

## Акустическая эмиссия в процессе лазерного отжига монокристаллов кремния

© И.В. Блонский, В.А. Тхорик, А.Д. Цицилиано

Институт физики Академии наук Украины,  
252650 Киев, Украина

(Поступила в Редакцию 10 июня 1996 г.)

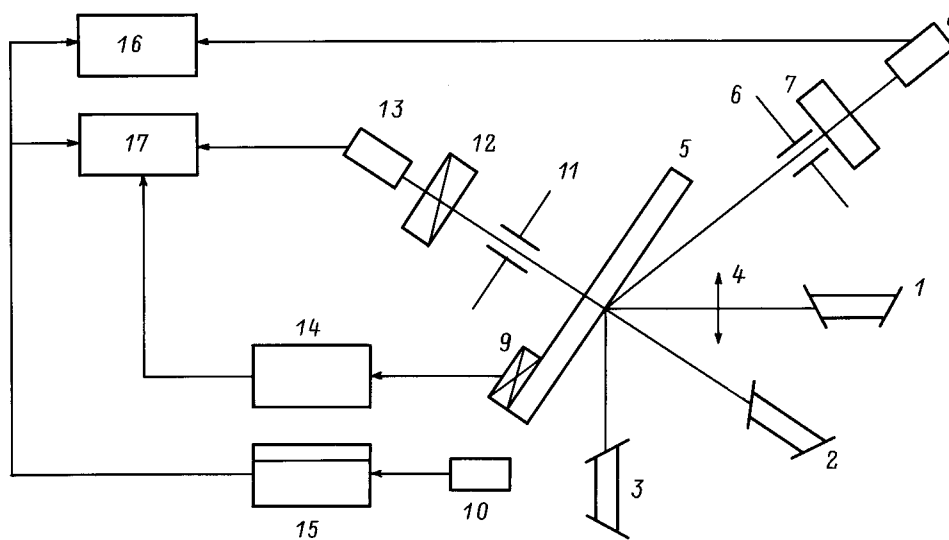
Исследован акустический отклик монокристаллов кремния на воздействие импульсного лазерного излучения миллисекундной длительности с длиной волны возбуждения  $1.06 \mu\text{m}$ . Впервые обнаружено, что при сверхпороговой плотности потока энергии лазерного излучения, отвечающей режиму плавления поверхности, наблюдается дополнительное акустическое излучение, задержанное во времени по отношению к фотоакустическому отклику. Время задержки линейно зависит от мощности лазерного излучения и изменяется в интервале от единиц до десятков миллисекунд. На основании сопоставления параметров акустического излучения с динамикой развития термоупругих напряжений в зоне лазерного воздействия, а также с кинетикой плавления облучаемой поверхности образца показано, что источником дополнительного акустического излучения является процесс образования трещин под действием поля термоупругих напряжений.

Воздействие импульсного лазерного излучения на конденсированные среды приводит к возникновению фотоакустического (ФА) отклика, который содержит в себе информацию о процессах поглощения и преобразования энергии в зоне лазерного воздействия и служит мощным средством исследования неравновесных фазовых превращений [1–3]. Разнообразие механизмов фотогенерации звука приводит к тому, что ФА-отклик формируется как в течение времени возбуждения, так и при релаксации энергии лазерного воздействия. Для типичных полупроводников, облучаемых импульсами наносекундной длительности, наиболее эффективными являются термоупругий и электрон-деформационный механизмы [2,3]. Временная задержка ФА-отклика по отношению к лазерному импульсу обусловлена в основном временем преобразования поглощенной энергии в звуковую и временем распространения звука от зоны лазерного воздействия к акустическому приемнику. Особенности проявления ФА-отклика в процессе лазерного отжига монокристаллов кремния ранее были изучены авторами [1].

В настоящей работе впервые обнаружено, что под влиянием облучения монокристаллов Si лазерными импульсами с теми же параметрами, что и в [1], кроме ФА-отклика возникает дополнительный акустический импульс, задержанный по отношению к фотоакустическому на временной интервал  $\tau$ , значительно превышающий не только время распространения звука от области генерации к приемнику, но и время затухания звука в исследуемом образце. Возникновение такого излучения является необычным, так как не может быть объяснено никаким из известных механизмов формирования ФА-отклика в полупроводниках [4–8]. Поэтому целью настоящей работы было изучение условий проявления и причин возникновения обнаруженного дополнительного акустического излучения.

### 1. Методика эксперимента

В качестве объектов исследования служили полированные пластинки монокристаллического кремния срезов (111) и (100) толщиной от 400 до  $700 \mu\text{m}$ . Лазерный отжиг осуществлялся излучением импульсного лазера на алюмо-иттриевом гранате (АИГ), работавшим в режиме свободной генерации с длительностью импульса 4 ns на длине волны излучения  $1.06 \mu\text{m}$ . Блок-схема установки показана на рис. 1. Излучение лазера 1 фокусировалось при помощи объектива 4 на поверхность образца 5 в пятно диаметром 1 mm. Для определения возникающих в процессе лазерного воздействия термоупругих напряжений область воздействия мощного лазерного излучения дополнительно просвечивалась излучением He-Ne-лазера 2 с длиной волны  $\lambda = 1.15 \mu\text{m}$  и мощностью 10 mW. Величина термоупругих напряжений, пропорциональная углу поворота плоскости поляризации лазерного излучения, измерялась при помощи фотоприемника 13 по интенсивности прошедшего сквозь образец 5 и анализатор 12 света. Перед лазерным отжигом плоскость поляризации анализатора располагалась так, чтобы интенсивность света на фотоприемнике 13 была минимальной. Плавление вещества в процессе лазерного воздействия регистрировалось по изменению коэффициента отражения света отжигаемой поверхностью образца. Для этого использовалось излучение He-Ne-лазера 3 с длиной волны  $\lambda = 0.6326 \mu\text{m}$  и мощностью 5 mW. Интенсивность отраженного света регистрировалась фотодиодом 8 и измерялась при помощи запирающего осциллографа 17. Чтобы предотвратить засветку фотоприемников 8 и 13 рассеянным излучением лампы накачки и импульса генерации лазера 1, применялись диафрагмы 6 и 11, а также оптический фильтр 7. Регистрация акустических импульсов, возникающих в образце как в процессе лазерного воздействия, так



**Рис. 1.** Схема эксперимента. 1 — импульсный лазер на алюмо-итриевом гранате с длиной волны  $1.06 \mu\text{m}$ , длительностью импульса  $4 \text{ms}$ , 2, 3 — гелий-неоновый лазер с длиной волны  $1.15$  и  $0.63 \mu\text{m}$  соответственно, 4 — фокусирующая линза, 5 — образец, 6, 11 — диафрагмы, 7 — оптический фильтр, 8, 10, 13 — фотоприемники, 9 — пьезоэлектрический преобразователь, 12 — поляризатор, 14, 15 — предусилители, 16, 17 — запоминающие осциллографы С8-13.

и после него, производилась при помощи пьезоэлектрического преобразователя 9, акустический контакт которого с образцом создавался при помощи акустической связки на основе эпоксидной смолы. Преобразователь был изготовлен из пьезокерамики ЦТС-19 и расположен в необлучаемой области образца на расстоянии  $30 \text{mm}$  от зоны возбуждения. Импульс запуска измерительной аппаратуры формировался от фронта вспышки лампы накачки лазера 1 при помощи фотоприемника 10 и формирователя 14.

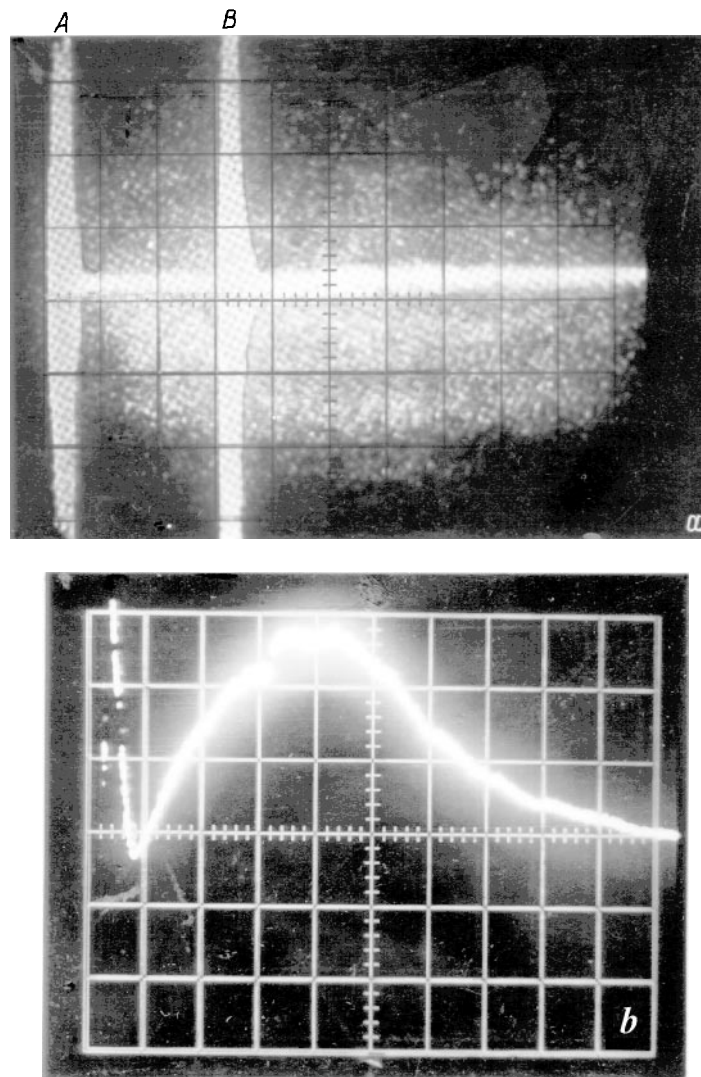
## 2. Экспериментальные результаты и их обсуждение

Из проводимых ранее исследований известно, что под влиянием облучения образцов монокристаллического Si лазерными импульсами допороговой плотности потока энергии (по отношению к началу плавления поверхности  $E < 81 \text{J/cm}^2$ ) в них возбуждаются ФА-импульсы длительностью  $4.5 \text{ms}$  и амплитудой, пропорциональной интенсивности падающего излучения [1]. После окончания лазерного воздействия в кристалле еще существуют акустические колебания, затухающие примерно через  $500 \mu\text{s}$ . Аналогичный ФА-отклик был зарегистрирован и нами на исследуемых образцах промышленного монокристаллического Si марки КЕФ толщиной  $400\text{--}700 \mu\text{m}$  (рис. 2, а, импульс А в начале развертки). Дополнительно к ФА-отклику измерялись изменения интенсивностей отраженного света, отображающего состояние поверхности облученного образца, и прошедшего поляризованного излучения, отображающего изменение термоупругих напряжений. При этом сколько-нибудь

существенных изменений в интенсивности отраженного света не наблюдалось, в то время как временное изменение термоупругих напряжений проявляет четко выделенный, коррелирующий по времени с ФА-импульсом максимум (нижняя кривая на рис. 3).

В случае, когда плотность потока лазерного излучения превышала величину  $E_1 > 81 \text{J/cm}^2$ , на поверхности кристалла в области зоны лазерного воздействия был обнаружен расплав. Об этом свидетельствовало пороговое увеличение коэффициента отражения света облучаемой поверхностью образца (рис. 4). Кривая термоупругих напряжений при этом становится двугорбой (рис. 2, б и верхняя кривая на рис. 3). Появление провала на этих кривых также следует связывать с обусловленным возникновением расплава падением пропускания лазерного излучения на длине волны  $1.15 \mu\text{m}$ .

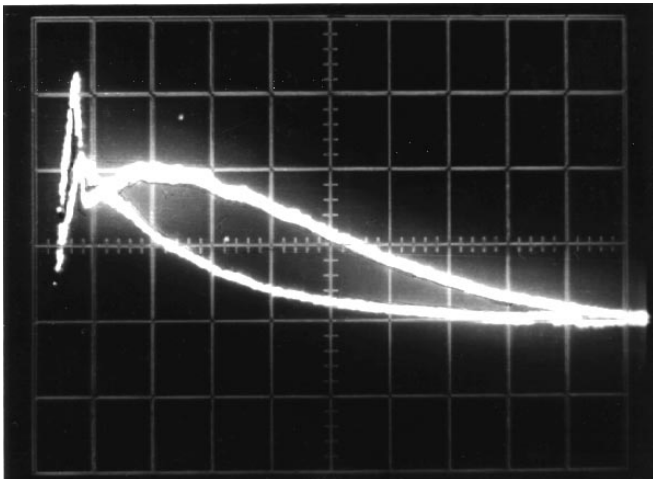
При плотности потока лазерного воздействия  $E > 90 \text{J/cm}^2$  кроме ФА-отклика (импульс А в начале развертки) возникает еще один акустический импульс В (рис. 2, а), который задержан по отношению к фотоакустическому и превышает его по амплитуде. На кривой термоупругих напряжений (рис. 2, б) при этом возникает скачок, коррелирующий по времени с моментом генерации второго акустического импульса. Как показывает эксперимент, время задержки  $\tau$  возникновения второго акустического импульса линейно зависит от  $E$  (рис. 5). Наблюдение обработанной лазерным излучением поверхности образца под микроскопом показывает, что генерация второго акустического импульса имеет место только в том случае, когда на поверхности кремниевой пластины в области лазерного воздействия образуется система



**Рис. 2.** Акустический отклик кремниевой пластины при ее облучении импульсами миллисекундной длительности (*a*) и временное изменение интенсивности прошедшего через образец и анализатор света на длине волны  $1.15 \mu\text{m}$  (*b*).  $E = 95 \text{ J/cm}^2$ . Оба сигнала зарегистрированы одновременно. Цена деления по горизонтали —  $10 \text{ ms/div.}$ , по вертикали — arb. units.

пересекающихся трещин с характерными размерами отдельного блока  $300 \times 300 \mu\text{m}$  (рис. 6). Как видно из рисунка, помимо возникновения системы трещин на поверхности кремния формируется и характерный для процессов лазерного отжига волнообразный периодический рельеф с периодом  $\sim 15\text{--}20 \mu\text{m}$ , природа которого в настоящее время активно обсуждается [9]. Установление причин его возникновения представляет собой отдельное направление в исследовании взаимодействия лазерного излучения с веществом. Здесь лишь отметим тот факт, что формирование этого рельефа происходит на этапе затвердевания расплава [9] и, следовательно, не может быть причиной возбуждения задержанного во времени второго акустического импульса. Наблюдаемая нами временная корреляция скачка термоупругих напряжений с моментом возникновения акустического импульса *B*

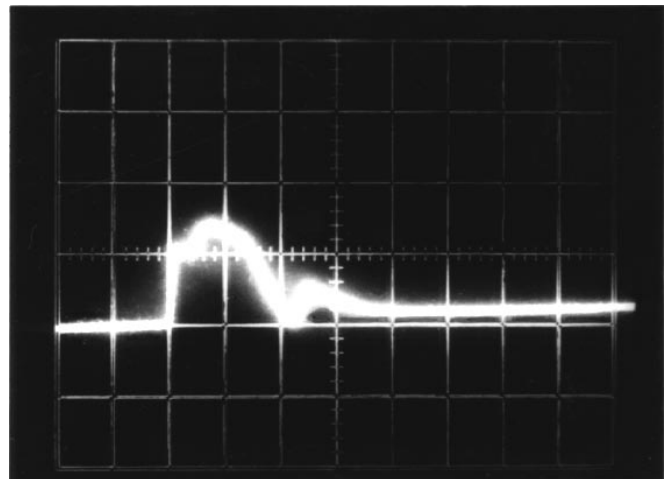
(рис. 2, *a*) позволяет утверждать, что наиболее вероятным источником излучения акустического импульса *B* является процесс трещинообразования. Поэтому задержанный во времени акустический импульс является импульсом акустической эмиссии, т. е. представляет собой акустическое излучение развивающихся трещин. Подобное явление на других материалах ранее наблюдалось в [10–12]. Известно, что трещинообразование является следствием превышения локальным уровнем напряжений критической величины. Возникновение трещин уменьшает остаточные напряжения и сопровождается излучением акустических волн. В рассматриваемом нами случае напряженное состояние снимается путем хрупкого разрушения поверхности образца, что, по-видимому, связано с особенностями пластической деформации в кремнии.



**Рис. 3.** Временное изменение интенсивности прошедшего сквозь образец и анализатор света на длине волны  $1.15 \mu\text{m}$  при  $E_1 = 71 \text{ J/cm}^2$  (нижняя кривая) и  $E_2 = 84 \text{ J/cm}^2$  (верхняя кривая). Цена деления по горизонтали —  $10 \text{ ms/div.}$ , по вертикали — arb. units.

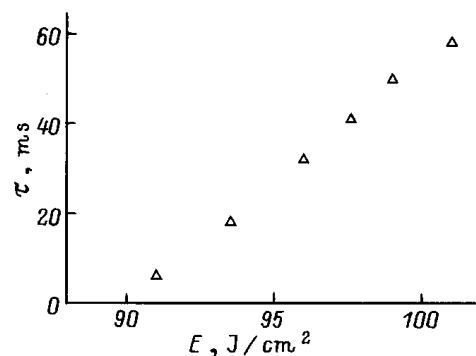
Из эксперимента следует, что существует интервал значений  $E$  ( $81\text{--}90 \text{ J/cm}^2$ ), в котором плавление поверхности не сопровождается последующей дополнительной акустической эмиссией. Это легко объяснить, поскольку в указанном интервале значений  $E$  расплав представляет собой не сплошной слой, а отдельные не перекрывающиеся между собой островки новой фазы, которые видны под микроскопом и после лазерной обработки. Динамика развития термоупругих напряжений в области лазерного воздействия для этого случая приведена на рис. 3 (верхняя кривая). Как видно из этого рисунка, наличие островков расплава проявляется и в том, что коэффициент пропускания света на длине волны  $1.15 \mu\text{m}$  в момент образования расплава не уменьшается до нулевого значения, как это имеет место в случае возникновения сплошного расплавленного слоя (рис. 2, *b*). Остывание островков расплава происходит без значительных термоупругих напряжений, а поэтому не приводит к трещинообразованию и, следовательно, не сопровождается акустической эмиссией.

Следует заметить, что измеряемая в эксперименте величина термоупругих напряжений представляет собой интегральный по толщине пластины эффект и содержит информацию об изменении термоупругих полей в результате распространения тепла из зоны тепловыделения в глубь образца. С учетом этого второй максимум на кривой термоупругих напряжений (рис. 2, *a* и верхняя кривая на рис. 3) следует связывать с процессом оттока тепла из поверхностного слоя, который, расплавившись, начинает эффективно отражать лазерное излучение, препятствуя тем самым разогреву остальной части образца. Толщина расплавленного слоя зависит от плотности потока энергии лазерного импульса и, например, для

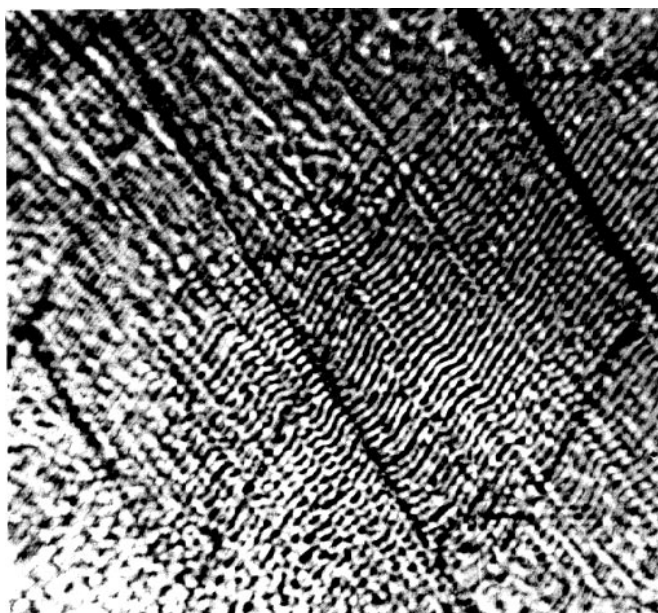


**Рис. 4.** Временное изменение интенсивности отраженного от поверхности образца света на длине волны  $0.63 \mu\text{m}$  в процессе лазерного отжига.  $E = 97 \text{ J/cm}^2$ . Цена деления по горизонтали —  $4 \text{ ms/div.}$ , по вертикали — arb. units.

монокристаллов Ge может измениться на порядок (от  $2$  до  $20 \mu\text{m}$ ) при увеличении величины  $E$  от  $30$  до  $60 \text{ J/cm}^2$  [9]. С увеличением энергии лазерного импульса возрастает количество тепла, запасенного в расплавленном слое, и, следовательно, растет время остывания поверхности зоны облучения до заданной температуры. Поскольку образование трещин в кремнии, как указано выше, происходит при температуре, меньшей определенной величины, увеличение плотности потока энергии лазерного импульса приводит к возрастанию времени задержки процесса трещинообразования, что и обеспечивает зависимость  $\tau(E)$  на рис. 5. Следует указать, что помимо трещинообразования акустическая эмиссия может возникать и вследствие кристаллизации расплавленного слоя. Однако, как видно из рис. 4 и как показано в работах [13,14], время существования расплава составляет  $1\text{--}2 \text{ ms}$ , в то время как акустическая эмиссия наблюдается с временной задержкой в десятки миллисекунд



**Рис. 5.** Зависимость времени задержки возникновения акустической эмиссии  $\tau$  от плотности потока энергии  $E$  лазерного излучения на длине волны  $1.06 \mu\text{m}$ .



**Рис. 6.** Изображение поверхности образца под микроскопом после лазерного отжига при  $E = 97 \text{ J/cm}^2$ . Размер по вертикали —  $500 \text{ }\mu\text{m}$ , по горизонтали —  $450 \text{ }\mu\text{m}$ .

и более (рис. 5). Поэтому природу обнаруженной нами в процессе лазерного отжига монокристаллов кремния акустической эмиссии наиболее вероятно связывать с хрупким разрушением материала в зоне лазерного воздействия под влиянием поля термоупругих напряжений.

Работа выполнена при поддержке Государственного комитета Украины по вопросам науки, технологии и промышленной политики в рамках проекта 7.01.13/118-92.

## Список литературы

- [1] А.А. Самохин. Тр. ИОФАН СССР **13**, 3 (1988).
- [2] W.B. Gauster, D.H. Naving. Phys. Rev. Lett. **18**, 1058 (1967).
- [3] И.В. Блонский, М.С. Бродин, В.А. Тхорик. ЖЭТФ **107**, 5, 1685 (1995).
- [4] И.В. Блонский, М.С. Бродин, В.А. Тхорик. ФТТ **38**, 1, 309 (1996).
- [5] И.А. Веселовский, Б.М. Жиряков, Н.И. Попов, А.А. Самохин. Тр. ИОФАН СССР **13**, 3 (1988).
- [6] В.А. Сабликов, В.Б. Сандомирский. ФТП **17**, 1, 81 (1983).
- [7] С.Б. Гуревич, К.Л. Муратиков. ЖТФ **55**, 7, 1357 (1985).
- [8] В.Э. Гусев, А.А. Карабутов. Лазерная оптоакустика. Наука, М. (1991).
- [9] В.В. Гафийчук, С.П. Кияк, Г.В. Савицкий. Изв. АН СССР. Сер. физ. **49**, 4, 796 (1985).
- [10] В.С. Куксенко, С.А. Станчиц, Н.Г. Томилини. Механика композит. материалов, **3**, 536 (1988).

- [11] И.Я. Кучеров, В.М. Перга, В.А. Тхорик. ФТТ **30**, 12, 3677 (1988).
- [12] В.П. Алехин, Г.Г. Алиев, М.Х. Шоршов. ФХОМ, **3**, 143 (1971).
- [13] Э.Л. Лубе, Х.С. Багдасаров, Е.А. Федоров. Кристаллография **27**, 4, 584 (1982).
- [14] А.М. Лексовский, Ш.Ш. Азимов. Письма в ЖТФ **10**, 5, 306 (1984).