

中华人民共和国国家标准

GB/T 5252—2006
代替 GB/T 5252—1985

锗单晶位错腐蚀坑密度测量方法

Germanium monocrystal—Inspection of dislocation etch pit density



061214000181

2006-07-18 发布

2006-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准是对 GB/T 5252—1985《锆单晶位错腐蚀坑密度测量方法》的修订。

本标准与原标准相比,主要变动如下:

- 将原标准中的适用范围改为 $0\text{ cm}^{-2}\sim 100\,000\text{ cm}^{-2}$;
- 取消了原标准中对磨砂牌号的规定;
- 更正原标准中位错密度单位。

本标准自实施之日起代替 GB/T 5252—1985。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:北京有色金属研究总院。

本标准主要起草人:余怀之,刘建平。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 5252—1985。

锗单晶位错腐蚀坑密度测量方法

1 范围

本标准适用于位错密度 $0 \text{ cm}^{-2} \sim 100\,000 \text{ cm}^{-2}$ 的 n 型和 p 型锗单晶棒或片的位错密度或其他缺陷的测量。观察面为(111)、(100)和(113)面。

2 术语和定义

以下术语和定义适用于本标准。

2.1

位错 dislocation

单晶中,部分原子受应力的作用产生滑移。已滑移部分与未滑移部分的分界线为位错线,简称位错。

2.2

位错密度 dislocation density

单位体积内位错线的总长度称为位错密度(cm/cm^3)。本标准指单位表面上位错腐蚀坑的数目($\text{个}/\text{cm}^2$)。

2.3

位错堆 pile-up of dislocation

某区域的位错密度高于该断面其他区域的平均位错密度 5 倍以上,且其面积大于视场面积 5 倍以上,则称此区域为位错堆(图 1)。

2.4

平底坑 flat base pit

单晶经化学腐蚀后,除位错腐蚀坑外,还有一些浅坑,这里称平底坑。它可能是由于空位或晶体的夹杂(如 SiO_x)等因素所致(图 2)。

2.5

小角度晶界 small-angle boundary

单晶中取向差很小的晶粒的交界面称为小角度晶界。要求 1 mm 长度内位错腐蚀坑在 15 个以上,且长度在 1.5 mm 以上。(111)面上的位错腐蚀坑呈现一系列以角顶着底边的排列形式(图 3)。

2.6

滑移线(位错排) slip line

由于沿着滑移面滑移,在晶体表面形成的线称滑移线或位错排。要求 1 mm 长度内位错腐蚀坑在 15 个以上,且长度在 1.5 mm 以上。(111)面上的滑移线,位错腐蚀坑按 $\langle 110 \rangle$ 方向排列成行,每一腐蚀坑的底边都在同一条直线上(图 4)。

2.7

星形结构 star structure

由许多位错腐蚀坑在宏观上排列成三角形或六角形的星形结构(图 5)。

2.8

夹杂 entrapment

晶体中存在异质颗粒。

3 原理

采用择优化学腐蚀法显示位错腐蚀坑,其原理是基于位错周围的晶格发生畸变,在晶体表面的露头处,对某些化学腐蚀剂反应速度较快,结果形成具有某种特定形状的腐蚀坑。于是用单位面积的腐蚀坑数目表示位错密度 $N_d(\text{cm}^{-2})$ 。

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

式中:

S ——场面积,单位为平方厘米(cm^2);

n ——穿过视场面积 S 的位错密度数目。

4 试样制备

4.1 定向切断

垂直于单晶生长方向切开晶体,晶向偏离要求小于 6° 。

4.2 研磨

用金刚砂研磨,使表面平整,无可见的机械划痕。

4.3 位错腐蚀坑的显示

所采用的化学试剂纯度全部为化学纯,试剂体积分数见表 1。

表 1

化学试剂	体积分数/%
硝酸(HNO_3)	65~68
氢氟酸(HF)	40
过氧化氢(H_2O_2)	30
铁氰化钾 $[\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6]$	>99
硝酸铜 $[\text{Cu}(\text{NO}_3)_2]$	>99
氢氧化钾(KOH)	>82

4.4 化学抛光

用热的抛光液 $[\text{HF}:\text{HNO}_3=1:1\sim3(\text{体积比})]$ 抛光至镜面。

4.5 腐蚀

4.5.1 (111)晶面:在腐蚀液 $[\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6:\text{KOH}:\text{H}_2\text{O}=80\text{ g}:120\text{ g}:1\text{ L}]$ 中煮沸 5 min~10 min,或不经 4.4 所述的化学抛光,直接用抛光腐蚀液 $[\text{HF}:\text{HNO}_3=1:4(\text{体积比})]$ 滴在用开水加热了的单晶棒断面上,要求断面保持水平,且露出水面上 2 mm 左右(单晶片可浸泡于抛光腐蚀液中)。腐蚀至镜面为止。

4.5.2 (100)晶面:在腐蚀液 $[\text{HF}:\text{HNO}_3:\text{Cu}(\text{NO}_3)_2(10\%)\text{水溶液}=2:1:1(\text{体积比})]$ 中浸泡 10 min。

4.5.3 (113)晶面:在腐蚀液 $[\text{HF}:\text{H}_2\text{O}_2:\text{Cu}(\text{NO}_3)_2(10\%)\text{水溶液}=2:1:1(\text{体积比})]$ 中浸泡 10 min。

4.6 清洁处理

用热水将吸附在晶面上的化学药品充分洗净,并且用纱布或其他擦拭物擦干,本操作须在通风柜中进行。

5 设备

5.1 金相显微镜:放大倍数 40 倍~200 倍,满足 6.2 中规定的视场面积要求。

- 5.2 游标卡尺:精度 0.02 mm。
- 5.3 切削、磨单晶的设备。
- 5.4 耐 HF、HNO₃ 等化学药品腐蚀的容器。

6 测量步骤

- 6.1 用肉眼观察试样是否有宏观缺陷及其分布情况。
- 6.2 视场面积选择:将试样置于金相显微镜下,估算位错密度,选取视场面积:
 $N_d \leq 5\,000\text{ cm}^{-2}$ 时选用 1 mm^2 的视场;
 $5\,000\text{ cm}^{-2} < N_d \leq 10\,000\text{ cm}^{-2}$ 选用 0.5 mm^2 的视场;
 $N_d > 10\,000\text{ cm}^{-2}$ 时选用 0.1 mm^2 的视场。
- 6.3 读取位置的确定:读数位置为图 6 所示。随机选取读数方位,根据单晶的直径(或内切圆)按表 2 选取各点的位置。
- 6.4 根据单晶的取向和腐蚀条件,参照图 7 所示的各晶面位错腐蚀坑的特征,读取并记录各点的位错腐蚀坑数目。
- 6.5 用显微镜或游标卡尺测量符合 2.5 或 2.6 条件的小角度晶界或位错排的长度。

7 结果处理

- 7.1 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:

C——预先测得的显微镜的计算系数;

n_i ——表示各点读数。

- 7.2 最大、最小位错密度的计算:

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、最小位错密度。

- 7.3 计算小角度晶界或滑移线得总长度。

8 报告

应随机抽取 9 点读取位错密度报告单格式填写报告单,报告单应报告单应包括下列内容:

- a) 编号;
- b) 晶向;
- c) $\bar{N}_d, \text{cm}^{-2}$;
- d) N_{\max}, cm^{-2} ;
- e) N_{\min}, cm^{-2} ;
- f) 其他。

9 允许误差

用腐蚀坑法测量位错密度的误差、与观察点的选取方法、实际观测面积(等于视场面积乘以观测点数)与晶面总面积之比、位错分布的均匀性(纵向、径向、极角)等因素有关。采用本标准测量得平均位错密度,相对于整个断面上得平均值,允许误差不大于 40%。

表 2

单晶直径/ mm	计数点与边缘的距离/mm					单晶直径/ mm	计数点与边缘的距离/mm				
	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	48	3.7	10.7	24.0	37.3	44.3
11	1.5	2.9	5.5	8.1	9.5	49	3.8	10.9	24.5	38.1	45.2
12	1.6	3.1	6.0	8.9	10.4	50	3.8	11.1	25.0	38.9	46.2
13	1.6	3.3	6.5	9.7	11.4	51	3.9	11.4	25.5	39.6	47.1
14	1.7	3.5	7.0	10.5	12.3	52	4.0	11.6	26.0	40.4	48.0
15	1.8	3.7	7.5	11.3	13.2	53	4.0	11.8	26.5	41.2	49.0
16	1.8	4.0	8.0	12.0	14.2	54	4.1	12.0	27.0	42.0	49.9
17	1.9	4.2	8.5	12.8	15.1	55	4.1	12.2	27.5	42.8	50.9
18	1.9	4.4	9.0	13.6	16.1	56	4.2	12.4	28.0	43.6	51.8
19	2.0	4.6	9.5	14.4	17.0	57	4.2	12.6	28.5	44.4	52.8
20	2.1	4.8	10.0	15.2	17.9	58	4.3	12.8	29.0	45.2	53.7
21	2.1	5.0	10.5	16.0	18.9	59	4.4	13.0	29.5	46.0	54.6
22	2.2	5.2	11.0	16.8	19.8	60	4.4	13.3	30.0	46.7	55.6
23	2.2	5.4	11.5	17.6	20.8	61	4.5	13.5	30.5	47.5	56.5
24	2.3	5.6	12.0	18.4	21.7	62	4.5	13.7	31.0	48.3	57.5
25	2.4	5.9	12.5	19.1	22.6	63	4.6	13.9	31.5	49.1	58.4
26	2.4	6.1	13.0	19.9	23.6	64	4.7	14.1	32.0	49.9	59.3
27	2.5	6.3	13.5	20.7	24.5	65	4.7	14.3	32.5	50.7	60.3
28	2.5	6.5	14.0	21.5	25.5	66	4.8	14.5	33.0	51.5	61.2
29	2.6	6.7	14.5	22.3	26.4	67	4.8	14.7	33.5	52.3	62.2
30	2.7	6.9	15.0	23.1	27.3	68	4.9	14.9	34.0	53.1	63.1
31	2.7	7.1	15.5	23.9	28.3	69	5.0	15.2	34.5	53.8	64.0
32	2.8	7.3	16.0	24.7	29.2	70	5.0	15.4	35.0	54.6	65.0
33	2.8	7.5	16.5	25.5	30.2	71	5.1	15.6	35.5	55.4	65.9
34	2.9	7.8	17.0	26.2	31.1	72	5.1	15.8	36.0	56.2	66.9
35	3.0	8.0	17.5	27.0	32.0	73	5.2	16.0	36.5	57.0	67.8
36	3.0	8.2	18.0	27.8	33.0	74	5.3	16.2	37.0	57.8	68.7
37	3.1	8.4	18.5	28.6	33.9	75	5.3	16.4	37.5	58.6	69.7
38	3.1	8.6	19.0	29.4	34.9	76	5.4	16.6	38.0	59.4	70.6
39	3.2	8.8	19.5	30.2	35.8	77	5.4	16.8	38.5	60.2	71.6
40	3.2	9.0	20.0	31.0	36.8	78	5.5	17.1	39.0	60.9	72.5
41	3.3	9.2	20.5	31.8	37.7	79	5.5	17.3	39.5	61.7	73.5
42	3.4	9.5	21.0	32.5	38.6	80	5.6	17.5	40.0	62.5	74.4
43	3.4	9.7	21.5	33.3	39.6	81	5.7	17.7	40.5	63.3	75.3
44	3.5	9.9	22.0	34.1	40.5	82	5.7	17.9	41.0	64.1	76.3
45	3.5	10.1	22.5	34.9	41.5	83	5.8	18.1	41.5	64.9	77.2
46	3.6	10.3	23.0	35.7	42.4	84	5.8	18.3	42.0	65.7	78.2
47	3.7	10.5	23.5	36.5	43.3	85	5.9	18.5	42.5	66.5	79.1

表 2 (续)

单晶直径/ mm	计数点与边缘的距离/mm					单晶直径/ mm	计数点与边缘的距离/mm				
	1,6	2,7	3	4,8	5,9		1,6	2,7	3	4,8	5,9
86	6.0	18.8	43.0	67.2	80.0	94	6.4	20.4	47.0	73.6	87.6
87	6.0	19.0	43.5	68.0	81.0	95	6.5	20.7	47.5	74.3	88.5
88	6.1	19.2	44.0	68.8	81.9						
89	6.1	19.4	44.5	69.6	82.9	96	6.5	20.9	48.0	75.1	89.5
90	6.2	19.6	45.0	70.4	83.8	97	6.6	21.1	48.5	75.9	90.4
						98	6.7	21.3	49.0	76.7	91.3
91	6.3	19.8	45.5	71.2	84.7	99	6.7	21.6	49.5	77.5	92.3
92	6.3	20.0	46.0	72.0	85.7	100	6.8	21.7	50.0	78.3	93.2
93	6.4	20.2	46.5	72.8	86.6						

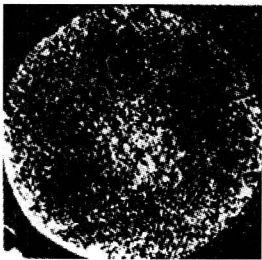


图 1 位错堆

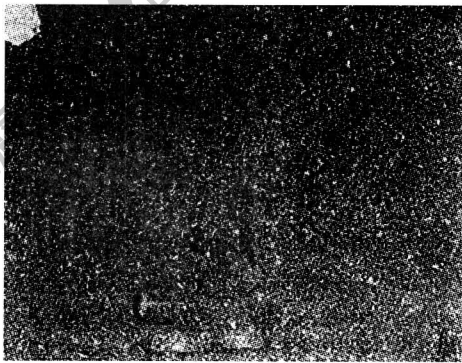


图 2 平底坑

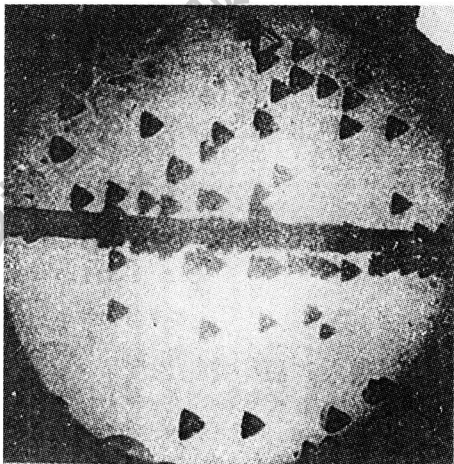


图 3 小角度晶界

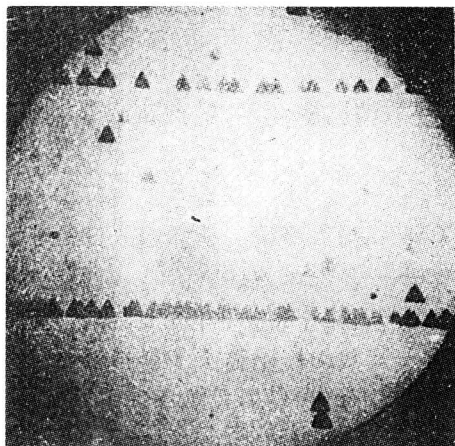


图 4 位错排

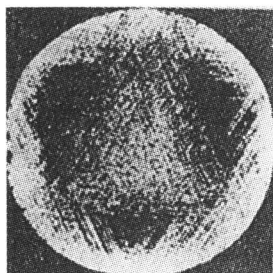


图 5 星形结构

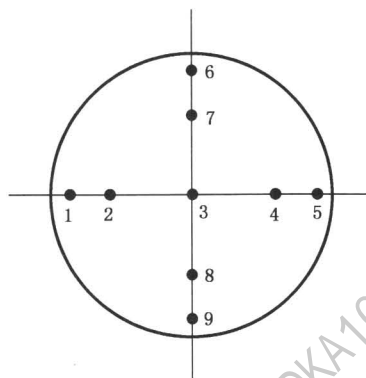
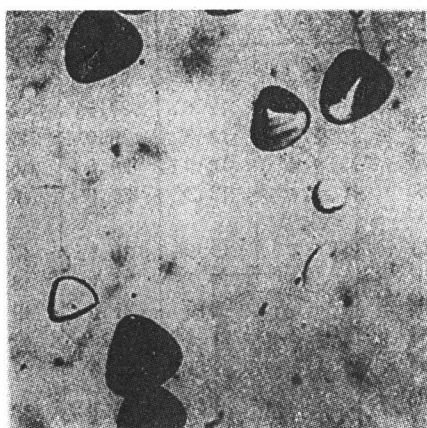


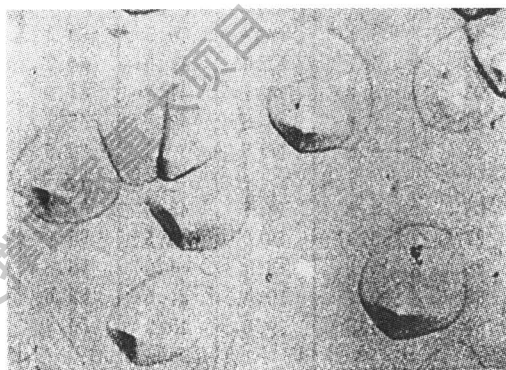
图 6 9点读数位置示意图



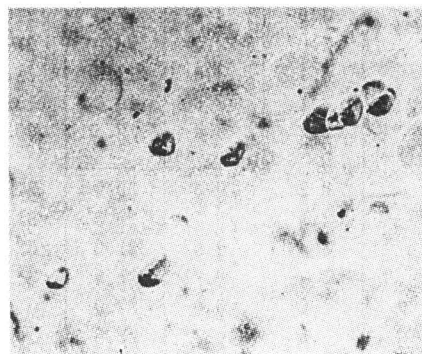
(a) (111)位错腐蚀坑(两步法)



(b) (111)位错腐蚀坑(一步法)



(c) (100)位错腐蚀坑



(d) (113)位错腐蚀坑

图 7 位错腐蚀坑

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
锆单晶位错腐蚀坑密度测量方法
GB/T 5252—2006

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.bzcbbs.com

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字
2006 年 11 月第一版 2006 年 11 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-28180 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 5252-2006