



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU 212170

## K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ (11) (B1)

(22) Přihlášeno 24 09 80  
(21) (PV 6446-80)

(51) Int. Cl.<sup>3</sup>  
G 01 N 31/00

(40) Zveřejněno 29 05 81

(45) Vydáno 15 02 84

(75)

Autor vynálezu

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

(54) Způsob leptání krystalů galliumarsenidu pro zjištění hustoty dislokací

Vynález se týká způsobu leptání krystalů galliumarsenidu pro zjištění hustoty dislokací, kdy krystaly byly předem opracovány broušením či lapováním a povrch leptán na lesk. Dosud používaná leptadla mají buď dlouhou dobu působení, nebo jsou to látky jedovaté a agresivní.

Tyto nevýhody odstraňuje způsob leptání krystalů galliumarsenidu pro zjištění dislokací podle vynálezu, jehož podstatou je, že na krystal galliumarsenidu se působí po dobu 30 až 60 sekund při teplotě 20 až 30 °C leptadlem, obsahujícím 10 dílů koncentrované kyseliny fluorovodíkové, 10 dílů ledové kyseliny octové, 1 díl 1% vodného roztoku dusičnanu stříbrného a 1 až 5 dílů glycerinu, popřípadě glykolu, načež se opláchne vodou a čistým etanolem a celý postup se dva až třikrát opakuje.

Leptání krystalů pro zjištění dislokací umožňuje stanovit kvalitu krystalů, co se týče dokonalosti krystalu, která je velmi důležitá pro polovodičovou techniku a optiku.

Vynález se týká způsobu leptání krystalů galliumarsenidu pro zjištění hustoty dislokací, kde krystaly byly předem opracovány broušením či lapováním a dále povrch leptán na lesk.

Leptání krystalů pro zjištění hustoty dislokací umožňuje stanovit kvalitu krystalů, co se týče dokonalosti krystalu, která je velice důležitá pro polovodičovou techniku a optiku.

Existuje celá řada použitelných leptadel a leptacích postupů, což je jediný způsob, jak zviditelnit dislokace. Avšak dosud používané roztoky mají řadu nevýhod.

Používají se roztoky o složení  $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}$  (H. A. Schell: Z. Metallk, 48 /1957/158) s dobou leptání 15 minut, dále roztok  $\text{H}_2\text{O}_2 + \text{HF} + \text{H}_2\text{O}$  (J. L. Richards: J. Appl. Phys. 31 /1960/ 600), kde doba působení je cca 45 minut. Nevýhodou jsou především dlouhé doby leptání.

Dále je známo použití silně těkavých látek jako HCl (R. K. Willardson, H. L. Goering: Preparation of III-V Compounds, Vol. I, New York, Reinhold Publ, Cer /1962/) nebo jedovatých látek jako  $\text{CrO}_3$  (M. S. Abrahams, C. J. Buicchi: J. Appl. Phys 36 /1965/ 2855) nebo brómu (L. Kossi, D. L. Rode: J. Elch. Soc. 122 /1975/ 1676), nebo silně agresivních jako je roztavený hydroxid draselný (J. G. Grahmaier, C. B. Watson: Phys. St. Solidi 32 /1969/ K 13). Použití těchto leptadel vyžaduje však značně složitá bezpečnostní opatření, která práci ztěžují a mnohdy negativně ovlivňují přesnost výsledků.

Tyto nevýhody odstraňuje způsob leptání krystalů galliumarsenidu pro zjištění hustoty dislokací po předchozím opracování krystalů broušením a leptáním na lesk podle tohoto vynálezu.

Podstatou vynálezu je pracovní postup, podle kterého se na krystal galliumarsenidu působí po dobu 30 až 60 sekund při teplotě 20 až 30 °C leptadlem složeným z 10 dílů 55 až 65 % hmot. kyseliny dusičné, 10 dílů 28 až 40 % hmotn. kyseliny fluorovodíkové, 10 dílů 90 až 100 % hmotn. ledové kyseliny octové, 1 dílu 1 % hmotn. vodného roztoku dusičnanu stříbrného a 1 až 5 dílů glycerinu nebo glykolu, načež se krystal opláchne vodou a čistým etanolem a celý postup se dva až třikrát opakuje.

Výhodou tohoto leptadla pro zjištění dislokací u krystalů galliumarsenidu je skutečnost, že neobsahuje látky silně těkavé, jedovaté a agresivní, leptací časy jsou velice krátké, takže celý postup trvá zhruba 3 až 6 minut. Použité látky jsou levné a snadno dostupné.

Krystal galliumarsenidu se před leptáním pro zjištění dislokací obrousí jemným karborundovým práškem za mokra, potom se oleptá na lesk. Po důkladném omytí lesklého povrchu a opláchnutí ve vodě se vloží do předem připraveného leptadla pro zjištění hustoty dislokací o složení podle vynálezu.

Leptání se provádí roztokem o teplotě cca 20 až 30 °C. Vzorek krystalu galliumarsenidu se v leptadle ponechá 30 až 60 sekund. Potom se vyjme a důkladně opláchne v proudící vodě a destilované vodě a nakonec ve vysoce čistém 96% etanolu. Oleptaná plocha se zkontroluje na metalografickém mikroskopu při zvětšení 200 až 500krát, kde se pozoruje tvar a počet leptových dislokačních důlků. Leptací postup se ještě opakuje jednou až dvakrát až jsou leptové důlky dostatečně vyvinuté a dalším leptáním již nepřibývají. Po každém leptání se vždy plocha kontroluje na metalografickém mikroskopu při zvětšení 200 až 500krát.

Následující příklady slouží pouze k objasnění podstaty předmětu vynálezu, aniž by jej jakýmkoliv způsobem omezovaly.

## P ř í k l a d 1

Dokonale obroušený a na lesk oleptaný krystal galliumarsenidu byl vložen do leptadla pro zjištění dislokací o složení:

- 10 dílů kyseliny dusičné koncentrované 65%
- 10 dílů kyseliny fluorovodíkové koncentrované 40%
- 10 dílů kyseliny octové ledové koncentrované 100%
- 1 díl vodného roztoku dusičnanu stříbrného 1%
- 1 díl glycerinu

Teplota leptadla byla 26 °C. Vzorek krystalu galliumarsenidu byl v roztoku ponechán 45 sekund, potom byl důkladně opláchnut v proudící vodě a destilované vodě a nakonec v čistém 96% etanolu. Po oschnutí byl kontrolován na metalografickém mikroskopu při zvětšení 400krát. Na ploše byly patrně dobře vyvinuté leptové důlky. Krystal byl opět leptán ve výše uvedeném leptadle a při stejné teplotě 45 sekund, opláchnut ve vodě a v destilované vodě a nakonec v etanolu. Po uschnutí plošky byl opět pozorován pod mikroskopem. Počet a tvar leptových důlků se již nezměnil a bylo možné snadno zjistit počet dislokací.

## P ř í k l a d 2

Dokonale obroušený a na lesk oleptaný krystal galliumarsenidu byl vložen do leptadla pro zjištění dislokací o složení:

- 10 dílů kyseliny dusičné koncentrované 65%
- 10 dílů kyseliny fluorovodíkové koncentrované 40%
- 10 dílů kyseliny octové ledové koncentrované 100%
- 1 díl vodného roztoku dusičnanu stříbrného 1%
- 4 díly glykolu.

Teplota leptadla byla 24 °C. Vzorek krystalu byl v roztoku ponechán 55 sekund, potom byl důkladně opláchnut pod proudící vodou a v destilované vodě a dále ve vysoce čistém 96% etanolu. Po oschnutí byl zkontrolován na metalografickém mikroskopu při zvětšení 400krát. Na ploše byly patrně leptové důlky. Krystal byl opět leptán ve výše uvedeném leptadle při stejné teplotě 55 sekund, opláchnut ve vodě a v destilované vodě a nakonec v etanolu. Po oschnutí byl opět prohlédnut pod mikroskopem. Počet i tvar důlků se změnil, proto bylo leptání znovu opakováno, tentokrát po dobu pouze 40 sekund. Po omytí a uschnutí byla provedena další kontrola na metalografickém mikroskopu, kde bylo zjištěno, že se počet a tvar leptových důlků již nezměnil a bylo možné stanovit počet dislokací.

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

Tímto způsobem se provádí kontrola základního materiálu pro výrobu polovodičových galliumarsenidových prvků a optických galliumarsenidových součástek.

## P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob leptání krystalů galliumarsenidu pro zjištění hustoty dislokací po předchozím opracování krystalů broušením a leptáním na lesk, vyznačující se tím, že se na krystal galliumarsenidu působí po dobu 30 až 60 sekund při teplotě 20 až 30 °C leptadlem složeným z 10 dílů 55 až 65 % hmotn. kyseliny dusičné, 10 dílů 28 až 40 % hmotn. kyseliny fluorovodíkové, 10 dílů 90 až 100 % hmotn. ledové kyseliny octové, 1 díl 1 % hmotn. vodného roztoku dusičnanu stříbrného a 1 až 5 dílů glycerinu nebo glykolu, načež se opláchnou vodou a čistým etanolem a celý postup se dvakrát až třikrát opakuje.