

О перераспределении дислокаций в монокристаллах кремния вблизи концентраторов напряжений

© А.М. Орлов, А.А. Соловьев, И.О. Явтушенко, А.А. Скворцов

Ульяновский государственный университет,
432979 Ульяновск, Россия

E-mail: SolovyevAA@ulsu.ru, OrlovAM@ulsu.ru

(Поступила в Редакцию 31 июля 2006 г.

В окончательной редакции 11 сентября 2006 г.)

Исследован механизм релаксации напряжений вблизи концентратора напряжений — скрайба — в монокристаллах кремния за счет размножения и перемещения дислокаций. Определены энергетические и динамические характеристики наблюдаемых процессов при различных углах ориентации концентраторов напряжений относительно направления [110].

PACS: 61.72.Ff, 61.72.Lk, 61.72.Cc

Настоящая работа является продолжением проведенных ранее исследований [1] процессов перегруппировки дислокаций в кремнии при некоторых углах нанесения царапин — скрайбирования — относительно различных кристаллографических направлений. При этом в зависимости от азимутального расположения царапины была выявлена отчетливая связь между трансформацией линейной плотности дислокаций в плоскостях скольжения и релаксацией вводимых напряжений за счет размножения и перемещения дислокаций. На основе предложенной кинетической модели перемещения линейных дефектов были определены некоторые параметры релаксации напряжений при определенных углах ориентации царапины — скрайба.

Вместе с тем практически неисследованной остается температурная деградация дислокационных источников в области локальных разрушений на поверхности кремния. До конца неясна относительная роль зарождения и перемещения линейных дефектов в механизме релаксации введенных упругих напряжений при различных температурных режимах обработки. Отсутствуют активационные характеристики указанных процессов. Цель настоящей работы — прояснить обозначенные проблемы.

1. Методика эксперимента

Материалом для исследований служили стандартные 76 mm пластины бездислокационного n -кремния ($\rho = 0.01 \Omega \cdot \text{cm}$), приготовленные по стандартной технологии из легированного фосфором монокристаллического слитка, выращенного по методу Чохральского в направлении [111]. Подготовленные образцы (пластинки размером $\sim 15 \times 10 \times 0.4 \text{ mm}$) обрабатывались по методике, подробно описанной в [1]. Моделью скрайба являлись царапины, проводимые ребром алмазной пирамидки с углом 90° между гранями на поверхности (111) исследуемых пластин под различными углами α относительно направления [110]. Индентирова-

ние проводилось под нагрузкой 100 g с фиксированной скоростью $57.5 \mu\text{m/s}$. Анализ дислокационной картины осуществлялся по ямкам травления после обработки пластин в стандартном селективном травителе CP-4 [2]. Диапазон исследуемых температур лежал в пределах 873–1023 K.

2. Результаты исследований и их обсуждение

После скрайбирования и химической обработки кристаллов в области царапины, как и ранее [1], наблюдается пакетное распределение ямок травления вдоль определенных плоскостей скольжения, изменяющееся с углом индентирования α . Однако, несмотря на достаточно хорошую воспроизводимость результатов, отчетливость картины при изменении угла скрайбирования иногда нарушается. В результате переходная область дислокационной перегруппировки в пределах $\alpha = (15^\circ \pm n \cdot 30^\circ)$, $n = 0, 1, 2, \dots$, может оказаться неоднозначной.

Для выявления этой картины нами были проведены дополнительные исследования, позволившие, как нам представляется, вскрыть причины этих отклонений. Мы их связываем как с несимметричным расположением ребра алмазной пирамидки относительно выбранного направления скрайбирования, так и с естественным люфтом индентора в узлах его фиксации. Причем, если первый случай нарушает характер расположения дислокационных дорожек и их частоту с обеих сторон царапины, то второй связан с неконтролируемым отклонением царапины на отдельных микроучастках от выбранного базового направления скрайбирования.

Попытаемся оценить разориентацию составляющих микроучастков $\Delta\alpha$ относительно базового направления [110]. В основу оценки положим отличительные особенности распределения дислокаций при различных углах скрайбирования и несущественные различия максимальных удалений головных дислокаций от царапины в пределах малых значений α , не превышающих 20°

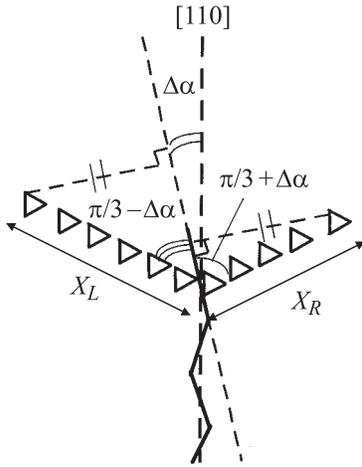


Рис. 1. Неконтролируемое отклонение $\Delta\alpha$ индентора от основного направления скрайбирования [110].

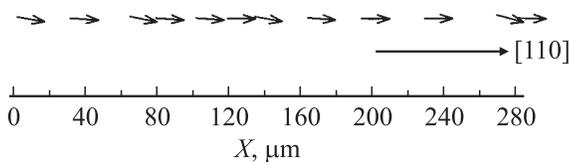


Рис. 2. Направление элементарных перемещений алмазной пирамидки при индентировании поверхности кристалла в направлении [110], восстановленное по дислокационной картине в области царапины.

(рис. 2 из работы [1]). Тогда учитывая непосредственную связь между X_L и X_R

$$X_L \sin(60^\circ - \Delta\alpha) \approx X_R \sin(60^\circ + \Delta\alpha),$$

нетрудно показать (рис. 1), что

$$\Delta\alpha \approx \arctg\left(\frac{\sqrt{3}(X_L - X_R)}{X_L + X_R}\right), \quad (1)$$

где X_L и X_R — разбеги головных дислокаций по основным направлениям их распространения с обеих сторон от концентратора напряжений.

Результаты измерений, проведенных с учетом (1) и рис. 1, представлены на рис. 2. Они отражают ход алмазной пирамидки на различных микроучастках царапины. Видно, что траектория режущей грани не только самопроизвольно изменяется в пределах от -5 до 15° по отношению к выбранному направлению [110], но и из-за несимметричности диапазона изменения углов однозначно указывает на неточность стартовой установки режущего ребра пирамидки. Все это наряду с приведенными отклонениями приводит к перераспределению дислокационных цепочек вдоль различных кристаллографических направлений с той стороны скрайба, где происходит дислокационная перегруппировка

(рис. 3). Так, во всем диапазоне исследуемых температур с изменением угла α наблюдается закономерное уменьшение числа линий скольжения дислокаций n_1 в направлении [011] и увеличение их количества n_2 в смежном направлении $[\bar{1}01]$. Причем общее количество этих дорожек $n_0 = n_1 + n_2$ остается постоянным при любых углах скрайбирования, что подтверждает сделанное *a priori* предположение о линейном перераспределении дислокаций между различными кристаллографическими направлениями в зависимости от α [1].

Повышение температуры изотермического отжига приводит к закономерному возрастанию скорости релаксации введенных при индентировании напряжений, отражающему не только на максимальных разбегах (рис. 4) и возрастающем числе дислокаций в линиях

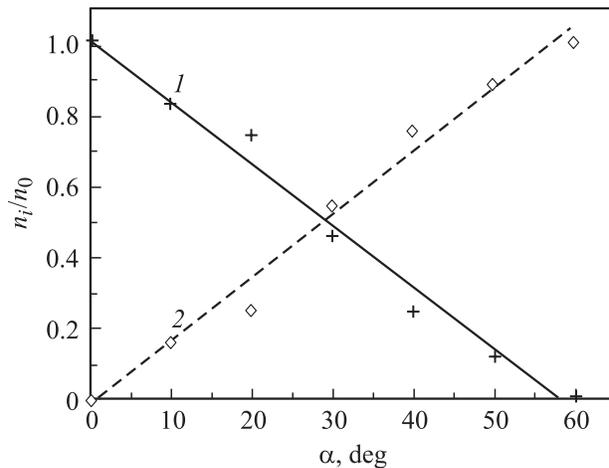


Рис. 3. Перераспределение доли дислокационных цепочек между смежными направлениями [011] (1) и $[\bar{1}01]$ (2) при различных углах α индентирования пластины относительно [110]. $T = 973$ К, $t = 180$ min.

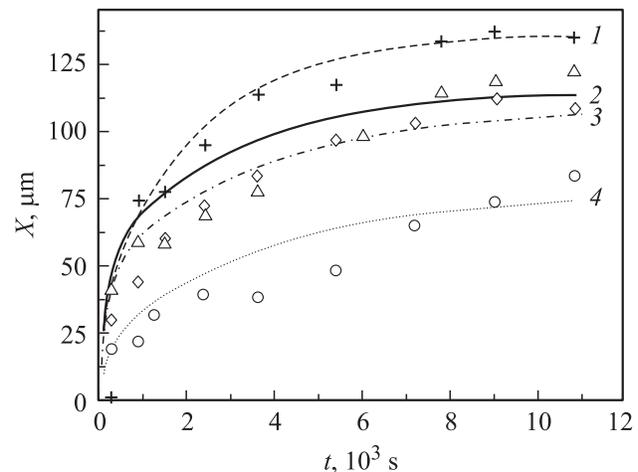


Рис. 4. Изменение пробега головных дислокаций от царапины со временем высокотемпературного отжига. T , К: 1 — 1023, 2 — 973, 3 — 923, 4 — 873. $\alpha = 0^\circ$, нагрузка на индентор 0.98 Н, скорость индентирования $57.5 \mu\text{m/s}$. Точки — эксперимент, линии — результаты расчета.

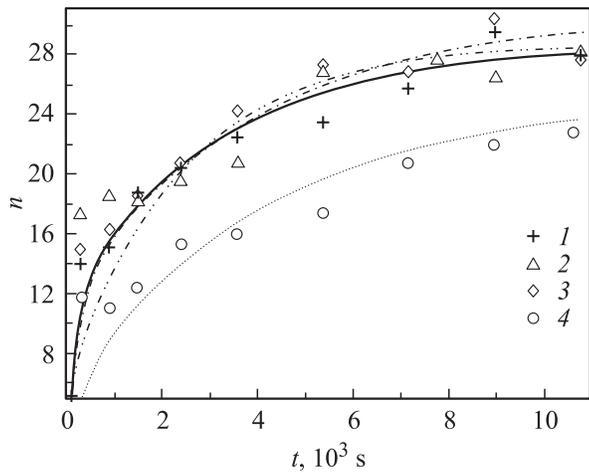


Рис. 5. Изменение числа дислокаций, наблюдаемых по ямкам травления в выделенной линии скольжения со временем высокотемпературного отжига. T, K : 1 — 1023, 2 — 973, 3 — 923, 4 — 873. $\alpha = 0^\circ$. Точки получены из эксперимента, линии — результаты расчета по формуле (2).

скольжения (рис. 5), но и на пакетном распределении дефектов в области скрайба (рис. 6).

Для объяснения наблюдаемой картины воспользуемся моделью релаксации внутренних напряжений за счет образования и перемещения дислокаций. Для этого будем анализировать максимальные удаления линейных дефектов от нарушенной области (рис. 4), их количество (рис. 5) и характер распределения в выделенных линиях скольжения.

Релаксация внутренних напряжений при изотермическом отжиге приводит [1] к временному изменению количества линейных дефектов, участвующих в процессе

$$n(t) = v_0 \xi \tau_1 \left(1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau_1}\right) \right) + v_0(1 - \xi) \tau_2 \left(1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau_2}\right) \right), \quad (2)$$

где τ_i — характерные времена релаксации напряжений за счет образования ($i = 1$) и перемещения ($i = 2$)

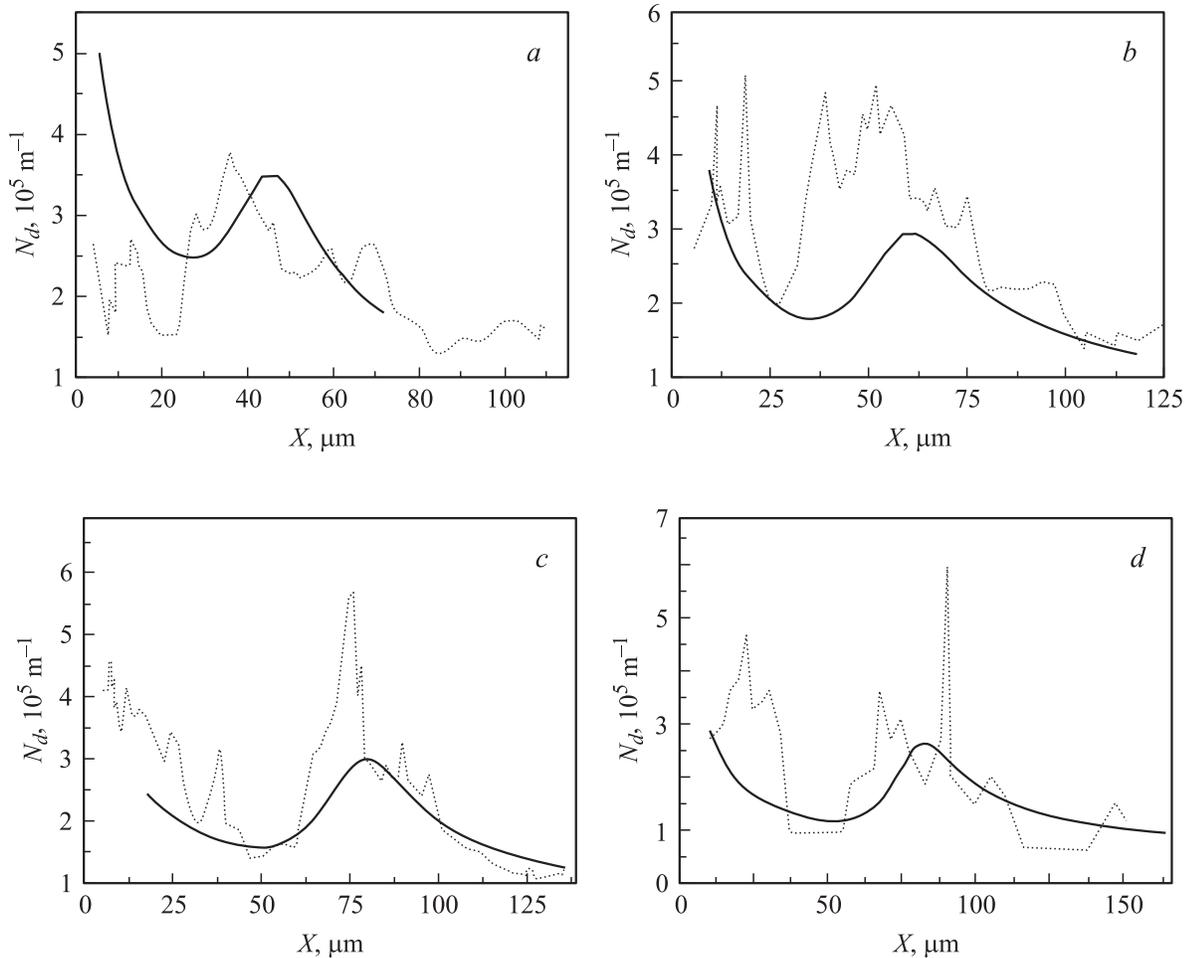


Рис. 6. Распределение дислокаций от царапины в рассматриваемой линии скольжения при различных температурах. T, K : a — 873, b — 923, c — 973, d — 1023. $\alpha = 30^\circ$. Пунктир — эксперимент, сплошные линии — результаты расчета по уравнению (8) [1].

Параметры релаксации напряжений от скрайба в процессе высокотемпературного отжига

T, K	τ_1, s	τ_2, s	ν_0, s^{-1}	ξ	E_1, eV	E_2, eV
Ориентация скрайба 0° относительно [110]						
873	242.5	4120	0.026	0.816	0.5 ± 0.1	0.3 ± 0.1
923	230.0	3812	0.055	0.910		
973	200.4	3169	0.062	0.913		
1023	79.4	2427	0.085	0.891		
Ориентация скрайба 30° относительно [110]						
873	550.0	10000	0.019	0.89	0.5 ± 0.1	0.4 ± 0.1
923	420.5	6000	0.038	0.93		
973	250.5	5512	0.062	0.94		
1023	200.5	4512	0.08	0.96		
Ориентация скрайба 40° относительно [110]						
873	600.5	14000	0.016	0.83	0.5 ± 0.1	0.6 ± 0.1
923	400.0	12000	0.044	0.967		
973	300.5	6000	0.045	0.92		
1023	230.0	4800	0.062	0.95		

линейных дефектов соответственно; ξ — безразмерный весовой коэффициент; ν_0 — частота зарождения дислокаций в начальный момент изотермического отжига ($t = +0$).

Температура сильно сказывается на поведении $n(t)$. Так, ее увеличение приводит к возрастанию скоростей перемещения дислокаций, а следовательно, и к уменьшению τ_i . При этом релаксационные процессы, связанные с образованием дислокаций (τ_1), всегда преобладают над соответствующими процессами, определяющими их транспорт (τ_2 ; $\tau_2 \gg \tau_1$). Это наглядно следует из приведенной таблицы.

Найденные значения τ_i , представленные в таблице, находятся в пределах известных литературных данных ($10^2 - 10^4$ s) [3,4]. Что же касается их конкретных значений, то они зависят от структуры и режимов обработки кристалла [5], типа легирующей примеси и ее концентрации [6].

Приведенные в таблице времена релаксации хорошо подчиняются аррениусовской зависимости (рис. 7), согласуясь с уравнением

$$\tau_i(T) = \tau_{0i} \exp(E_i/kT), \quad (3)$$

где E_i — энергия активации соответствующих релаксационных процессов.

Результаты расчетов активационных барьеров для основных азимутальных углов скрайбирования оказались несколько неожиданными. Если энергия активации релаксации напряжений E_1 , связанная с образованием дислокаций, не зависит от пространственной ориентации царапины, то E_2 , определяемая перемещением линейных дефектов, закономерно возрастает от 0.3 до 0.6 eV с увеличением угла разориентации царапины до 40° относительно кристаллографического направления [110].

Постоянство E_1 очевидно, поскольку в размножении дислокаций конкретной дорожки участвует преимущественно одна микротрещина, вершина которой является концентратором упругих напряжений и, следовательно, источником линейных дефектов. Так что релаксация напряжений за счет генерации линейных дефектов происходит по классическим законам без всяких возмущений (независимо от азимутального угла скрайбирования).

Что касается выявленной зависимости E_2 от α , то этот результат, по-видимому, связан с энергетическими возмущениями, накладываемыми на классический релаксационный процесс удаляющихся дислокаций от источников напряжений. Действительно, в отличие от зарождения дислокаций на их перемещение оказывает влияние не одна, а весь массив микротрещин. При этом эффективность воздействия такого коллектива на каждую дислокацию конкретной дорожки определяется удаленностью линейного дефекта от концентраторов напряжений (вершин микротрещин). Более того, изменение угла индентирования приводит к перераспределению микротрещин (упругих напряжений) между различными кристаллографическими направлениями, что при используемой схеме расчета не может не отражаться на активационных параметрах (рис. 3).

К сожалению, мы не располагаем литературными сведениями о численных значениях E_1 и E_2 . Но дифференциальная оценка этих параметров дает возможность сравнить полученный результат с кажущейся энергией активации $E = E_1 + E_2$ релаксационных про-

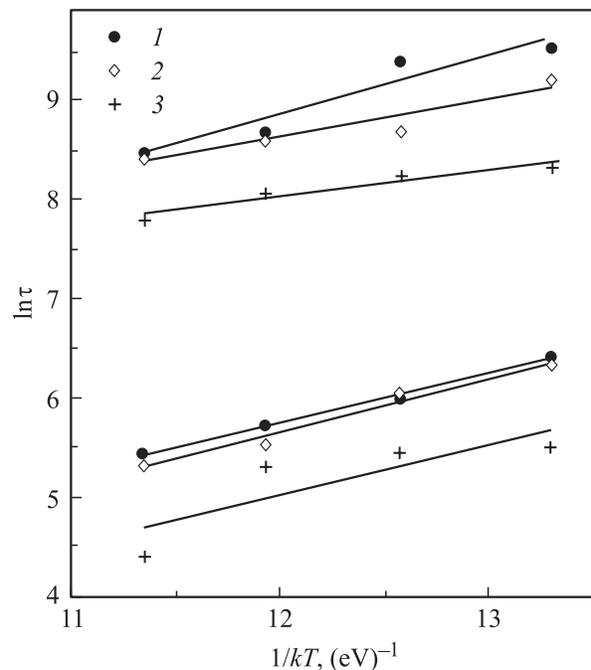


Рис. 7. Изменение параметров релаксации внутренних напряжений с температурой при различных углах ориентации царапины относительно направления [110]. 1 — 40° , 2 — 30° , 3 — 0° . Верхние графики соответствуют времени τ_2 , нижние — τ_1 .

цессов, определенной другими авторами. Наш результат ($E_1 + E_2 = 0.8 - 1.1$ eV) полностью согласуется с известными данными, полученными при измерениях до начала макротекучести: 0.7 eV в [7] и 1.1 eV в [8].

Таким образом, в настоящей работе рассмотрено поведение дислокаций в области скрайба при различных режимах высокотемпературного отжига. Получены параметры релаксации напряжений, согласующиеся с известными литературными данными. Предложен механизм релаксации напряжений за счет генерации дислокационных петель в кристаллах кремния и их последующего перемещения. Определена роль образования и перемещения линейных дефектов в процессе релаксации напряжений от скрайба.

Список литературы

- [1] А.М. Орлов, А.А. Соловьев, А.А. Скворцов, И.О. Явтушенко. ФТТ **47**, 1967 (2005).
- [2] Ю.П. Пшеничнов. Выявление тонкой структуры кристаллов. Справочник. Металлургия, М. (1974). 528 с.
- [3] Г.А. Малыгин. ФТТ **43**, 248 (2001).
- [4] Г.А. Малыгин. УФН **169**, 979 (1999).
- [5] В.И. Веттегрень, В.Н. Светлов, С.Ш. Рахимов. ФТТ **38**, 590 (1996).
- [6] В.И. Веттегрень, С.Ш. Рахимов, В.Н. Светлов. ФТТ **40**, 2180 (1998).
- [7] В.П. Алехин. Физика прочности и пластичности поверхностных слоев материалов. Наука, М. (1983). 280 с.
- [8] В.В. Шпейзман, Б.И. Смирнов, И.Ю. Солнцева. Изв. АН СССР. Сер. физ. **51**, 768 (1987).