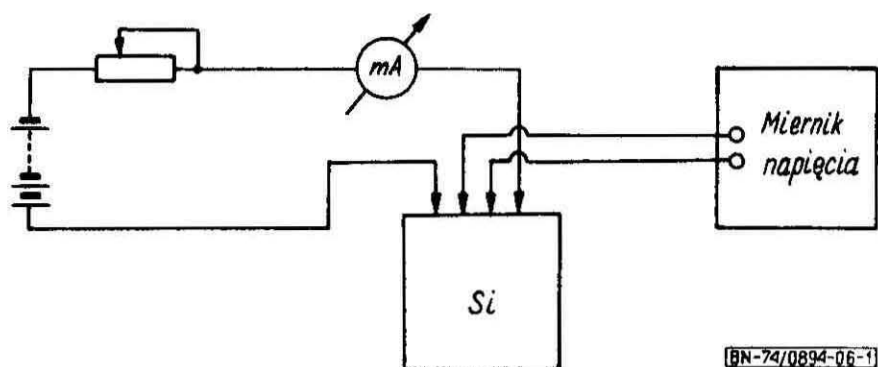
$U$  - spadek napięcia pomiędzy środkowymi ostrzami sondy, mV,

$I$  - prąd zasilania, mA,

$s$  - odległość między ostrzami, cm.

Schemat ideowy układu pomiarowego przedstawiono na rys. 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)



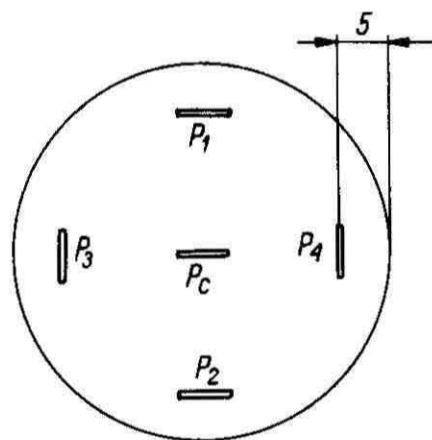
Rys. 1

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

Dopuszczalne natężenie prądu -  $\frac{3}{\rho} \leq I \leq \frac{5}{\rho}$  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 ÷ 320 lub proszkiem ściernym o granulacji 800 i przemyta alkoholem. Pomiar wykonuje się na górnej i dolnej płaszczyźnie monokryształu w 5 punktach na dwóch prostopadłych średnicach (jeden punkt w środku, a 4 pozostałe o 5 mm od brzegu) wg rys. 2.



Rys. 2

Pomiar należy wykonywać w temperaturze otoczenia  $20 \pm 5^\circ\text{C}$ .

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:

$\rho_c$  - 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 odległości co najmniej 4 mm od brzegu w dwóch prostopadłych kierunkach, przy czym punkty pomiarowe powinny być odległe od siebie o 2 mm. Płaszczyznę ostrzy sondy należy ustawić prostopadle do średnicy, na której wykonuje się pomiar.

Niejednorodność elektrycznego oporu właściwego wynosi w %/mm

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

gdzie:

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

$\rho_{sr}$  - 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 ładunku w krzemie należy stosować:

- metodę Spitzer'a - dla krzemu o elektrycznym oporze właściwym od 1 do 200  $\Omega \cdot \text{cm}$  i czasach życia nośników mniejszościowych co najmniej 20  $\mu\text{s}$ ,

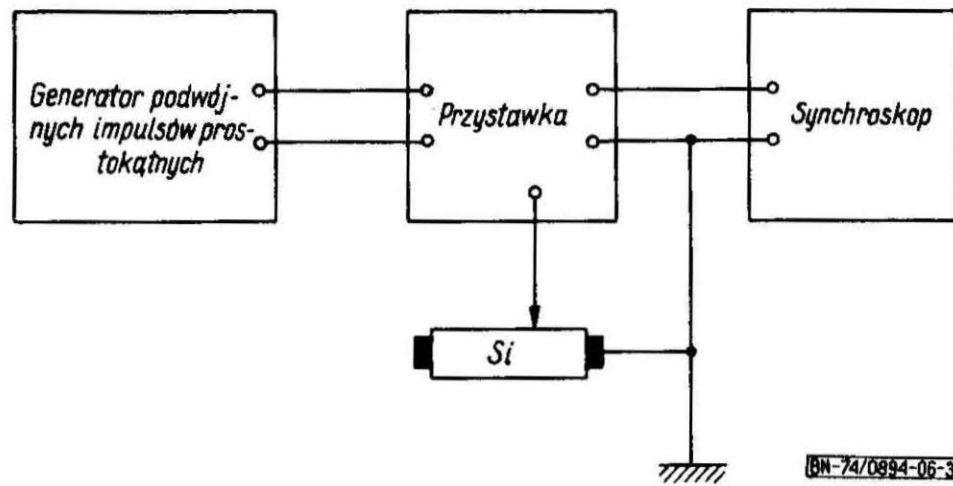
- metodę fotoprzewodnictwa - dla krzemu o elektrycznym oporze właściwym od 0,1 do 1  $\Omega \cdot \text{cm}$  i czasach życia 0,5  $\mu\text{s}$  i dla krzemu o elektrycznym oporze właściwym co najmniej 200  $\Omega \cdot \text{cm}$  i czasach życia nośników co najmniej 0,5  $\mu\text{s}$ .

- metodą kompensacji fazowej - dla krzemu o elektrycznym oporze właściwym co najmniej 200  $\Omega \cdot \text{cm}$  i czasach życia nośników co najmniej 60  $\mu\text{s}$ .

**a) Pomiar czasu życia metodą Spitzer'a.** Zasada pomiaru polega na modulacji przewodnictwa w kontakcie punktowym, przez który podawane są w kierunku przewodzenia dwa prostokątne impulsy prądowe przesunięte w czasie. Nośniki wprowadzone przez pierwszy impuls (wstrzykujący) rekombinują w przerwie między impulsami. Spadek napięcia na początku drugiego impulsu (pomiarowego) jest określony przez koncentrację nośników nadmiarowych, które nie zdążyły zrekombinować w przerwie między impulsami (i zależy od czasu życia nośników). Różnica pomiędzy spadkiem napięcia  $U_1$  na początku pierwszego impulsu a spadkiem napięcia  $U_2$  na początku drugiego impulsu jest funkcją czasu ( $t$ ) pomiędzy impulsami oraz czasu życia ( $\tau$ ) nośników mniejszościowych.

$$U_1 - U_2 = \text{const} e^{-\frac{t}{\tau}} \quad (4)$$

Schemat układu pomiarowego przedstawiono na rys. 3.



Rys. 3

Wymagania dotyczące układu pomiarowego:

- generator podwójnych impulsów prostokątnych o częstotliwości powtarzania impulsów  $20 \div 200$  Hz; regulowana długość impulsów  $50 \div 150$   $\mu$ s; regulowana amplituda impulsów co najmniej do 50 V; czas narastania i opadania impulsów nie większy niż 1  $\mu$ s; odległość między impulsami regulowana od 0 do 2000  $\mu$ s z dokładnością odczytu co najmniej 2%;

- przystawka elektroniczna powinna zapewniać dopasowanie oporu wewnętrznego generatora do oporu szeregowego; ostrze-monokryształ, monokryształ, monokryształ-kontakt niklowy; powinna być wyposażona w dyskryminator napięcia płynnie regulowany od 0 do 50 V;

- synchronoskop o pasmie przenoszenia  $5 \cdot 10^5$  Hz, czułości 0,05 V/cm i liniowości wzmacnienia na wysokości co najmniej 4 cm ekranu.

Powierzchnię 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 w mieszance CP-8 o następującym składzie:

100 cm<sup>3</sup> 48 ÷ 51-procentowego HF, cz.d.a.,

200 cm<sup>3</sup> 63 ÷ 65-procentowego HNO<sub>3</sub>, cz.d.a.

Trawić do ujawnienia się brunatnych tlenków azotu.

W celu zmniejszenia oporu elektrycznego kontaktu, na powierzchni boczne monokryształu należy nanieść elektrolitycznie warstwę niklu o powierzchni nie mniejszej niż 1 cm<sup>2</sup>.

Skład elektrolitu:

NiSO<sub>4</sub> · 7 H<sub>2</sub>O - 140 g cz.d.a.,

NaSO<sub>4</sub> · 10 H<sub>2</sub>O - 50 g cz.d.a.,

H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> - 20 g cz.d.a.,

NaCl - 5 g cz.d.a.,

H<sub>2</sub>O destylowana - 1 l.

Materiał elektrod: anoda - niklowa, katoda - kryształ Si.

Gęstość prądu nie może przekraczać 10 mA/cm<sup>2</sup> powierzchni kontaktu.

Do pomiaru krzemu typu n należy stosować ostrza aluminiowe. Do pomiaru krzemu typu p należy stosować ostrza z fosforobrazu. Pomiar należy wykonać na obu płaszczyznach monokryształu, na dwóch

prostopadłych średnicach, w odległości  $d/4$  ( $d$  - średnica monokryształu) od brzegu. Czas życia nośników należy mierzyć nie później niż w 2 godz po wytrawieniu.

Kontakt ostrze-monokryształ krzemu należy uformować napięciem stałym. Przez ostrze podaje się na monokryształ dwa prostokątne impulsy prądu w kierunku przewodzenia. Czas trwania impulsu wstrzykującego powinien wynosić co najmniej  $3\tau$ . Odczyt czasu życia wykonuje się z nachylenia prostej określonej wzorem

$$\ln(U_1 - U_2) = f(t) \quad (5)$$

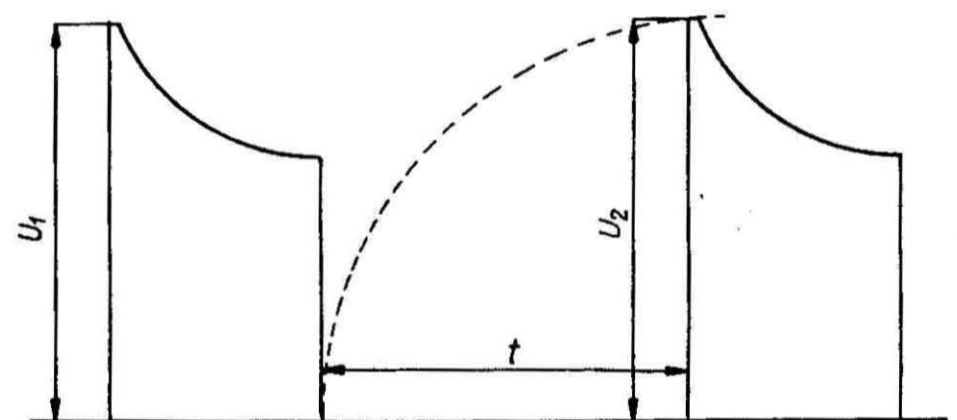
w którym:

$U_1 - U_2$  - różnica napięć między dwoma sąsiednimi punktami pomiarowymi,

$t$  - czas między impulsami.

Dopuszcza się odczyt czasu życia nośników z dwóch punktów.

Kiedy  $U_1 - U_2 = 1$  i  $U'_1 - U'_2 = 2,7$ , wówczas  $\tau = t_1 - t_2$ , przy czym opóźnienie między impulsami  $t$  (rys. 4) nie może być mniejsze niż 3.



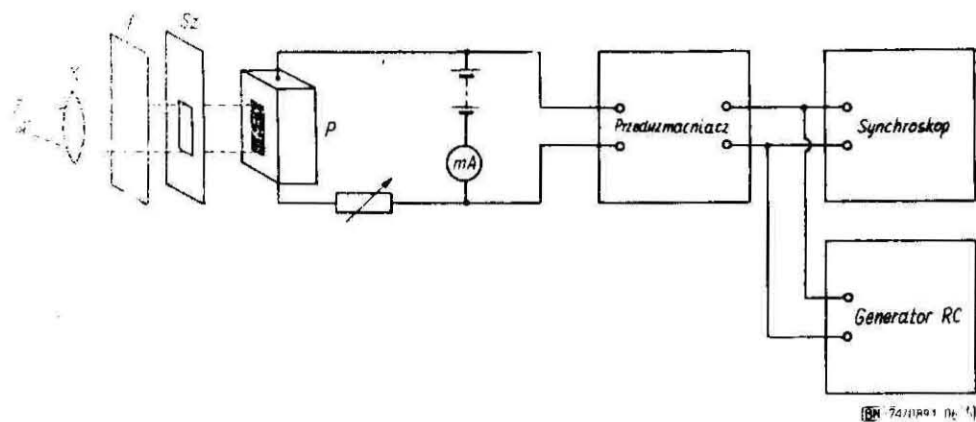
Rys. 4

Pomiar czasu życia należy wykonywać przy takich impulsach prądu, dla których mierzona wartość czasu życia jest niezależna od wartości amplitudy prądu.

Błąd pomiaru metody - nie większy niż  $\pm 20\%$ .

**b) Pomiar czasu życia metodą zaniku fotoprzewodnictwa.** Zasada pomiaru polega na modulacji przewodnictwa w próbce pod wpływem oświetlenia (krótkiego błysku). Zmiana koncentracji nośników w czasie zależy od czasu życia nośników. Zmianę tę określa się, oceniając zmianę czasową napięcia na próbce, przez którą płynie prąd. Z krzywej zaniku napięcia określa się czas życia nośników mniejszościowych.

Schemat blokowy układu pomiarowego przedstawiono na rys. 5.



Rys. 5

S - źródło światła, K - kondensator optyczny F - filtr,  
Sz - szczelina, P - próbka.

Wymagania dotyczące układu pomiarowego:

- synchronoskop z przedwzmacniaczem
- czułość 0,5 mV/cm,
- szerokość pasma przepuszczenia  $2 \cdot 10^6$  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 mA  $\pm 0,5\%$ .

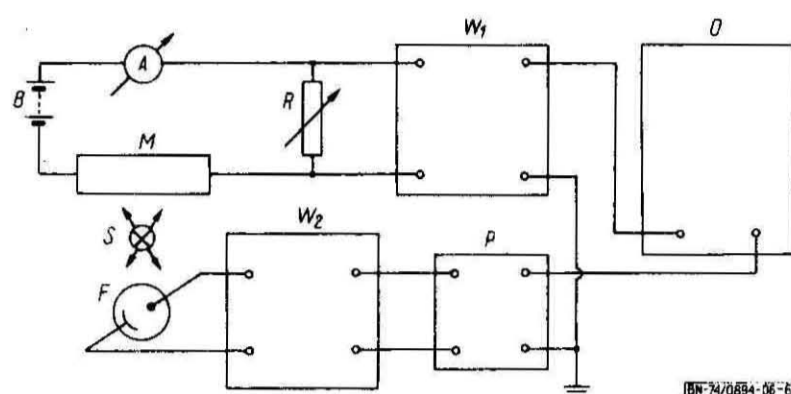
Czas trwania błysku powinien być nie większy niż 0,1  $\mu$ s. Do pomiaru należy stosować filtr krzemowy o grubości 200  $\mu$ m. Promień świetlny powinien padać prostopadle do powierzchni próbki. Niedopuszczalne jest oświetlenie kontaktów i brzegów próbki. Z dolnej części każdego mierzonego monokryształu 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 próbki należy zeszlifować na papierze ściernym wodoodpornym o ziarnistości: 150, 240, 360, a następnie na proszku alundowym 1800. Po dokładnym zeszlifowaniu i wypłukaniu, próbkę należy wytrawić w mieszance CP-8. Na powierzchni czołowej próbki należy nanieść elektrolitycznie warstwę niklu.

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.

c) Pomiar czasu życia metodą kompensacji fazy. Zasada pomiaru polega na modulacji przewodnictwa monokryształu pod wpływem światła, którego natężenie w czasie zmienia się sinusoidalnie. Zmiana koncentracji powstałych nośników zależy od czasu ich życia. Zmianę tę określa się, porównując fazę fotoprądu płynącego przez monokryształ z fazą fotoprądu płynącego w obwodzie fotokomórki, przy czym monokryształ i fotokomórka są oświetlone tym samym źródłem światła. Opóźnienie w fazie fotoprądu pochodzącego od monokryształu występuje wskutek nie-

jednoczesnych zmian koncentracji nośników ze zmianami natężenia światła. Różnica faz wymienionych fotoprądów jest miarą czasu życia.

Schemat układu pomiarowego przedstawiono na rys. 6.



Rys. 6

S - źródło światła, M - badany monokryształ, B - bateria zasilająca, A - miliamperomierz, R - opornik dopasowujący, F - fotokomórka,  $W_1, W_2$  - wzmacniacz, P - przesuwnik fazowy, O - synchronoskop.

Wymagania dotyczące układu pomiarowego - natężenie źródła światła modulowanym sinusoidalnie  $W_1$  i  $W_2$ ; współczynnik wzmocnienia  $K = 100$ ; szумы własne; P powinien umożliwiać zmiany fazy w zakresie  $0 \div 67^\circ$ ; czułość synchronoskopu 5 mV/cm.

Manipulator powinien umożliwiać przemieszczenie źródła światła wzdłuż monokryształu.

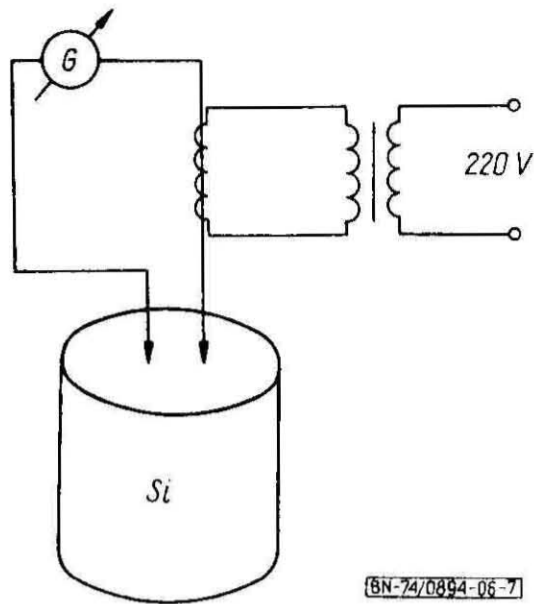
Pomiar wykonać przy prądzie polaryzacji odpowiadającym maksymalnej czułości układu. Na powierzchniach poprzecznych monokryształu nanieść warstwę niklu wg poz. a). Przemieszczając źródło światła wzdłuż monokryształu, wykonać pomiary w odległości 1 cm, 2 cm, 4 cm, 6 cm ..... itd.

Temperatura w czasie pomiaru od płaszczyzny górnej do płaszczyzny dolnej -  $20 \pm 5^\circ \text{C}$ . Błąd pomiaru nie powinien być większy niż 20% dla czasów życia nośników co najmniej 150  $\mu$ s.

2.6. Określenie typu przewodnictwa. Typ przewodnictwa krzemu należy określić metodą termosondy dla krzemu o  $\rho < 100 \Omega \cdot \text{cm}$  lub metodą charakterystyki prądowo-napięciowej dla krzemu o  $\rho \geq 100 \Omega \cdot \text{cm}$ .

a) Określenie typu przewodnictwa za pomocą termosondy 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 pomiarowy przedstawiono na rys. 7.



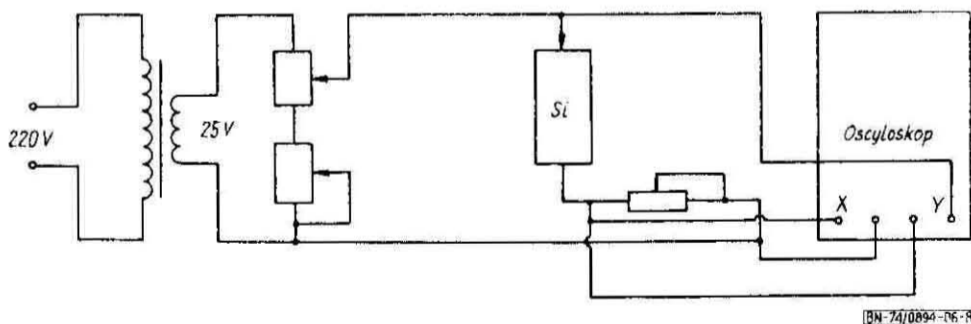
BN-74/0894-06-7

Rys. 7

Wymagania dotyczące układu pomiarowego - kierunku prądu (typ przewodnictwa) galwanometru z zerem w środku skali o czułości co najmniej  $10^{-7}$  A; pomiar należy przeprowadzać na górnej i dolnej płaszczyźnie monokryształu; różnica temperatur pomiędzy ostrzami sondy powinna wynosić 80 - 100°C; rozstawienie ostrzy sondy - około 10 mm.

b) Określenie typu przewodnictwa z charakterystyki prądowo-napięciowej oparte jest na zjawisku prostowania prądu przez kontakt punktowy metal-półprzewodnik. Dla materiału typu n prąd w kierunku przewodzenia płynie od półprzewodnika do metalicznego ostrza, dla materiału typu p kierunek prądu przewodzenia jest przeciwny.

Schemat układu pomiarowego przedstawiono na rys. 8.



BN-74/0894-06-8

Rys. 8

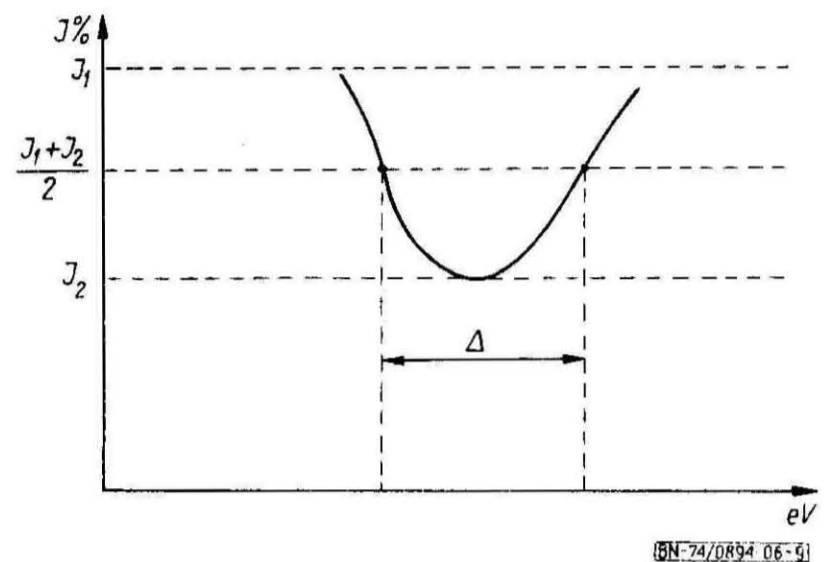
Wymagania dotyczące układu pomiarowego - oscyloskop o czułości 20 mV/cm.

Pomiar należy przeprowadzić na powierzchniach czołowych monokryształów. W tym celu należy na powierzchnię boczną monokryształu nanieść kontakt omowy. Typ przewodnictwa określa się z kierunku prądu przewodzenia.

2.7. Pomiar koncentracji tlenu w krzemie określa się metodą absorpcji w podczerwieni, wykorzystując zjawisko występowania absorpcji przy długości fali 9,1  $\mu\text{m}$  uwarunkowane wiązaniem tlen-krzem. Pomiar jest możliwy dla krzemu o oporze elektrycznym właściwym większym niż  $0,5 \Omega \cdot \text{cm}$  oraz dla koncentracji tlenu powyżej  $10^{17} \text{ cm}^{-3}$ . Po-

miar należy przeprowadzić na płytkach krzemu o grubości 10 mm. Powierzchnie płytek należy obustronnie polerować do chropowatości około 0,06  $\mu\text{m}$  z zachowaniem płaskorównoległości w granicach 50  $\mu\text{m}$ , a następnie oczyścić alkoholem. Pomiar absorpcji przeprowadzić w zakresie widma 8 ÷ 10  $\mu\text{m}$ .

Wykres zależności przepuszczanego światła przez badaną próbkę od długości fali należy sporządzić wg rys. 9.



BN-74/0894-06-9

Rys. 9

Współczynnik absorpcji ( $\alpha$ ) należy obliczyć w  $\text{cm}^{-1}$  wg wzoru

$$\alpha = \frac{2,31}{d} \cdot \lg \frac{J_1}{J_2} - \frac{0,375}{d} \cdot \frac{J_1^2 - J_2^2}{J_0^2} \quad (6)$$

w którym:

- $J_1$  - przepuszczalność światła w punkcie minimalnego pochłaniania %,
- $J_2$  - przepuszczalność światła w punkcie maksymalnego pochłaniania %,
- $d$  - grubość próbki cm,
- $J_0$  - 100-procentowa przepuszczalność ustawiona na mierniku.

Koncentrację tlenu ( $N_{O_2}$ ) należy wyznaczyć w  $\text{cm}^{-3}$  wg wzoru

$$N_{O_2} = 3,4 \cdot 10^{19} (\alpha - \alpha_g) \Delta \quad (7)$$

w którym:

- $\alpha_g = 0,46$  - poprawka uwzględniająca pochłanianie spowodowane drganiami sieci,
- $\Delta$  - szerokość krzywej mierzona na poziomie przepuszczania,  $\frac{J_1 + J_2}{2}$ , eV.

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 uwidaczniają się w postaci jamek o geometrii zależnej od symetrii krystal-

graficznej powierzchni monokryształu, na której ujawnia się dyslokacja. Jamki trawienia na płaszczyźnie /111/ mają kształt stożka o podstawie trójkąta, na płaszczyźnie /100/ mają kształt stożka o podstawie kwadratu lub wydłużonego rombu, a na płaszczyźnie /110/ mają kształt stożka o podstawie prostokąta.

Gęstość dyslokacji określa się na powierzchniach, których odchylenie od płaszczyzn krystalograficznych /111/, /100/ i /110/ nie przekracza  $3^\circ$ . Badaną powierzchnię należy zeszlifować na szkleproszkiem alundowym o ziarnistości 1800. Po zeszlifowaniu powierzchni badanych monokryształów należy wytrawić przez 4 ÷ 6 min w roztworze polerującym o następującym składzie:

887 cm<sup>3</sup> HF cz.d.a., 48 ÷ 51-procentowy,  
715 cm<sup>3</sup> HNO<sub>3</sub> cz.d.a., 62 ÷ 65-procentowy,  
1000 cm<sup>3</sup> CH<sub>3</sub>COOH cz.d.a., lodowaty.

Po wypłukaniu i osuszeniu należy wykonać trawienie w roztworze ujawniającym defekty struktury (tabl. 1).

Tablica 1

Lp.	Płaszczyzna	Składniki roztworu cz.d.a.					Czas trawienia min
		CrO <sub>3</sub> g	HF cm <sup>3</sup>	HNO <sub>3</sub> cm <sup>3</sup>	CH <sub>3</sub> COOH cm <sup>3</sup>	H <sub>2</sub> O cm <sup>3</sup>	
1	2	3	4	5	6	7	8
1	/111/	2,5	7,5	-	-	12,5	20÷40
2	/110/	100	355	-	-	200	20÷25
3	/100/	-	100	300	1000	-	720

Opór elektryczny właściwy wody dejonizowanej powinien wynosić minimum 4 MΩ · cm. Monokryształy o orientacji /111/, o zakresie oporności  $\rho > 1 \Omega \cdot \text{cm}$  należy trawić 20 min, o zakresie oporności  $\rho < 1 \Omega \cdot \text{cm}$  - 40 min. W przypadku nieujawnienia się dyslokacji w monokryształe podczas trawienia należy monokryształ ponownie trawić razem z próbką, tzw. wzorcową, o której wiadomo, że ma dyslokacje i zakres oporności odpowiadający oporności badanego monokryształu. Jeżeli w tym samym procesie trawienia na próbce wzorcowej ujawnią się dyslokacje, a nie ujawnią się na badanym monokryształe, będzie to dowodem, że badany monokryształ nie ma dyslokacji. Roztwory można używać po 30 min od czasu ich przygotowania; czas przechowywania przygotowanych roztworów nie może być dłuższy niż 2 tygodnie.

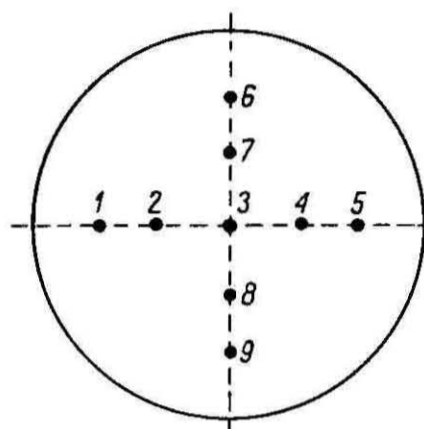
Gęstość dyslokacji należy obliczać za pomocą mikroskopu metalograficznego w świetle odbitym, stosując pole widzenia o promieniu zależnym od średniej gęstości dyslokacji.

W tabl. 2 podano zestawienie promieni pól widzenia w mikroskopie w zależności od średniej gęstości dyslokacji.

Tablica 2

Średnia gęstość dyslokacji, cm <sup>-2</sup>	Promień pola widzenia, cm	Pole widzenia cm <sup>2</sup>
0 ÷ 2000	0,056	1 · 10 <sup>-2</sup>
2000 ÷ 5000	0,040	0,5 · 10 <sup>-2</sup>
5000 ÷ 10 000	0,028	0,25 · 10 <sup>-2</sup>
ponad 10 000	0,020	0,1256 · 10 <sup>-2</sup>

Obserwacje i obliczenia należy przeprowadzić w 9 punktach znajdujących się na prostopadłych do siebie kierunkach wg rys. 10.



BN-74/0894-06-10

Rys. 10

Wzajemny rozkład punktów pomiarowych w zależności od średnicy monokryształu podano w tabl. 3.

W wybranych polach widzenia należy liczyć wszystkie jamki trawienia odpowiadające dyslokacjom (jamki o ostro zarysowanych konturach z wyraźnym wierzchołkiem stożka). Nie należy liczyć jamek płytkich o zaokrąglonych konturach, bez stożkowego wierzchołka.

Gęstość dyslokacji należy podawać w ilości jamek trawienia przypadających na pole o powierzchni 1 cm<sup>2</sup>. W wynikach pomiaru należy podawać wszystkie 9 wartości pomiaru gęstości dyslokacji. Pomiar ilości jamek dyslokacyjnych w linii dyslokacyjnej na długości 1 mm wykonuje się za pomocą mikroskopu metalograficznego.

2.9. Pomiar odchylenia płaszczyzny monokryształu od płaszczyzny krystalograficznej (określenie orientacji) wykonuje się metodą dyfrakcji promieni rentgenowskich. W zjawisku dyfrakcji wzmocnienie interferencyjne monochromatycznej wiązki promieni rentgenowskich zachodzi tylko przy kącie padania wiązki, spełniającym równanie:

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (8)$$

w którym:

- $n$  - rząd ugięcia,
- $\lambda$  - długość fali charakterystycznego promieniowania rentgenowskiego,
- $d$  - odległość między kolejnymi płaszczyznami atomowymi o wskaźnikach (hkl),
- $\theta$  - kąt padania promieni rentgenowskich na płaszczyznę o wskaźnikach (hkl).

Tablica 3

Lp.	Średnica monokryształu	Odległość punktów obserwacji od krawędzi, mm				
		pole obserwacji 1 i 6	pole obserwacji 2 i 7	pole obserwacji 3	pole obserwacji 4 i 8	pole obserwacji 5 i 9
1	2	3	4	5	6	7
1	20	2,1	4,8	10,0	15,2	17,9
2	21	2,1	5,0	10,5	16,0	18,9
3	22	2,2	5,2	11,0	16,8	19,8
4	23	2,2	5,4	11,5	17,6	20,8
5	24	2,3	5,6	12,0	18,4	21,7
6	25	2,4	5,9	12,5	19,1	22,6
7	26	2,4	6,1	13,0	19,9	23,6
8	27	2,5	6,3	13,5	20,7	24,5
9	28	2,5	6,5	14,0	21,5	25,5
10	29	2,6	6,7	14,5	22,3	26,4
11	30	2,7	6,9	15,0	23,1	27,3
12	31	2,7	7,1	15,5	23,9	28,3
13	32	2,8	7,3	16,0	24,7	29,2
14	33	2,8	7,5	16,5	25,5	30,2
15	34	2,9	7,8	17,0	26,2	31,1
16	35	3,0	8,0	17,5	27,0	32,0
17	36	3,0	8,2	18,0	27,8	33,0
18	37	3,1	8,4	18,5	28,6	33,9
19	38	3,1	8,6	19,0	29,4	34,9
20	39	3,2	8,8	19,5	30,2	35,8
21	40	3,2	9,0	20,0	31,0	36,8
22	41	3,3	9,2	20,5	31,8	37,7
23	42	3,4	9,5	21,0	32,5	38,6
24	43	3,4	9,7	21,5	33,3	39,6
25	44	3,5	9,9	22,0	34,1	40,5
26	45	3,5	10,1	22,5	34,9	41,5
27	46	3,6	10,3	23,0	35,7	42,4
28	47	3,7	10,5	23,5	36,5	43,3
29	48	3,7	10,7	24,0	37,3	44,3
30	49	3,8	10,9	24,5	38,1	45,2
31	50	3,8	11,1	25,0	38,9	46,2
32	51	3,9	14,4	25,5	39,6	47,1
33	53	4,0	11,8	26,5	41,2	49,0
34	54	4,1	12,0	27,0	42,0	49,9
35	55	4,1	12,2	27,5	42,8	50,9
36	56	4,2	12,4	28,0	43,6	51,8
37	57	4,2	12,6	28,5	44,4	52,8
38	58	4,3	12,8	29,0	45,2	53,7
39	59	4,4	13,0	29,5	46,0	54,6
40	60	4,4	13,3	30,0	46,7	55,6

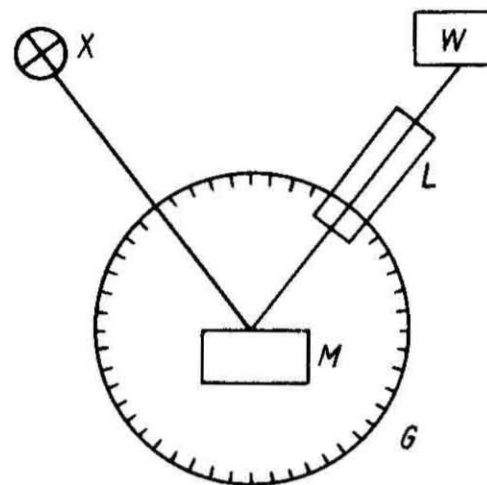
Dla poszczególnych płaszczyzn krystalograficznych krzemu przy wykorzystaniu promieniowania miedzi  $\lambda_{K\alpha Cu}$  kąty  $\theta$  wynoszą:

$$\begin{aligned}\theta_{/111/} &= 14^{\circ}44' \\ \theta_{/110/} &= 23^{\circ}40' \\ \theta_{/100/} &= 34^{\circ}36',\end{aligned}$$

przyjmując stałą sieci dla krzemu  $a_{Si} = 5,43073 \text{ \AA}$  i  $\lambda_{K\alpha Cu} = 1,54178 \text{ \AA}$ .

W celu określenia orientacji należy wyznaczyć kierunek przecięcia się odpowiedniej płaszczyzny krystalograficznej z powierzchnią monokryształu przez obrót monokryształu wokół osi własnej na goniometrze ustawionym w ten sposób, aby zachodziło ugięcie na odpowiedniej płaszczyźnie krystalograficznej. Następnie należy ustawić monokryształy w ten sposób, aby kierunek przecięcia się powierzchni z odpowiednią płaszczyzną był równoległy do osi obrotu goniometru. Obracając monokryształy wokół tej osi, otrzymuje się położenie, przy którym jest rejestrowana ugięta wiązka promieni. Różnica kątów tego ustawienia i kąta  $\theta$  dla danej płaszczyzny krystalograficznej daje wartość odchylenia tej płaszczyzny od powierzchni monokryształu. Kierunek odchylenia wyznacza prostopadła do kierunku przecięcia się płaszczyzny krystalograficznej z powierzchnią monokryształu. Pomiar orientacji wykonuje się za pomocą dyfraktometru rentgenowskiego.

Zestaw elementów wchodzących w skład dyfraktometru - wg rys. 11.



Rys. 11

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

Powierzchnie monokryształu, na których określa się orientację, powinny być płaskie; mogą być przygotowane przez zeszlifowanie na papierze ściernym o ziarnistości 220 lub 240. Błąd pomiaru orientacji zależy od typu goniometru i nie powinien przekraczać  $20'$  (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.