



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

214 252

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 10 09 80
(21) PV 6122-80

(51) Int. Cl.³ H 01 L 21/302

(40) Zveřejněno 15 09 81
(45) Vydáno 01 06 84

(75)

Autor vynálezu HRUBÝ ARNOŠT ing. CSc., ŠTĚPÁNEK BEDŘICH ing. CSc., PRAHA

(54) Způsob lesklého leptání krystalů galliumarsenidu

Vyález se týká způsobu lesklého leptání krystalů galliumarsenidu, jejichž povrch byl předem opracován broušením nebo lapováním.

Samotné mechanické broušení povrch rozmazává, takže pro metalografické účely nebo pro polovodičovou techniku a optiku je krystaly leštit leptáním. Dosud používaná leptadla jsou látky jedovaté, agresivní, či těkavé. Celkové opracování vzorků je pak časově náročné a tudíž neekonomické.

Tyto nevýhody odstraňuje způsob lesklého leptání krystalů galliumarsenidu, jehož podstatou je, že na krystal galliumarsenidu se za intenzivního míchání působí při teplotě 50 až 70 °C po dobu 3 až 5 sekund leptadlem, složeným ze 3 dílů za studena nasyceného vodného roztoku kyseliny vinné a 1 dílů koncentrované kyseliny dusičné, pak se krystal opláchne vodou a celý postup se tři až pětkrát opakuje. Galliumarsenid, oleptaný způsobem podle vynálezu, se používá pro specifikaci polovodičových prvků, vyrobených z galliumarsenidu v polovodičové technice a optice.

Vynález se týká způsobu lesklého leptání krystalů galliumarsenidu, jejichž povrch byl předem opracován broušením nebo lapováním.

Existuje celá řada použitelných způsobů pro leptání a leštění krystalického galliumarsenidu. Tyto způsoby jsou založeny na mechanickém leštění s následovným chemickým leštěním. Použití samotného mechanického broušení a lapování povrch rozmazává, takže není pak možné vzorky galliumarsenidu použít pro metalografické účely či polovodičovou techniku a optiku. Je tedy nutné po mechanickém obroušení ještě dále vzorky galliumarsenidu leštit leptáním.

Krystaly galliumarsenidu se nejčastěji leptají na lesk použitím leptadel o složení HNO_3 + a $\text{HF} + \text{H}_2\text{O}$ (R. K. Willardson, H. L. Goering: Preparation of III-V Compounds, vol. I, New York, Reinhold Publ. Cer. /1962/) po dobu 20 až 40 minut, nebo kyselina dusičná + kyselina citronová (G. A. Katajev, B. P. Sannikov: Ref. Ž. Met. N° 2, 216 /1969/) po dobu 45 minut. Použití výše uvedených leptadel je příliš náročné na čas, leptací doby jsou velice dlouhé a práce s nimi neekonomická.

Jiní autoři používají leptadel, která jsou složena z látek silně těkavých: $\text{HCl} + \text{HNO}_3$ (R. K. Willardson, H. L. Goering: Preparation of III-V Compounds, vol. I, New York, Reinhold Publ. Cer. /1962/), nebo dokonce roztok s NaClO , který uvolňuje velké množství volného chloru při leptání (H. Hartnagel, B. L. Weiss: J. Mater. Sci. 8 /1973/ 1061). Používání těchto druhů leptadel vyžaduje složitá bezpečnostní opatření, která práci ztěžují a mnohdy jsou na úkor přesnosti výsledku. Obdobně je tomu u případů, kdy jsou použity v leptadlech látky silně jedovaté, jako je tomu v případě leptadla s CrO_3 (M. S. Abrahams, C. J. Buicchi: J. appl. Phys 36, 2855 /1965/) či látek silně agresivních, jakým je leptadlo podle J. G. Grahmaiera a C. B. Watsona (Phys. St. Solidi 32 /1969/ K 13), kde je použito roztaveného hydroxidu draselého.

Práce s leptadly, obsahujícími látky jedovaté, agresivní, či těkavé, přináší vždy značné potíže. Je nutné dbát na přísné bezpečnostní předpisy, které vedou vždy ke zdlouhavé přípravě a finální práci. Celkové opracování vzorků galliumarsenidu je pak časově náročné a tudíž neekonomické.

Tyto nevýhody odstraňuje způsob lesklého leptání krystalů galliumarsenidu podle vynálezu, jehož podstatou je, že na krystal galliumarsenidu se za intenzivního míchání působí při teplotě 50 až 70 °C po dobu 3 až 5 sekund leptadlem, složeným ze 3 dílů za studena nasyceného vodného roztoku kyseliny vinné a 1 dílu koncentrované kyseliny dusičné, pak se krystal opláchne vodou a celý postup se tři až pětkrát opakuje.

Výhodou tohoto způsobu lesklého leptání krystalů galliumarsenidu je, že neobsahuje látky těkavé, jedovaté a agresivní a leptací časy jsou velice krátké, takže celý postup trvá zhruba dvě až pět minut. Použité látky jsou levné a snadno dostupné.

Před lesklým leptáním podle vynálezu se krystal galliumarsenidu obrousí za mokra s malým přídavkem glycerinu a několika kapek saponátu karborundovým práškem (brusivem) č. 400 na skleněné desce, pak se vzorek důkladně opláchne ve vodě a přebrousí se stejným způsobem, avšak za použití brusiva č. 600, a po dalším opláchnutí ještě brousí dále brusivem č. 800. Dokonale opláchnutý vzorek galliumarsenidu se oleptá k dosažení lesku leptadlem o složení:

3 díly za studena nasyceného vodného roztoku kyseliny vinné a 1 díl koncentrované kyseliny dusičné.

Vlastní způsob leptání se provádí v leptadle, ohřátém na teplotu 50 až 70 °C a vzorkem galliumarsenidu se v roztoku intenzivně míchá. Po 3 až 5 sekundách působení leptadla na vzorek galliumarsenidu se krystal vyjme a opláchne v proudící vodě. Vizuelní kontrolou se posoudí lesk opracovaného povrchu a leptací proces se v případě nedostatečné kvality lesku opakuje 3 až 5 x, tedy až se docílí požadovaného lesku povrchu vzorku galliumarsenidu.

Následující příklady mají pouze objasnit předmět vynálezu, aniž by jej jakýmkoliv způsobem omezovaly.

Příklad 1

Dokonale obroušený vzorek galliumarsenidu byl důkladně opláchnut ve vodě a vložen do leptadla o složení podle vynálezu. Leptací roztok byl ohřát na 60 °C. Se vzorkem galliumarsenidu se intenzivně míchalo po dobu 5 sekund, pak se galliumarsenid rychle vsunul pod proudící vodu, řádně opláchl a po vizuelní kontrole, zda je povrch dostatečně lesklý, ještě dvakrát po 5 sekundách oleptal a vždy opláchl a zkontroloval. Oleptaná plocha se pak podrobila kontrole a metalografickém mikroskopu při zvětšení 200 a 500 x. Oleptaný povrch byl velice dobrý - lesklý.

Příklad 2

Dokonale obroušený vzorek galliumarsenidu byl důkladně opláchnut ve vodě a vložen do leptadla o složení podle vynálezu. Leptací roztok byl ohřát na 70 °C. Se vzorkem galliumarsenidu se intenzivně míchalo v leptadle po dobu 4 sekund, pak se vzorek rychle vsunul pod tekoucí vodu, opláchl a po vizuelní kontrole, zda je povrch dostatečně lesklý, ještě třikrát po 4 sekundách oleptal, vždy opláchl a opět zkontroloval. Oleptaný povrch se pak prověřil n metalografickém mikroskopu při zvětšení 200 a 500 x. Povrch byl velice dobrý - lesklý.

Způsob lesklého leptání podle vynálezu je možno využít ve všech laboratořích, kde se připravuje krystalický galliumarsenid.

S galliumarsenidem, oleptaným na lesk podle tohoto vynálezu se dále provádí další leptání pro zjištění dislokací nebo leptání pro stanovení krystalických zrn.

Galliumarsenid, oleptaný způsobem podle vynálezu se používá pro specifikaci polovodičových prvků, vyrobených z galliumarsenidu v polovodičové technice a optice.

P R Ě D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob lesklého leptání krystalů galliumarsenidu předem mechanicky opracovaných broušením, vyznačující se tím, že na krystal galliumarsenidu se za intenzivního míchání působí při teplotě 50 až 70 °C po dobu 3 až 5 sekund leptadlem, složeným ze tří dílů za studena nasyceného vodného roztoku kyseliny vinné a 1 dílů koncentrované kyseliny dusičné, pak se krystal opláchneme vodou a celý postup se tři až pětkrát opakuje.