



中华人民共和国国家标准

GB/T 5252—2020
代替 GB/T 5252—2006

锗单晶位错密度的测试方法

Test method for dislocation density of monocrystal germanium

2020-06-02 发布

2021-04-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 5252—2006《锗单晶位错腐蚀坑密度测量方法》。本标准与 GB/T 5252—2006 相比,除编辑性修改外主要技术变化如下:

- 修改了标准适用范围(见第 1 章,2006 年版的第 1 章);
- 增加了规范性引用文件(见第 2 章);
- 修改了术语和定义(见第 3 章,2006 年版的第 2 章);
- 修改了方法原理的内容(见第 4 章,2006 年版的第 3 章);
- 将 2006 年版标准“试样制备”中的试剂材料修改为单独章节(见第 5 章,2006 年版的第 4 章);
- 修改了试样制备的要求(见第 7 章,2006 年版的第 4 章);
- 增加了直径 110 mm、130 mm、150 mm 锗单晶的测试点位置(见 8.3);
- 增加了位错腐蚀坑计数的注意事项(见 8.5);
- 修改了试验数据处理的内容(见第 9 章,2006 年版的第 7 章);
- 以位错密度 $1\,000\text{ cm}^{-2}$ 为分界值,修改了精密度(见第 10 章,2006 年版的第 9 章);
- 修改了试验报告包含的内容(见第 11 章,2006 年版的第 8 章)。

本标准由全国半导体设备和材料标准化技术委员会(SAC/TC 203)与全国半导体设备和材料标准化技术委员会材料分技术委员会(SAC/TC 203/SC 2)共同提出并归口。

本标准起草单位:有研光电新材料有限责任公司、北京国晶辉红外光学科技有限公司、国合通用测试评价认证股份公司、云南临沧鑫圆锗业股份有限公司、中国电子科技集团公司第四十六研究所、广东先导稀材股份有限公司、中锗科技有限公司、义乌力迈新材料有限公司。

本标准主要起草人:张路、冯德伸、马会超、普世坤、姚康、刘新军、郭荣贵、向清华、韦圣林、黄洪伟文。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 5252—1985、GB/T 5252—2006。

锆单晶位错密度的测试方法

1 范围

本标准规定了锆单晶位错密度的测试方法。

本标准适用于 $\{111\}$ 、 $\{100\}$ 和 $\{113\}$ 面锆单晶位错密度的测试,测试范围为 $0\text{ cm}^{-2}\sim 100\,000\text{ cm}^{-2}$ 。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 8756 锆晶体缺陷图谱

GB/T 14264 半导体材料术语

3 术语和定义

GB/T 8756 和 GB/T 14264 界定的术语和定义适用于本文件。

4 方法原理

锆单晶中位错周围的晶格会发生畸变,当用某些化学腐蚀剂腐蚀晶体表面时,在晶体表面上的位错露头处腐蚀速度较快,进而形成具有特定形状的腐蚀坑。在显微镜下观察并按一定规则统计这些具有特定形状的腐蚀坑,单位视场面积内的腐蚀坑个数即为位错密度。

5 试剂和材料

除非另有说明,测试分析中仅使用确认为分析纯及以上的试剂,所用水的电阻率不小于 $12\text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ 。

- 5.1 铁氰化钾 $[\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6]$,质量分数不小于99%。
- 5.2 氢氧化钾(KOH),质量分数不小于85%。
- 5.3 氢氟酸(HF),质量分数不小于40%。
- 5.4 硝酸(HNO_3),质量分数为65%~68%。
- 5.5 过氧化氢(H_2O_2),质量分数不小于30%。
- 5.6 硝酸铜溶液:质量分数为10%,用质量分数不小于99%的 $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ 配制。
- 5.7 抛光液:HF、 HNO_3 的混合液,体积比为1:(1~3)。
- 5.8 腐蚀液 A:称取铁氰化钾 80 g、氢氧化钾 120 g 置于烧杯中,用 1 000 mL 水溶解,混匀。
- 5.9 腐蚀液 B:HF、 HNO_3 的混合液,体积比为1:4。
- 5.10 腐蚀液 C:HF、 HNO_3 、10% $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ 溶液的混合液,体积比为2:1:1。
- 5.11 腐蚀液 D:HF、 H_2O_2 、10% $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ 溶液的混合液,体积比为2:1:1。
- 5.12 碳化硅磨料(金刚砂)或白刚玉粉:粒度不大于 $14\text{ }\mu\text{m}$ 。

6 仪器设备

- 6.1 金相显微镜:放大倍数 40 倍~200 倍,能够满足 8.2 规定的视场面积要求。
- 6.2 游标卡尺:分度值为 0.02 mm。
- 6.3 切削、研磨单晶的设备。
- 6.4 耐氢氟酸、硝酸等化学药品腐蚀的容器。

7 试样制备

7.1 定向切取

对待测的锆单晶锭定向后,垂直于锆单晶的生长方向切取测试片试样,其晶向偏离度应不大于 2° ,厚度宜不小于 5 mm。

7.2 研磨

用碳化硅磨料或白刚玉粉研磨试样,使其表面平整,自然光下无目视可见的机械划痕,然后用水清洗后干燥。

7.3 化学抛光

用加热至 $50\text{ }^\circ\text{C}\sim 60\text{ }^\circ\text{C}$ 的抛光液将研磨后的试样抛光 30 s,至无损伤的光亮表面。

7.4 腐蚀

7.4.1 {111}晶面:将抛光后的试样置于腐蚀液 A 中煮沸 5 min~10 min 至镜面,或不经 7.3 所述的化学抛光,直接在加热至 $70\text{ }^\circ\text{C}\sim 80\text{ }^\circ\text{C}$ 的腐蚀液 B 中浸泡至镜面。

7.4.2 {100}晶面:将抛光后的试样在冷却至 $10\text{ }^\circ\text{C}\pm 5\text{ }^\circ\text{C}$ 的腐蚀液 C 中浸泡 5 min~10 min 至镜面。

7.4.3 {113}晶面:将抛光后的试样在冷却至 $10\text{ }^\circ\text{C}\pm 5\text{ }^\circ\text{C}$ 的腐蚀液 D 中浸泡 5 min~10 min 至镜面。

7.5 清洁处理

用加热至 $40\text{ }^\circ\text{C}\sim 60\text{ }^\circ\text{C}$ 流动的热热水冲洗试样 5 s~10 s,将吸附在试样上的试剂充分洗净并干燥。

8 试验步骤

8.1 肉眼观察试样是否有宏观缺陷及其分布情况,并做好记录。

8.2 将试样置于金相显微镜载物台上,选择 1 mm^2 左右的视场面积,扫视试样表面,估算位错密度 N_d 。根据位错密度 N_d 选取视场面积,具体如下:

- a) $N_d \leq 5\,000\text{ cm}^{-2}$ 时,选用视场面积 $S=1\text{ mm}^2$;
- b) $5\,000\text{ cm}^{-2} < N_d \leq 10\,000\text{ cm}^{-2}$ 时,选用视场面积 $S=0.5\text{ mm}^2$;
- c) $N_d > 10\,000\text{ cm}^{-2}$ 时,选用视场面积 $S=0.1\text{ mm}^2$ 。

8.3 按九点法确定测试点,如图 1 所示。具体根据锆单晶(或锆单晶内切圆)直径,按表 1 确定各测试点的位置。

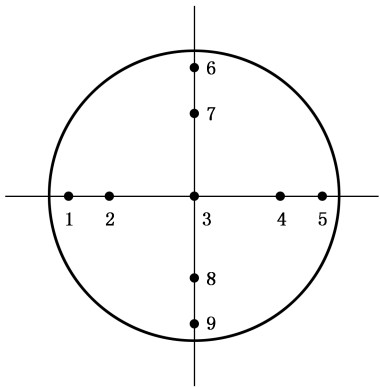


图 1 九点法测试点位置示意图



表 1 测试点位置

单位为毫米

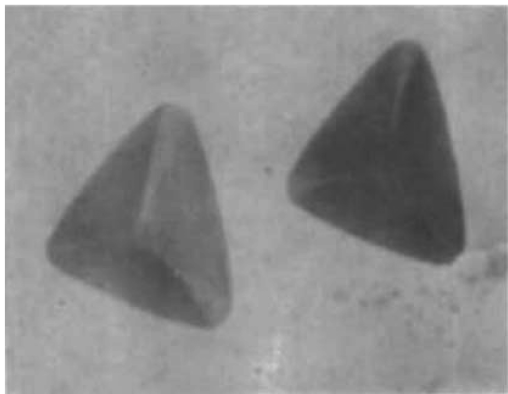
锆单晶 (或锆单晶内 切圆)直径	测试点与边缘的距离					锆单晶 (或锆单晶内 切圆)直径	测试点与边缘的距离				
	1,6	2,7	3	4,8	5,9		1,6	2,7	3	4,8	5,9
10	1.5	2.7	5.0	5.3	8.5	32	2.8	7.3	16.0	24.7	29.2
11	1.5	2.9	5.5	8.1	9.5	33	2.8	7.5	16.5	25.5	30.2
12	1.6	3.1	6.0	8.9	10.4	34	2.9	7.8	17.0	26.2	31.1
13	1.6	3.3	6.5	9.7	11.4	35	3.0	8.0	17.5	27.0	32.0
14	1.7	3.5	7.0	10.5	12.3	36	3.0	8.2	18.0	27.8	33.0
15	1.8	3.7	7.5	11.3	13.2	37	3.1	8.4	18.5	28.6	33.9
16	1.8	4.0	8.0	12.0	14.2	38	3.1	8.6	19.0	29.4	34.0
17	1.9	4.2	8.5	12.8	15.1	39	3.2	8.8	19.5	30.2	35.8
18	1.9	4.4	9.0	13.6	16.1	40	3.2	9.0	20.0	31.0	36.8
19	2.0	4.6	9.5	14.4	17.0	41	3.3	9.2	20.5	31.8	37.7
20	2.1	4.8	10.0	15.2	17.9	42	3.4	9.5	21.0	32.5	38.6
21	2.1	5.0	10.5	16.0	18.9	43	3.4	9.7	21.5	33.3	39.6
22	2.2	5.2	11.0	16.8	19.8	44	3.5	9.9	22.0	34.1	40.5
23	2.2	5.4	11.5	17.6	20.8	45	3.5	10.1	22.5	34.9	41.5
24	2.3	5.6	12.0	18.4	21.7	46	3.6	10.3	23.0	35.7	42.4
25	2.4	5.9	12.5	19.1	22.6	47	3.7	10.5	23.5	36.5	43.3
26	2.4	6.1	13.0	19.9	23.6	48	3.7	10.7	24.0	37.3	44.3
27	2.5	6.3	13.5	20.7	24.5	49	3.8	10.9	24.5	38.1	45.2
28	2.5	6.5	14.0	21.5	25.5	50	3.8	11.1	25.0	38.9	46.2
29	2.6	6.7	14.5	22.3	26.4	51	3.9	11.4	25.5	39.6	47.1
30	2.7	6.9	15.0	23.1	27.3	52	4.0	11.6	26.0	40.4	48.0
31	2.7	7.1	15.5	23.9	28.3	53	4.0	11.8	26.5	41.2	49.0

表 1 (续)

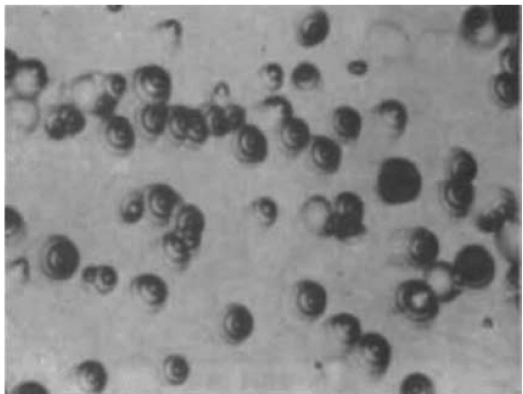
单位为毫米

锆单晶 (或锆单晶内 切圆)直径	测试点与边缘的距离					锆单晶 (或锆单晶内 切圆)直径	测试点与边缘的距离				
	1,6	2,7	3	4,8	5,9		1,6	2,7	3	4,8	5,9
54	4.1	12.0	27.0	42.0	49.9	79	5.5	17.3	39.5	61.7	73.5
55	4.1	12.2	27.5	42.8	50.9	80	5.6	17.5	40.0	62.5	74.4
56	4.2	12.4	28.0	43.6	51.8	81	5.7	17.7	40.5	63.3	75.3
57	4.2	12.6	28.5	44.4	52.8	82	5.7	17.9	41.0	64.1	76.3
58	4.3	12.8	29.0	45.2	53.7	83	5.8	18.1	41.5	64.9	77.2
59	4.4	13.0	29.5	46.0	54.6	84	5.8	18.3	42.0	65.7	78.2
60	4.4	13.3	30.0	46.7	55.6	85	5.9	18.5	42.5	66.5	79.1
61	4.5	13.5	30.5	47.5	56.5	86	6.0	18.8	43.0	67.2	80.0
62	4.5	13.7	31.0	48.3	57.5	87	6.0	19.0	43.5	68.0	81.0
63	4.6	13.9	31.5	49.1	58.4	88	6.1	19.2	44.0	68.8	81.9
64	4.7	14.1	32.0	49.9	59.3	89	6.1	19.4	44.5	69.6	82.9
65	4.7	14.3	32.5	50.7	60.3	90	6.2	19.6	45.0	70.4	83.8
66	4.8	14.5	33.0	51.5	61.2	91	6.3	19.8	45.5	71.2	84.7
67	4.8	14.7	33.5	52.3	62.2	92	6.3	20.0	46.0	72.0	85.7
68	4.9	14.9	34.0	53.1	63.1	93	6.4	20.2	46.5	72.8	86.6
69	5.0	15.2	34.5	53.8	64.0	94	6.4	20.4	47.0	73.6	87.6
70	5.0	15.4	35.0	54.6	65.0	95	6.5	20.7	47.5	74.3	88.5
71	5.1	15.6	35.5	55.4	65.9	96	6.5	20.9	48.0	75.1	89.5
72	5.1	15.8	36.0	56.2	66.9	97	6.6	21.1	48.5	75.9	90.4
73	5.2	16.0	36.5	57.0	67.8	98	6.7	21.3	49.0	76.7	91.3
74	5.3	16.2	37.0	57.8	68.7	99	6.7	21.6	49.5	77.5	92.3
75	5.3	16.4	37.5	58.6	69.7	100	6.8	21.7	50.0	78.3	93.2
76	5.4	16.6	38.0	59.4	70.6	110	7.4	23.8	55.0	81.2	102.6
77	5.4	16.8	38.5	60.2	71.6	130	8.6	28.0	65.0	102.0	121.4
78	5.5	17.1	39.0	60.9	72.5	150	9.8	32.2	75.0	117.8	140.2

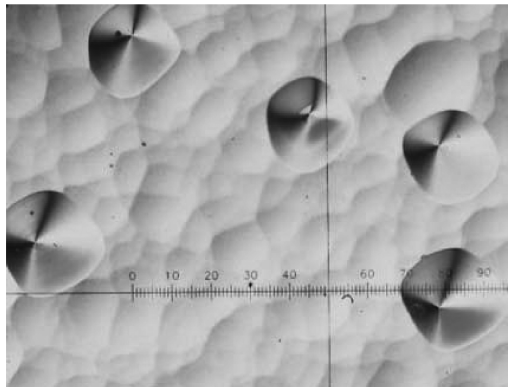
8.4 用金相显微镜在选取的测试点观察,参照图 2 所示的不同晶面位错腐蚀坑的特征,读取并记录各测试点的位错腐蚀坑个数。



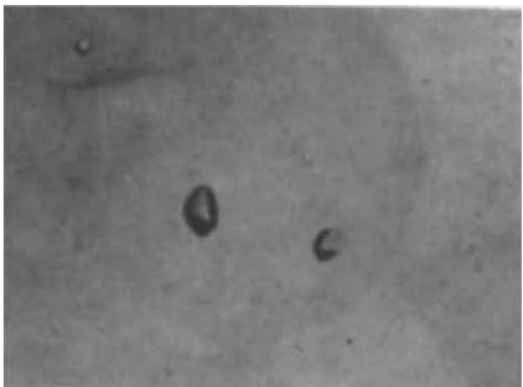
a) $\{111\}$ 晶面位错腐蚀坑(两步法) 400×



b) $\{111\}$ 晶面位错腐蚀坑(一步法) 160×



c) $\{100\}$ 晶面位错腐蚀坑 200×



d) $\{113\}$ 晶面位错腐蚀坑 250×

图 2 锺单晶位错腐蚀坑

8.5 视场边界上的位错腐蚀坑,应至少有 1/2 面积在视场内才予以计数。在位错腐蚀坑较多且有重叠时,位错腐蚀坑按能看到的坑底个数计数,坑底在视场内的位错腐蚀坑计数,坑底在视场外的位错腐蚀坑不计数。不符合特征的坑、平底坑或其他形状的图形不计数。如果发现视场内污染点或其他不确定形状的图形很多,应考虑重新制样。

8.6 位错密度测试过程中如观察到小角晶界(见图 3)、位错排(见图 4),可用显微镜或游标卡尺测量其长度,并在试验报告中注明。

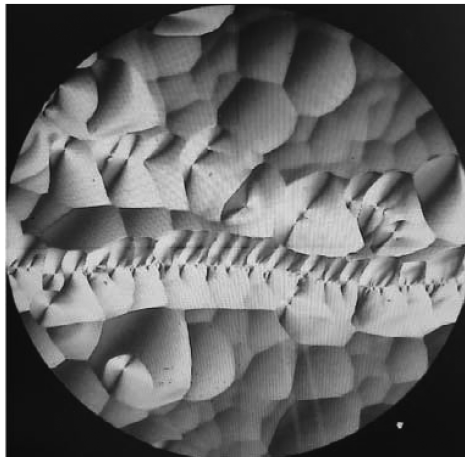


图 3 小角晶界 200×

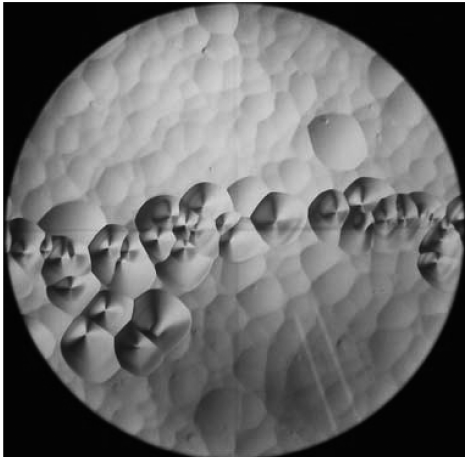


图 4 位错排 200×

9 试验数据的处理

9.1 位错密度 N_d 按式(1)计算：

$$N_d = \frac{n}{S} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

N_d ——位错密度,单位为每平方厘米(cm^{-2})；

n ——视场面积中位错腐蚀坑的个数；

S ——视场面积,单位为平方厘米(cm^2)。

9.2 平均位错密度 \bar{N}_d 按式(2)计算：

$$\bar{N}_d = \frac{C}{9} \sum_{i=1}^9 n_i \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

\bar{N}_d ——平均位错密度,单位为每平方厘米(cm^{-2})；

C ——预先设置的显微镜的计算系数, $C = S^{-1}$ ；

n_i ——第 i 个测试点的位错腐蚀坑个数, $i = 1, 2, 3, \dots, 9$ 。

9.3 从 9 点读数中找出最大、最小读数,然后分别乘以 C ,即得最大位错密度 N_{\max} 、最小位错密度 N_{\min} 。

10 精密度

用择优腐蚀原理测试位错密度的误差与测试点的选取方法、实际观测面积(视场面积乘以测试点数)与晶面总面积之比、位错分布的均匀性等因素有关。以九点法等偏角 3 次测试的总平均值作为测试片的位错密度真值,以随机九点法的平均位错密度作为单次测试值,以此求得位错密度单次测试值和真值的相对误差。用相对误差平均值与 3 倍的相对误差标准偏差的和作为对应位错密度范围内的测试误差。

在 $<500 \text{ cm}^{-2}$ 、 $500 \text{ cm}^{-2} \sim 1\,000 \text{ cm}^{-2}$ 、 $>1\,000 \text{ cm}^{-2}$ 的位错密度范围,分别选取 30 个直径 100 mm~120 mm 的锆单晶测试片,在单一实验室用九点法进行测试,另在 $<1\,000 \text{ cm}^{-2}$ 、 $\geq 1\,000 \text{ cm}^{-2}$ 的位错密度范围,分别选取一片直径 100 mm 的锆单晶测试片,在 4 个实验室用九点法分别测试 20 次,精密度均符合表 2 的规定。

表 2 精密度

位错密度范围 cm^{-2}	相对误差	测试误差
$<1\,000$	$\leq 30\%$	$\leq 70\%$
$\geq 1\,000$	$\leq 20\%$	$\leq 40\%$

11 试验报告

试验报告应包括下列内容：

a) 试样信息,包括晶向、晶体编号等；

- b) 视场面积；
 - c) 腐蚀液及腐蚀时间；
 - d) 测试结果,包括各点位错密度及平均位错密度；
 - e) 测试者和测试日期；
 - f) 本标准编号；
 - g) 其他。
-



库七七 www.kqdw.com 提供下载