

硅中位錯与蝕斑的对应关系*

洪 晶 王貴華 刘振茂 叶以正

提 要

通过实验肯定了硅单晶的化学侵蚀定向方法,找出抛光液的最佳配比及抛光时间。确定了所选定的位错侵蚀剂的侵蚀规范;此侵蚀剂对晶面无选择性,能显示出刃型和螺型位错,以及“新”、“旧”位错。通过长时间侵蚀、逐层侵蚀、劈裂面蚀斑的对应、小角晶界上蚀斑的观察、形变硅单晶中蚀斑排列以及弯曲形变样品中蚀斑密度与曲率半径间的关系的研究等方法,证明了用此侵蚀剂所得的蚀斑确实与位错一一对应。

一、引 言

固体物理理论研究的发展表明,晶体中结构上的缺陷是决定晶体许多性质的重要因素,而在晶体的各种缺陷中,位错占中心地位。近年来,位错理论在其坚实的实验基础上获得了迅速的发展。

近年来的工作还表明,位错对半导体晶体的电学性能,如少数载流子寿命、载流子迁移率、电阻率等影响很大^[1]。因此,研究半导体晶体中的位错更有其实际意义。

研究半导体中的位错,曾采用多种实验观察方法,如化学侵蚀,缀饰,红外偏振光, X射线,电子显微镜等方法。其中应用最广泛的是化学侵蚀法,因为所需的设备极为简单,而使用又非常方便。Vogel等^[2]用化学侵蚀法成功地证明了锗中对称倾斜小角晶界上蚀斑与位错的一一对应关系,同时也证实了晶界的位错模型。Dash^[3]在硅上用缀饰法和化学侵蚀法相结合研究了位错线的空间分布。

就显示位错的方法来说,化学侵蚀法不但具有上述的突出优点,而且更有其广阔的发展前景。研究各种晶体中的位错时已发现,用化学侵蚀法可以研究位错动力学^[4-7],用逐层侵蚀法能够确定位错的空间分布^[8,9],从蚀斑形状上可以区分刃型与螺型位错^[10],区分新旧位错^[10]及不同极性的位错^[11,12]等等。

化学侵蚀法虽然方便,但掌握起来却比较困难,因为它受各种因素的影响比较大;如侵蚀对表面上的各种缺陷、侵蚀面结晶学取向以及热处理条件等都很敏感,侵蚀剂中杂质原子以及晶体内某种杂质含量对蚀斑的形成以及侵蚀速度都有很大的影响。Logan等^[13]的研究表明,同一硅锭的旋转拉制与不旋转拉制的部分,在同一Dash侵蚀剂中,其侵蚀速度与蚀斑密度是不相同的,但是用Dash的缀饰法证明其位错密度是相同的。此外,到目前为止,还没有能够指导我们对任一种材料选择显示位错的侵蚀剂的理论,现有的侵蚀剂都是凭经验选定的。由此可见,在用化学侵蚀法研究位错之前,必须证明蚀斑与位错之

* 1963年10月30日收到;1964年3月20日收到修改稿。

間存在一一对应关系。本文的目的在于证明, 我們所采用的侵蚀剂在硅上所得到的蚀斑确实与位错一一对应。

二、位错的观察

1. 样品制备

实验研究用的是电阻率为 5—20 欧姆·厘米的 *P* 型硅单晶。从硅锭上垂直生长方向切下厚为 5 毫米的圆片。用碱性溶液侵蚀法^[14,15]及 X 射线法确定晶体取向, 实验证明, 此晶体是沿 $\langle 111 \rangle$ 方向生长的。

我們在做定向侵蚀时采取了三种不同的操作方法: 第一种方法, 表面用 304 号金刚

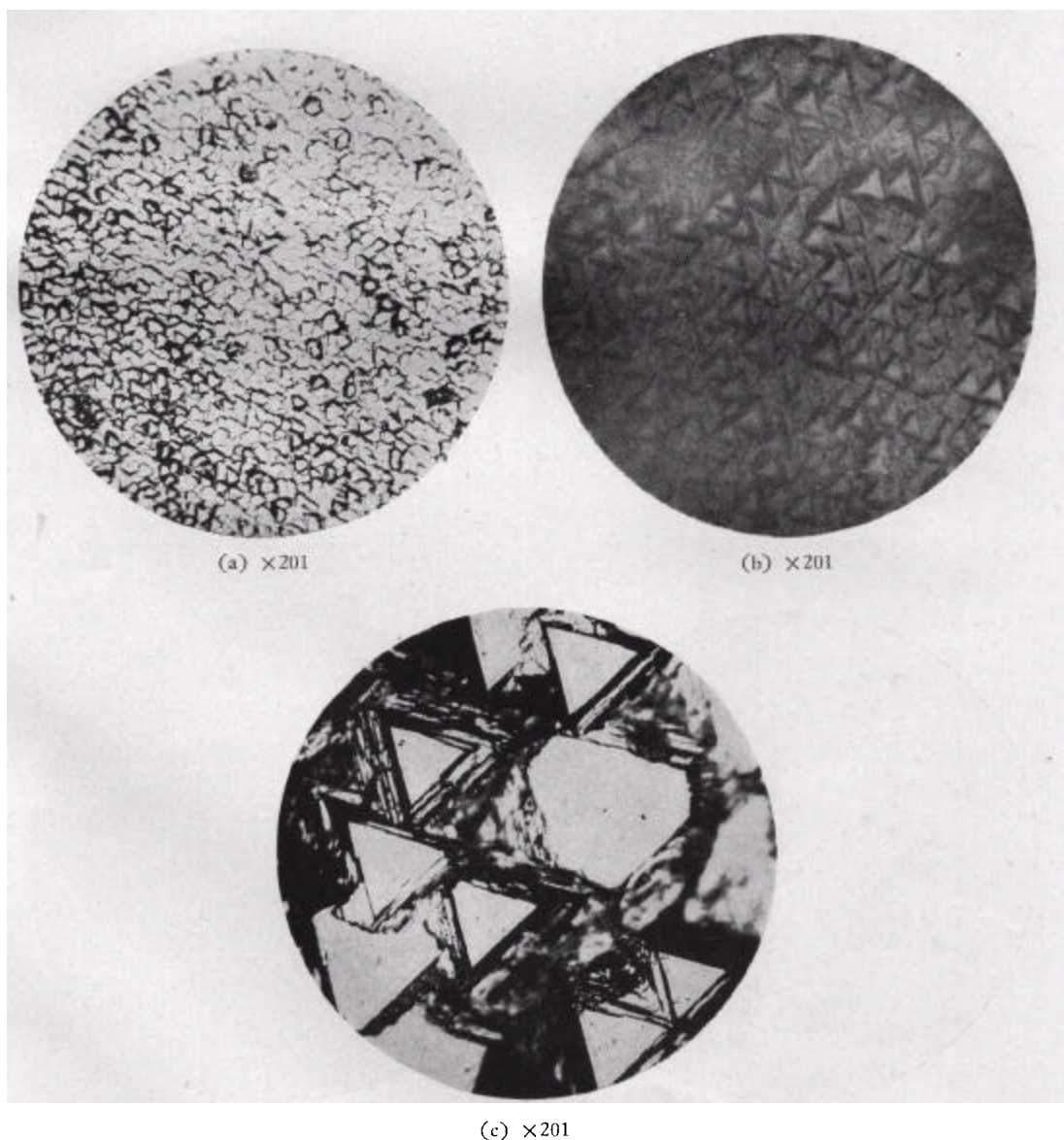


图 1 $\{111\}$ 面定向蚀斑形状

砂研磨,并用蒸馏水清洗后直接用 10% NaOH 煮沸做定向侵蚀,所得定向蚀斑形状如图 1(a)所示;第二种方法,表面用 304 号金刚砂研磨,用蒸馏水清洗,经化学或机械抛光后做定向侵蚀,所得定向蚀斑形状如图 1(b)所示;第三种方法,表面用 304 号金刚砂研磨,用蒸馏水清洗,经化学或机械抛光,用显示位错的侵蚀剂侵蚀出较深的位错坑后再做定向侵蚀,所得定向蚀斑形状如图 1(c)所示。

从图中可以看出,三种方法所得到的效果是相同的。图中蚀斑呈正三角形,说明观察面为 $\{111\}$ 面,三角形的每一边都对应一 $\langle 110 \rangle$ 方向。根据已知的 $\langle 111 \rangle$ 方向(观察面面矢)和 $\langle 110 \rangle$ 方向(定向蚀斑的一边)可以定出其余结晶学方向与晶面。在用此种方法所判定的 $\{100\}$ 与 $\{110\}$ 面上做过定向侵蚀,所得的蚀斑形状如图 2 及图 3 所示。由此可以看出,

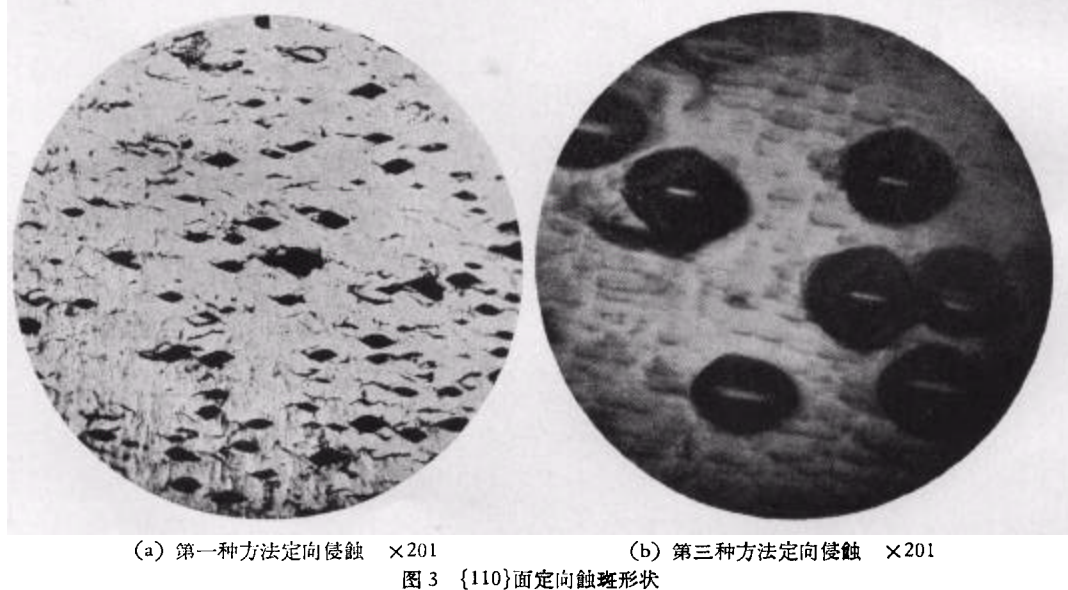
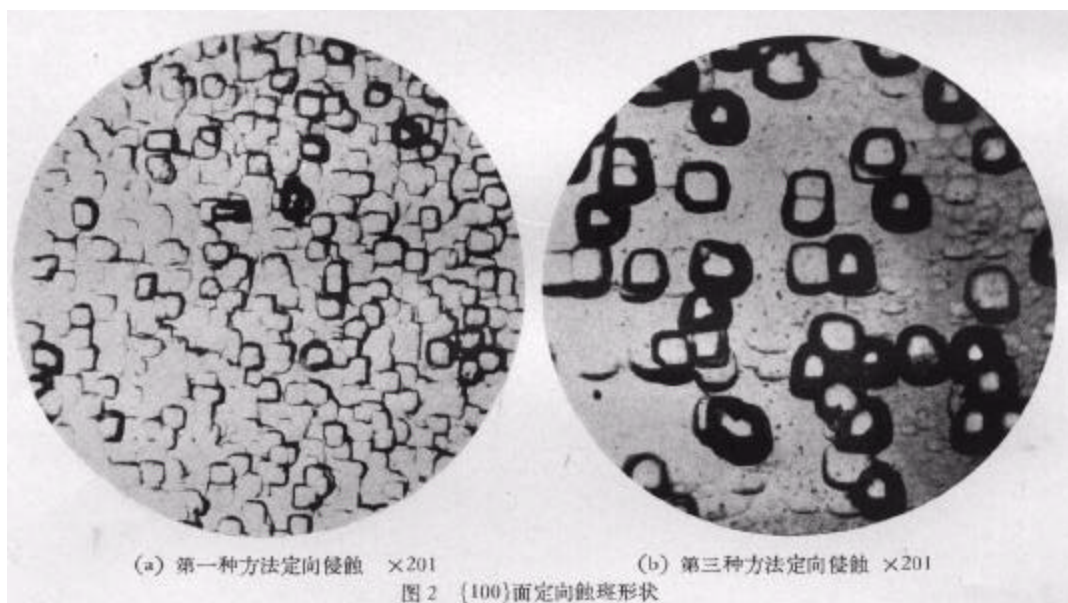


表 1

编号	HF : HNO ₃ : CH ₃ COOH : 其他	侵蚀时间	位错类型	侵蚀表面	备 注	参考文献
1	2 : 3 : 3	$\frac{1}{2}$ —2分钟				[16, 27]
2	1 : 3 : 15	1—2分钟			磨表面	[16, 27]
3	50 : 80 : 50	1—2分钟		{100}	磨表面	[17, 15]
4	2 : 4 : 4[2%Hg(NO ₃) ₂]	12小时		{111}	抛光表面	[17, 15]
5	1 : 3 : 8		螺			[18]
6	10 : 10 : 20 : 1 (Br)		螺		CH ₃ COOH 20—50份均可	[19]
7	30—40% : 30—35% : 30—35% 加 40—60% 水	先抛光 1—2 分钟后 加水侵蚀 $\frac{1}{2}$ —1 $\frac{1}{2}$ 分钟				[20]
8	1 : 3 : 10	5—16小时			CH ₃ COOH 20%亦可	[21, 27]
9	3 : 5 : 3 : 2[3%Hg(NO ₃) ₂]	2 分钟	刃、螺	任意面 {111}, {100}		[22, 27] ¹⁾
10	CP-4					[23, 27] ²⁾
11	4 : 5 : 2 : $\frac{1}{3}$ [1%克分子浓度KNO ₃]		刃、螺			[24, 27] ²⁾
12	1 : 3 : 6	20—25分钟				[25, 21]
13	10 : 10 : 20 : 0.3(Br)			{111}		[26]
14	10 : 30 : 35 : 0.06(Br)	40—150分钟 6 分钟				[26]
15 ¹⁾	8 : 10 : 10					[26, 14]
16	1 : 3 : 1					[14]
17	1 : 10 : 20 : 1(Br)		螺		先用 CP-4 抛光	[14]

1) 文献[14]报导此种侵蚀剂先侵蚀 5—8 分钟后要加水冲淡, 保持 20—25 分钟。 2) 此处引用文献[22—24]中的成分, 与文献[27]略有不同。

用碱性溶液定向后进行切割是正确的,而且簡便易行。

侵蝕观察中所用的样品是具有 $\{111\}$, $\{112\}$, $\{110\}$ 或 $\{100\}$ 面,尺寸大約为 $6 \times 6 \times 5$ 毫米³的小硅块;也曾制成同时具有上述四个晶面的样品。

切割好的样品順次用 303 号、304 号金刚砂研磨,用蒸餾水清洗,然后用 HF(40%):HNO₃(61—68%) = 1:2 的混合溶液在 25℃ 下抛光 2—5 分钟,以除去磨伤的表面层。25℃ 时的抛光速度約为每分钟 4 微米。抛光后的样品在显微镜下放大 345 倍观察,結果表面十分平整。用 HF:HNO₃ = 1:5 或其他比例混合溶液抛光亦可,但看来成分以 1:2 的抛光效果最好。

2. 蝕斑的显露

显示硅中位錯的侵蝕剂种类很多,主要者列于表 1 中,其中应用比較广泛的是 Dash 侵蝕剂^[21]。此侵蝕剂侵蝕時間过长,故而不便。我們采用另一种侵蝕剂,即 HF(38—40%):HNO₃(61—68%):CH₃COOH(98%) = 15:15:27,用此种侵蝕剂只要 2—3 分钟即可获得清晰的蝕斑。侵蝕時間加长,蝕斑变大并加深。拉制晶体中侵蝕時間与蝕斑尺寸的关系列于表 2 中。此侵蝕剂在 $\{111\}$, $\{112\}$, $\{100\}$ 及 $\{110\}$ 面上所显露出蝕斑的形状无显著区别。蝕斑形状之所以不同,主要决定于位錯綫相对观察面的取向;当偏离面矢較大时,蝕斑扁而长,并且較浅。侵蝕時間过长,可能使数个蝕斑合并成一个大蝕斑。所以当位錯密度較大时,侵蝕時間不宜过长。

表 2 拉制晶体中蝕斑尺寸与 25℃ 下侵蝕時間的关系

样品編号	侵蝕時間,分钟	蝕斑最大长度,微米	蝕斑深度,微米
1	7	10—15	4—8
2	14	30—40	8—12
3	21	40—55	12—16

在实验过程中我們发现,冰醋酸在侵蝕剂中的比份为由 2 份至 4 份均能得到清楚的蝕斑,只是冰醋酸的比例越大,則侵蝕時間也要相应地加长;而加少量溴水,便能加快侵蝕速度。温度对侵蝕速度影响較大,在 10—40℃ 区間内,侵蝕速度随温度升高而增大。当温度高于 50℃ 时,侵蝕剂变成抛光剂而不再形成蝕斑。实验結果表明,25℃ 下的侵蝕速度比較适宜,即迅速而又便于掌握。在实验中还发现,經过不同热处理的样品上,在同一侵蝕条件下,为显示出尺寸相同的蝕斑所需的時間不同。

侵蝕剂同时能显示刃型位錯(如小角傾斜晶界中位錯,图 11,以及多边化墙中位錯,图 16)与螺型位錯(螺型位錯是在 900℃ 下以 $\langle 111 \rangle$ 为軸扭轉的样品上获得的,經 1200℃ 温度下退火 12 小时未发现攀移)。

三、蝕斑与位錯的对应关系

我們采用下列各种方法验证蝕斑与位錯的对应关系:

1. 長時間侵蝕

位錯是綫性缺陷。假如侵蝕过程中不遇到位錯环和位錯节,如果蝕斑对应于位錯,則蝕斑的数目应与侵蝕時間无关;这在其他晶体上已得到証明(如文献[8])。从图 4 中看

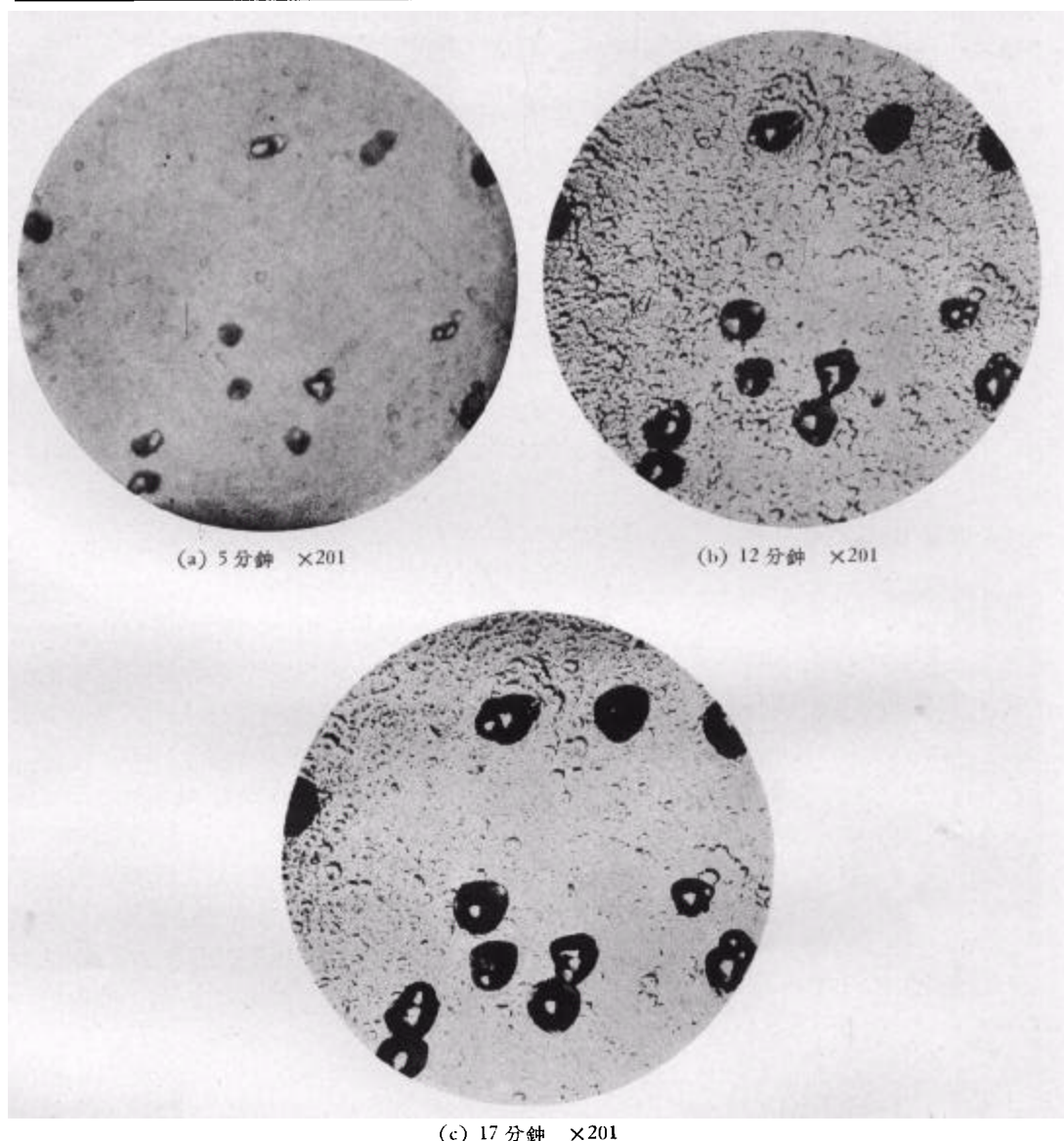


图 4 不同侵蚀时间所得到的蚀斑

出,随侵蚀时间的加长,只是蚀斑变大、变深,而数目是不改变的。

2. 逐层侵蚀

根据上述理由,如蚀斑与位错对应,通过侵蚀、抛光、再侵蚀之后,蚀斑数目不应发生变化。图 5(a) 是第一次侵蚀后的照片;图 5(b) 是抛光一层之后再侵蚀的照片,观察面为 $\{111\}$ 面。从图中看出,在被加大而底变平了的两列蚀斑中,产生了新的蚀斑。新旧蚀斑是一一对应的。同时观察到连续侵蚀三次所得到的蚀斑也是互相对应的,如图 6 所示。从图中清楚地看到,前后三次侵蚀所形成的深浅不同、大小不等的蚀斑是相互对应的、相互重迭的。

从图 5(b) 及图 6 中看出,第二次和第三次侵蚀的蚀斑不是在前次蚀斑的中心出现,

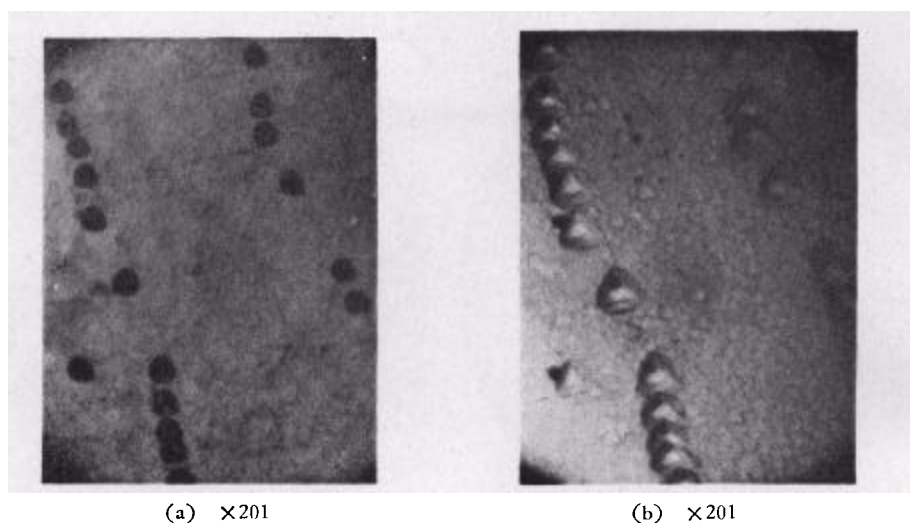


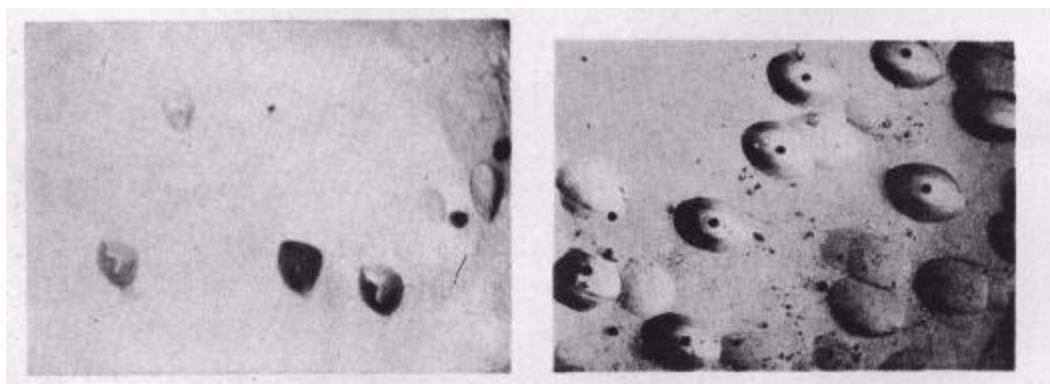
图5 重复侵蚀的蚀斑

图6 经过三次侵蚀的蚀斑 $\times 201$

这是由于硅（金刚石结构）中位错的特点所致。Hornstra^[28] 在理论上指出，没有与 $\{111\}$ 面垂直的位错线，实验也未曾观察到垂直 $\{111\}$ 面的位错。新蚀斑不在旧蚀斑底的中央出现是有理论根据的。

为了进一步证明上述特点，曾做过如下的实验：经侵蚀、抛光、再侵蚀之后，在 $\{112\}$ 面上观察蚀斑形状，结果如图7所示。从图中可以看出，有的新蚀斑是在原蚀斑底的中央出现，说明这种位错线是垂直观察面的，是 $\langle 112 \rangle$ 方向的位错。

此外，还在 $\{110\}$ 面上观察到类似的情况，如图8所示，这些蚀斑代表 $\langle 110 \rangle$ 方向的位错。

图7 $\langle 112 \rangle$ 位错的显示 $\times 201$ 图8 $\langle 110 \rangle$ 位错的显示 $\times 201$

3. 劈裂面上蚀斑的对应

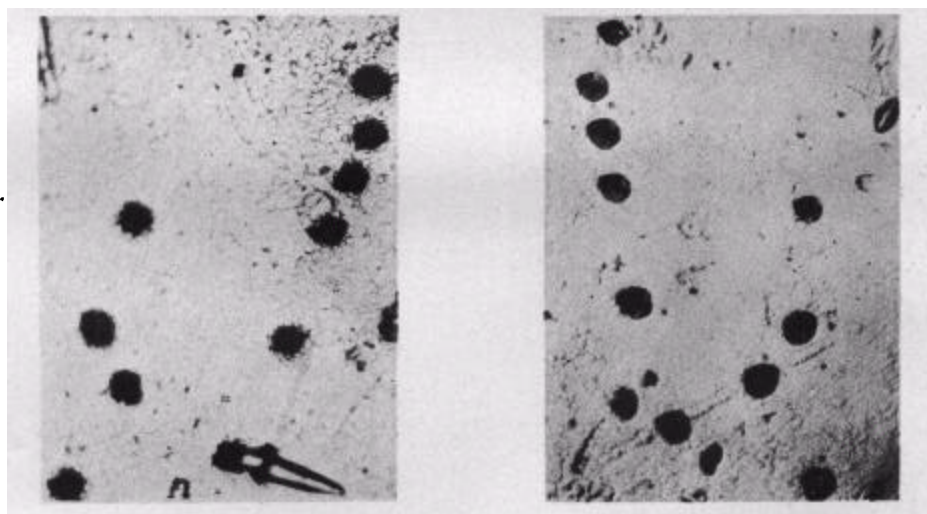
硅晶体的解理面是 $\{111\}$ ，总会有位错贯穿此面。因此，当沿解理面劈裂硅晶体时，如

触斑对应于位错, 则两相对应的劈裂面上所观察到的触斑应一一对应。用此法证明触斑与位错的对应, 是一个简便而有效的方法^[8,29]。在室温下沿解理面劈裂硅晶体, 在两相对应的劈裂面上所观察到的触斑对应关系如图 9 所示。从图中可以看出极为明显的对应关系, 只有个别触斑位置稍有偏差, 产生偏差的原因是位错线不与 $\{111\}$ 面垂直和位错线取向不同的缘故。经多次实验, 重复性极好。

此外, 我们还在劈裂面上对比了我们所采用的侵蚀剂和 Dash 侵蚀剂: 劈裂晶体的左半部用我们的侵蚀剂侵蚀, 右半部用 Dash 侵蚀剂侵蚀, 结果所得到的触斑是完全对应的, 如图 10 所示。



图 9 劈裂面上触斑的对应 $\times 86$



(a) Dash 侵蚀剂 $\times 201$

(b) 我们所采用的侵蚀剂 $\times 201$

图 10 两种不同侵蚀剂在劈裂面上所显示出触斑的对应

4. 晶界上的触斑

我们在一个样品上观察到几个平行的晶界, 其中之一的一部分示于图 11 中。晶界上



图 11 对称倾斜小角晶界 $\times 201$



图 12 重复侵蚀后晶界触斑形状 $\times 201$

的位错是同一种取向的,从图 12 中的两次侵蚀所得蚀斑的相互位置可以清楚地看到这一点。曾经同时侵蚀样品的上下面,所得蚀斑的数目与排列也是完全对应的。通过上下面

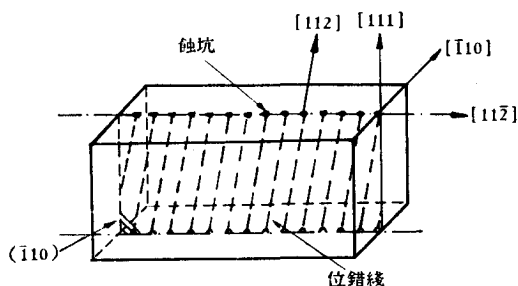


图 13 晶界位错取向示意图

蚀斑的相互位置与样品厚度,计算出位错线与观察面(111)面成 $70^\circ 24' \pm 5'$ 的角,而两{111}面之间夹角的理论值为 $70^\circ 32'$,还求出各位错线处在平行于生长轴的{110}面内,由此可知,此位错是在{111}滑移面内的复杂位错^[28],如图 13 所示。这一结果与理论上预言的^[30]是一致的。根据位错线间平均距离计算,此晶界(图 11)的取向差 $\left(\theta \simeq \frac{b}{D}\right)$ 约为 $19''$ 。

5. 弯曲形变硅中蚀斑的排列及其密度

为了进一步证明蚀斑确实对应于位错,在弯曲形变的硅上观察蚀斑的排列、热处理对蚀斑排列的影响和蚀斑密度与曲率半径之间的关系。

(1) 蚀斑的排列

形变时所用两种样品的晶轴取向如图 14(a) 与(b)所示。样品以 $\langle 110 \rangle$ 为弯曲轴在空气中,在 $800-900^\circ\text{C}$ 下进行弯曲,在该温度下保持 10 分钟,然后迅速降温,以避免退火的影响。在形变样品各个表面上所得到的蚀斑排列如图 15(a)、(b)、(c) 所示。

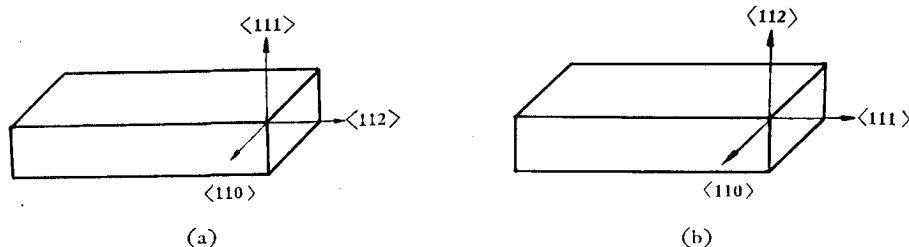


图 14 弯曲形变用样品的晶体取向示意图

众所周知,金刚石结构晶体中的滑移面为密排面,即{111}面。因此当硅在高温下受外力作用而滑移时所产生的位错均在{111}面内,而位错在观察面上的露头应按{111}面与观察面的交线排列。从简单的几何学出发,可以计算出各{111}面与{112}面的交线相互成 $67^\circ 57'$ 或 $44^\circ 20'$ 角;各{111}面与{111}面的交线相互成 60° 角;各{111}面与{110}面的交线成 $54^\circ 44'$ 或 $70^\circ 32'$ 角。

从图 15(a) 可以看出,在{110}面上有一中性层,上半部由于压缩引起滑移,下半部由于拉伸引起滑移,此种滑移所产生的位错蚀斑排列相互成 $53^\circ 30'$ 角;从图 15(b) 中可以测出{111}面上蚀斑排列成 59° 角;从图 15(c) 中可以测出{112}面上蚀斑排列相互成 $43^\circ 10'$ 角。这些角度与理论计算值稍有出入,这是切割样品时稍许偏离预定的结晶学方位的结果。在形变后,经过 1200°C , 4 小时退火的样品上观察到蚀斑沿垂直原排列方向的重新排列,如图 16 所示。形变时所产生的位错,在高温退火时发生攀移运动而形成多

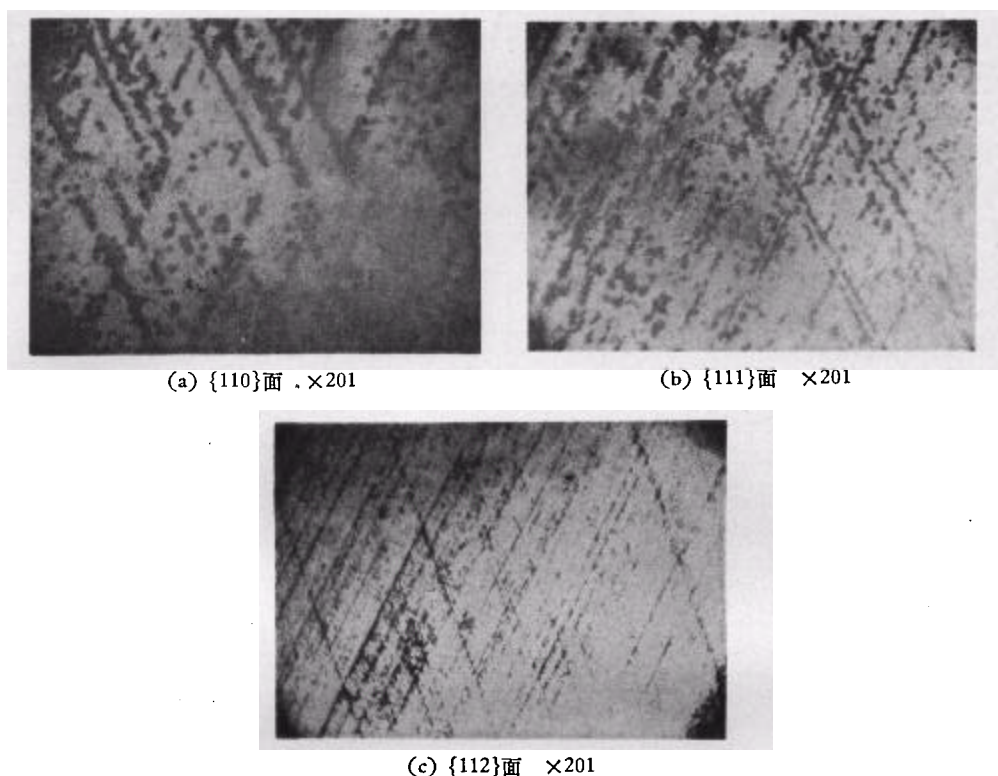


图 15 弯曲形变后各面蚀斑排列

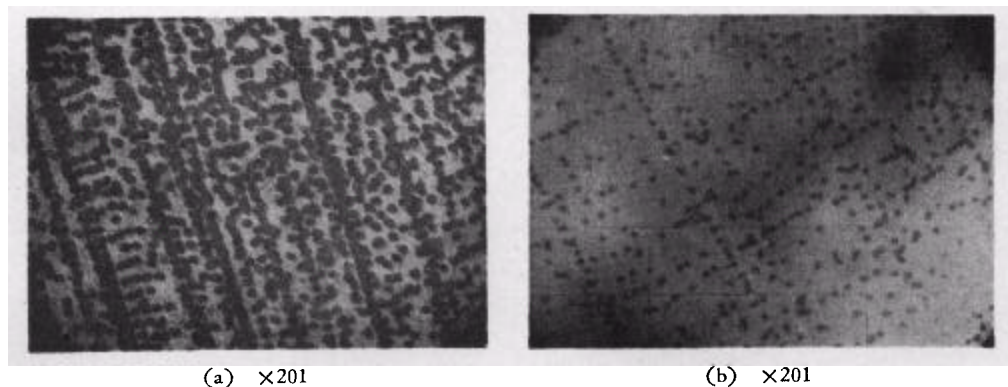


图 16 多边化墙的显示

边化墙。由此可见,形变后蚀斑的排列和退火后的重新排列同位错的性质是完全吻合的。

(2) 蚀斑密度

从滑移的位错理论,可以很容易地求出在样品范性弯曲形变时,产生一定的曲率半径所需的同号刃型位错数目,其表达式如下: $\rho = 1/rb \cos \varphi$, 式中 ρ 是位错密度; r 是弯曲形变晶体的曲率半径; b 是位错柏格斯矢量的数值; φ 是中性层与滑移面的夹角。测出弯曲形变后样品的曲率半径,用上式计算出位错密度 ρ ,同时测出蚀斑的密度;然后比较这两个密度,即可判断出是否存在蚀斑与位错之间的对应关系。

在对许多晶体的研究工作中曾发现,往往是形变后立即测出的蚀斑密度大于按样品

曲率半径計算出的位錯密度,这是因为形变后样品中所产生的刃型位錯总是包括两种符号相反、数目不等的刃型位錯。经过一定的热处理,使符号相反的位錯相互抵消,所剩下的同号刃型位錯经过攀移运动形成多边化墙^[30-33],而退火后样品中的触斑密度和根据曲率半径計算出的位錯密度相吻合。

实验中所用样品的尺寸为 $1.5 \times 1.5 \times 20$ 毫米³,其結晶学取向如图 17 所示。我們之所以选取这种样品,是因为作用在 $(\bar{1}\bar{1}1)$ 面上的切应力大于其他一切可能的滑移面上的切应力,因此当发生范性形变时产生单滑移系^[32],而且退火后多边化墙上的刃型位錯是 $[\bar{1}12]$ 方向的,所以可以直接应用上述位錯密度公式。

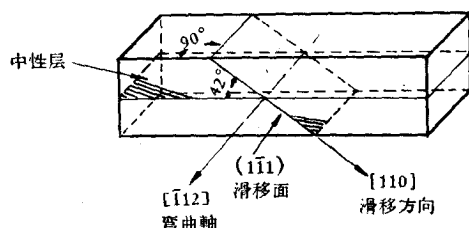


图 17 弯曲形变样品結晶学取向示意图

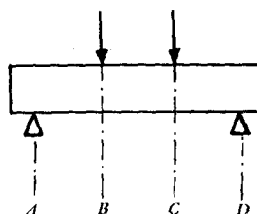


图 18 样品受力示意图

按上述要求制成的样品抛光后放在形变工具上,在空气中加热到 900°C ,加压 5 分钟,加压时样品受力情况如图 18 所示;然后去掉压力,切断加热电源使之自然冷却。取出样品,测量其 BC 段內的曲率半径;侵蚀后测 $(\bar{1}12)$ 面上的触斑密度。再次抛光后样品在 1200°C 下在 5×10^{-3} 毫米汞柱真空中做退火处理,退火时间为 8 小时;达到规定时间后,以每小时 50°C 的速度降温,至 800°C 时切断电源自然冷却之。退火后再次侵蚀并测触斑密度。上述各项结果均列于表 3 中。根据所测出的曲率半径計算出的位錯密度也列于該表中。实验中还曾注意到,弯曲形变时所产生的位錯确实是 $[\bar{1}12]$ 方向的;此外,退火后刃型位錯排列成多边化墙,如图 19 所示。

表 3

样品编号	曲率半径,厘米	位錯密度計算值 厘米 ⁻²	退火前触斑密度 厘米 ⁻²	退火后触斑密度 厘米 ⁻²
1	1.9	1.8×10^7	1.9×10^7	1.7×10^7
2	23	1.5×10^6	1.7×10^6	1.6×10^6

从图 19 中可以看出,多边化过程的初始阶段,即位錯通过滑移与攀移运动导至其均匀分布与正负号位錯抵消阶段已結束,但多边化过程尚未終止。从照片中还可看出,样品中的分散触斑尚較多,而且从表 3 中可看出退火后触斑密度减少得并不显著,可以说退火不够充分。为判明退火不充分对实验结果有无影响,在 1200°C 下又做 32 小时的退火,退火后的触斑密度无改变,但多边化过程有进展,如图 20 所示。经过此次退火后,排在多边化墙外的位錯数約占总数的 4%。因此,对我们計算位錯密度的实验来说, 1200°C 下 8 小时的退火是足够充分的。退火时位錯密度变化的情况与文献[31]中的结果不完全一致,其原因可能是所用的样品、形变方式及形变温度不同。

从表 3 中可明显地看出,触斑与位錯之間确实存在着——对应关系。

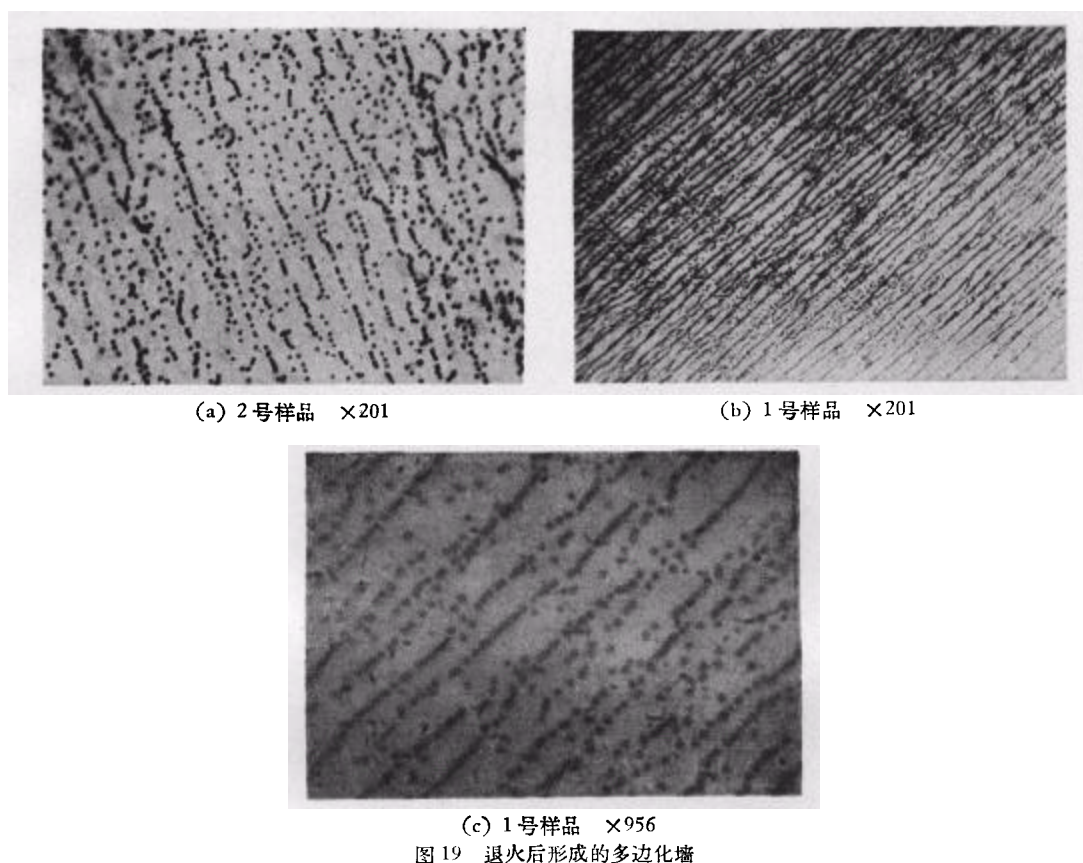
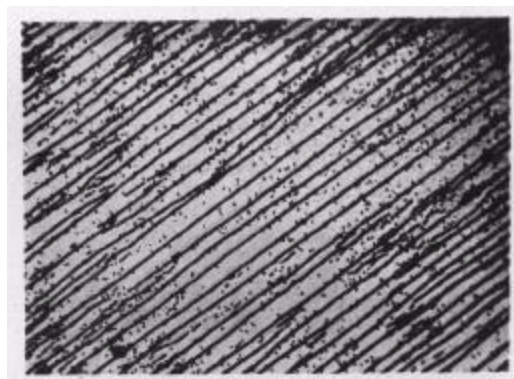


图 19 退火后形成的多边形化墙

图 20 1号样品在 1200°C 下 40 小时退火后的多边形化墙 $\times 201$

6. 集中力作用下范性形变硅中蚀斑的排列

在 850°C 下用碳化硅或金刚石针尖压样品的 $\{111\}$ 与 $\{100\}$ 面。侵蚀后得到的蚀斑排列如图 21 所示。从图 21(a)可以看出,在 $\{111\}$ 面上压痕附近蚀斑排列成交角为 60° 的星芒,而图 21(b)显示出在 $\{100\}$ 面上压痕附近蚀斑排列成交角为 90° 的星芒(各 $\{111\}$ 面与 $\{100\}$ 面的交线在 $\{100\}$ 面上是相互垂直的)。在集中力作用下,针尖附近沿 $\{111\}$ 面发生滑移而产生位错,所以侵蚀后在 $\{111\}$ 与 $\{100\}$ 面位错露头处呈现有规则排列的蚀斑,这就又给蚀斑对应于位错提供了另一个可靠的根据。

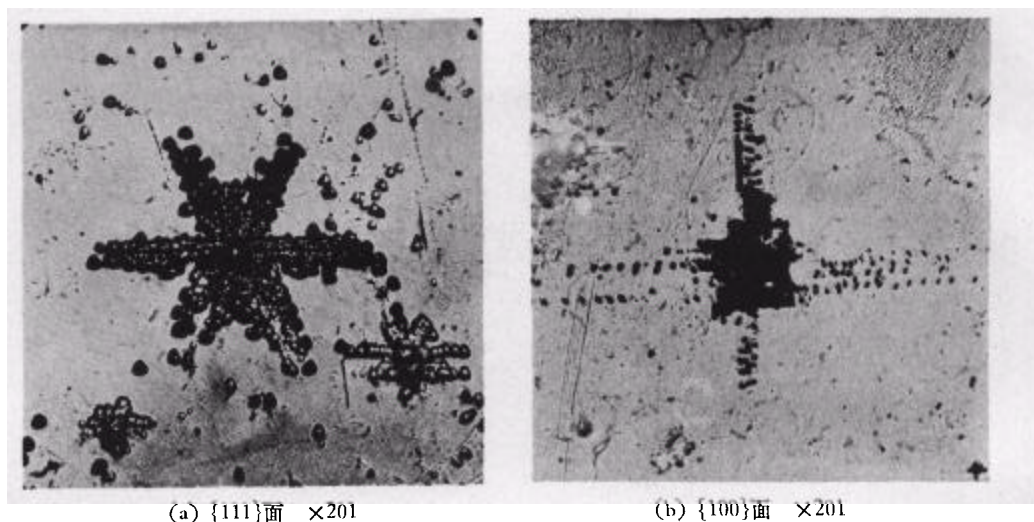


图 21 压痕附近蚀斑的排列

四、結 束 語

用碱性溶液侵蚀法可确定特定晶面取向,并可根据定向蚀斑形状定向切割样品,实验证明,硅的最佳抛光液配比为 $\text{HF}:\text{HNO}_3 = 1:2$, 25°C 下的最佳抛光时间为 2—5 分钟。

我们选择的侵蚀剂对晶面的选择性不强,曾在 $\{111\}$, $\{110\}$, $\{100\}$, $\{112\}$ 等面上获得对应于位错的蚀斑,各面上蚀斑形状无显著区别。侵蚀剂中冰醋酸的含量比份变化由 2 份至 4 份均能获得清晰的蚀斑,但冰醋酸的比份越大,则所需侵蚀时间越长;如加少量溴水,可加快侵蚀速度。侵蚀剂对温度较敏感,当高于 50°C 时,则变成抛光剂而不再形成蚀斑。 25°C 下的侵蚀时间一般为 2—5 分钟。侵蚀能同时显示刃型和螺型位错,可显示拉制晶体中的“旧”位错,也可显示形变过程中产生的“新”位错。样品所受的热处理对侵蚀剂的侵蚀速度有较显著的影响。当位错线偏离观察面面矢时,蚀斑长而浅,至于此种侵蚀剂在位错线偏离观察面面矢的角度达到多大就不能再显示出位错蚀斑,尚待进一步研究。

通过逐层侵蚀、劈裂面上蚀斑的对应、范性形变、退火多边化等实验证明了硅中蚀斑与位错的一一对应关系。

这一工作是孙瑞蕃同志所倡议的,在工作中曾得到他的关切与指导,谨此致谢。

参 考 文 献

- [1] Bardsley, W., Progress in Semiconductors, London, 4 (1960), 157; УФН, LXXIII (1961), вып. 1, 121.
- [2] Vogel, F. L., Pfann, W. G., Corey, H. E. and Thomas, E. E., Phys. Rev., 90 (1953), 489.
- [3] Dash, W. C., Dislocations and Mechanical Properties of Crystals, Wiley, New York (1957), 57; Дислокации и механ. св-ва кристаллов, Изд. ин. лит. (1960), 60.
- [4] Johnston, W. G. and Gilman, J. J., J. Appl. Phys., 30 (1959), 129.
- [5] Stein, D. F. and Low, J. R., J. Appl. Phys., 31 (1960), 362.
- [6] Erickson, J. S., J. Appl. Phys., 33 (1962), 2499.
- [7] Chaudhuri, A. R., Patel, J. R. and Rubin, L. G., J. Appl. Phys., 33 (1962), 2736.
- [8] Gilman, J. J. and Johnston, W. G., Dislocations and Mechanical Properties of Crystals, Wiley, New York (1957), 116; Дислокации и механ. св-ва кристаллов, Изд. ин. лит. (1960), 82.
- [9] Шаскольская М. П. и др., Кристаллография, 6 (1961), 277.
- [10] Gilman, J. J., Johnston, W. G. and Sears, G. W., J. Appl. Phys., 29 (1958), 747; Элементарные

- процессы роста кристаллов, Изд. ин. лит. (1959), 249.
- [11] Faust, J. W. Jr. and Sagar, A., *J. Appl. Phys.*, **31** (1960), 331.
 - [12] Morio Inone, Iwao Teramoto and Shigetoshi Takayanagi, *J. Appl. Phys.*, **34** (1963), 404.
 - [13] Logan, R. A., Peters, A. J., *J. Appl. Phys.*, **28** (1957), 1419.
 - [14] Шашков Ю. М., *Металлургия полупроводников*, Металлургиздат (1960), 196—199.
 - [15] Faust, J. W. Jr., *Solid State Physics*, **6**, 158.
 - [16] Johnston, T. L., Li, C. H., Knudson, C. I., *J. Appl. Phys.*, **28** (1957), 746.
 - [17] Faust, J. W. Jr., in Enlarged Abstracts (Electronics Div.) of Electrochemical Society Meeting, Cincinnati, Ohio, May (1955), 172.
 - [18] Dash, W. C., Am. Inst. Mining Met. Engrs Meeting in New York, February (1956).
 - [19] Bardsley, W., Straughan, B. W., *J. Electronics and Control*, (1955/56), No. 5, 561.
 - [20] Sprau, C.A.F.T., *Proc. Phys. Soc.*, **69** (1956), Sec. B, No. 6, 689; Кремний, Изд. ин. лит. (1960), 200; Франк Х., Шнейдар В., *Полупроводниковые приборы*, Изд. ин. лит., 199.
 - [21] Dash, W. C., *J. Appl. Phys.*, **27** (1956), 1193; *半导体材料硅* (1962), 218.
 - [22] Vogel, F. L., Lovell, L. C., *J. Appl. Phys.*, **27** (1956), 1413; Кремний, Изд. ин. лит. (1960), 202.
 - [23] Chang, R., *J. Appl. Phys.*, **28** (1957), 385.
 - [24] Yasuo Matukura and Takeaki Suzuki, *J. Phys. Soc., Japan*, **12** (1957), 976.
 - [25] Dash, W. C., *J. Appl. Phys.*, **30** (1959), 459.
 - [26] Трахтенберг, А. Д., Файнштейн, С. М., *Физ. твердого тела*, **1** (1959), 373; *半导体材料硅* (1962), 224.
 - [27] Регель В. Р., Урусовская А. А. и Коломийчук В. Н., *Кристаллография*, **4** (1959), 937.
 - [28] Hornstra, J., *J. Phys. Chem. Solids*, **5** (1958), 129.
 - [29] Сунь Жуй-фан (孙瑞蕃), Экспериментальное исследование дислокационного механизма скольжения в кристаллах (1958).
 - [30] Amelinckx, S. and Dekeyser, W., *Solid State Phys.*, **8** (1959), 325.
 - [31] Patel, J. R., *J. Appl. Phys.*, **29** (1958), 170.
 - [32] Vogel, F. L., *J. Metals*, **8** (1956), 946.
 - [33] Hibbard, W. R. Jr., and Dunn, C. G., *Acta Met.*, **4** (1956), 306.

AN EXPERIMENTAL STUDY OF THE CORRESPONDENCE BETWEEN DISLOCATIONS AND ETCH PITS IN SILICON SINGLE CRYSTALS

HUNG CHING WANG KWEI-HUA LIU CHEN-MAO YEH I-CHENG

ABSTRACT

Experiments are performed to confirm the chemical etching method for defining the crystallographic orientation of silicon single crystals. The best compositions of the polishing solution for the crystal surface and of the etchant for revealing dislocations are given. The etchant is not sensitive to crystallographic surfaces, and is capable of revealing both edge and screw dislocations, also "new" and "old" dislocations.

The following experimental methods are used to verify the correspondence between dislocations and etch pits in the silicon crystals: 1) prolongation of etching time; 2) alternate polishing and etching; 3) etching of matched cleavage faces; 4) observation of dislocations in small-angle tilt boundaries and determination of their geometrical properties; 5) observation and determination of the geometrical arrangement of the etch pit patterns on different crystallographic faces of the specimens under deformation (bending and indentation); 6) checking of the relationship between the radius of curvature and the dislocation density of bent specimens.