



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU 213 543

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 24 02 81
(21) PV 1310 - 81

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.³ H 01 L 21/302

(40) Zveřejněno 10 09 81
(45) Vydáno 01 03 84

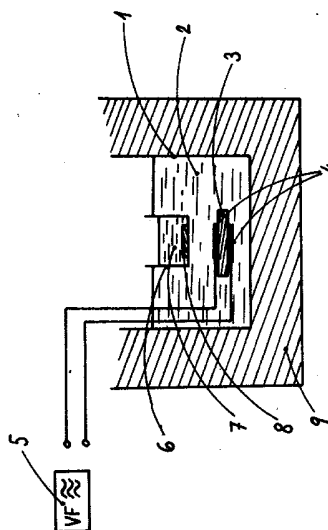
(75)

Autor vynálezu

HRUBÝ ARNOŠT ing., CSc. a ŠTĚPÁNEK BEDŘICH ing., CSc. PRAHA

- (54) Způsob zviditelnění jemné struktury na monokrystalech polovodičových materiálů skupiny $A^{III}B^V$ leptáním.

Leptání monokrystalů polovodičových materiálů skupiny $A^{III}B^V$ se provádí ve vodných roztocích směsí kyselin nebo alkalí v ultrazvukovém poli o kmitočtu 10^4 až 10^5 Hz při teplotě 15 až 50 °C po dobu 15 až 60 sekund, při čemž leptací směs obsahuje aktivující příměs 0,1 až 0,01 % hmot. těžkého kovu, například stříbro nebo měď.



Vynález se týká způsobu leptání monokrystalů polovodičových materiálů $A^{III}B^V$ pro zviditelňování jemné struktury a vad těchto krystalů, kde vzorky byly předem obroušeny a oleptány na lesk.

Zviditelňování jemné struktury polovodičových materiálů a zvláště strukturních defektů se běžně provádí chemickým leptáním ve vodných roztocích kyselin či alkálií s různými přísadami (R.K.Willardson, H.L.Goering: Preparation of III-V Compounds, vol.I. New York, Reinhold Publ.Cer. (1962). Lesklé leptání způsobuje vyhlazování nerovností a vyrovnaní povrchu, kdežto leptání k odhalení strukturních defektů leptá diferencovaně a defektní místa přednostně. V podstatě probíhají oba tyto druhy leptání vždy souběžně a současně a právě vhodným složením leptadel lze docílit toho, že převažuje buď vyhlazování povrchu, nebo zviditelňování strukturních vad. V každém případě však vzniká během leptání na povrchu materiálu tenká vrstva leptadla nasycená rozpuštěnými produkty, nebo také vrstva plynná, která izoluje vlastní leptadlo od materiálu a brání tak odhalování jemné struktury. Z těchto důvodů je nutno vzorkem v leptadle pohybovat, nebo pohybovat leptadlem vůči vzorku, avšak tato běžná metoda, kterou popisují mimo jiné R.K.Willardson, H.L.Goering: Preparation of III-V Compounds, vol.I, New York, Reinhold Publ.Cer. (1962), je účinná jen částečně a do značné míry ovlivňuje reprodukovatelnost výsledků, zvláště při kvantitativním vyhodnocování počtu poruch v monokrystalu.

Tyto nevýhody lze odstranit podle tohoto vynálezu, jehož předmětem je způsob zviditelňování strukturních defektů na monokrystalech polovodičových materiálů skupiny $A^{III}B^V$ leptáním ve vodných roztocích směsí kyselin nebo alkálií.

Podstatou vynálezu je pracovní postup, při kterém se leptání provádí po dobu 15 až 60 sekund v ultrazvukovém poli o kmitočtu 10^4 až 10^5 Hz při teplotě 15 až 50 °C, při čemž leptací směs obsahuje aktivující příměs 0,1 až 0,01 % těžkého kovu, například stříbro nebo měď. Ultrazvukem se neustále rozrušuje vrstvička leptacích zplodin a plynů na povrchu vzorku, leptání probíhá rychleji, je kontrolovatelné a reprodukovatelné, což právě bývá slabou stránkou běžného způsobu leptání.

Leptání se provádí v zařízení podle obrázku 1. Ve skleněné kádince 1 je silikonový olej 2 a v něm několik centimetrů nade dnem je uložen izolovaně zdroj ultrazvukových kmitů, např. křemenný výbrus 3 s polepy 4. K polepům se přivádí VF energie 5 vhodného kmitočtu. V polyetylenové kádince 6 je položen nábrus zkoumaného materiálu 7, který byl předtím jemně obroušen a leskle oleptán. V této menší kádince je leptadlo 8 vhodného složení, zpravidla méně agresivní než při normálním leptání. Větší kádinka 1 se silikonovým olejem 2 je uložena v chladicím mediu 9 tak, aby se teplota silikonového oleje 2 udržovala během leptání na teplotě 15 až 35 °C. Lázeň se během leptání vlivem vybavené ultrazvukové energie zahřívá.

Příklad 1.

Jemně obroušený a na lesk oleptaný vzorek monokrystalu galliumarsenidu byl vložen do zařízení dle obrázku 1 s leptadlem o složení:

213 543

- 10 ml kyselina dusičná 65 %
- 10 ml kyselina fluorovodíková 37 %
- 40 ml kyselina octová ledová 100 %
- 1 ml vodný roztok dusičnanu stříbrného 1 %.

Při použití vysokofrekvenčního generátoru o výkonu 500 W a 10000 Hz leptání probíhalo po dobu 30 sekund, načež byl vzorek rychle uložen do vody a dokonale opláchnut.

Touto metodou byl dosažen mnohem reálnější obraz leptaného materiálu než je možno získat klasickým způsobem leptání. Rovněž bylo možné sledovat na metalografickém mikroskopu strukturu jednotlivých leptových důlků.

Příklad 2

Jemně obroušený a na lesk oleptaný vzorek monokrystalu křemíku byl vložen do zařízení podle obrázku 1 a leptadlem o složení:

- 10 ml kyselina dusičná 65 %
- 10 ml kyselina fluorovodíková 37 %
- 10 ml kyselina octová ledová 100 %
- * 1 g dusičnanu měďnatého.

Při použití vysokofrekvenčního generátoru o výkonu 500 W a 100000 Hz leptání probíhalo po dobu 20 sekund, načež byl vzorek rychle opláchnut vodou a dokonale omyt.

Tímto postupem byl získán mnohem reálnější obraz a mnohem jemnější detaily struktury než je možno získat klasickým způsobem. Rovněž bylo možné sledovat na metalografickém mikroskopu dislokace ve shlucích i spirální dislokace.

Příklad 3

Jemně obroušený a na lesk oleptaný vzorek monokrystalu germánia byl vložen do zařízení podle obrázku 1 s leptadlem o složení:

- 10 ml kyselina dusičná 65 %
- 10 ml kyselina fluorovodíková 37 %
- 10 ml kyselina octová ledová 100 %
- 1 g dusičnanu měďnatého.

Při použití vysokofrekvenčního generátoru o výkonu 500 W a 10000 Hz leptání probíhalo po dobu 50 sekund, načež byl vzorek rychle přenesen do vody a dokonale opláchnut.

Touto metodou byl dosažen mnohem reálnější obraz leptaného materiálu než je možno získat klasickým způsobem. Rovněž bylo možné sledovat na metalografickém mikroskopu shluky velmi drobných leptových důlků, řádově menších než jsou běžné dislokace.

Způsob podle vynálezu je možno využít ve všech laboratořích, kde se připravují krystalické materiály $A^{III}B^V$, například pro kontrolu základního materiálu pro výrobu polovodičových prvků z materiálů $A^{III}B^V$ a optických součástek z téhož materiálu.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob zviditelňování jemné struktury na monokrystalech polovodičových materiálů skupiny $A^{III}B^V$ leptáním ve vodných roztocích směsí kyselin nebo alkálií, vyznačující se tím, že se leptání provádí v ultrazvukovém poli o kmitočtu 10^4 až 10^5 Hz při teplotě 15 až 50 °C po dobu 15 - 60 sekund a leptací směs obsahuje aktivisující příměs 0,1 až 0,01 % těžkého kovu, například stříbra nebo mědi.

1 výkres

