

# Обратимое изменение микротвердости кристаллов Si, вызванное малыми дозами облучения электронами

© Ю.И. Головин, А.А. Дмитриевский, И.А. Пушнин, Н.Ю. Сучкова

Тамбовский государственный университет им. Г.Р. Державина,  
392622 Тамбов, Россия

E-mail: dmitr2002@tsu.tmb.ru

(Поступила в Редакцию 10 февраля 2004 г.)

Обнаружено обратимое разупорядочение монокристаллов кремния, инициируемое малыми дозами ( $D < 1 \text{ cGy}$ ) бета-облучения. Наличие пиков на зависимости изменения микротвердости Si от флюенса объясняется многостадийными конкурирующими процессами преобразований радиационных дефектов.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 02-02-17571), а также программы Университеты России (грант № УР.01.01.013).

Исследованию роли радиационных дефектов (РД) в изменении физических свойств полупроводниковых кристаллов посвящено громадное число работ [1–3]. Несмотря на это некоторые проблемы до сих пор остаются нерешенными. К ним можно отнести нетривиальное влияние малых доз ионизирующего облучения ( $D < 1 \text{ cGy}$ ) на пластические свойства твердых тел. Известен ряд фактов, когда при малых дозах облучения происходит разупорядочение кристаллов (вместо обычного для умеренных доз упрочнения) [4–6], рост пиков внутреннего трения в полимерах [7], обратимое гашение магнитоэластического эффекта в монокристаллах фуллерита  $\text{C}_{60}$  [8]. В [9] наблюдается сложный характер изменения микротвердости кремния под действием нейтронного облучения с малым флюенсом. Однако, феноменология и механизмы влияния малодозового облучения на физико-механические свойства кристаллов до сих пор остаются малоизученными.

Цель настоящей работы — обнаружение и исследование изменений пластических свойств кристаллов Si, инициируемых облучением  $\beta$ -частицами с флюенсом  $F < 10^{12} \text{ cm}^{-2}$ .

## 1. Экспериментальная методика

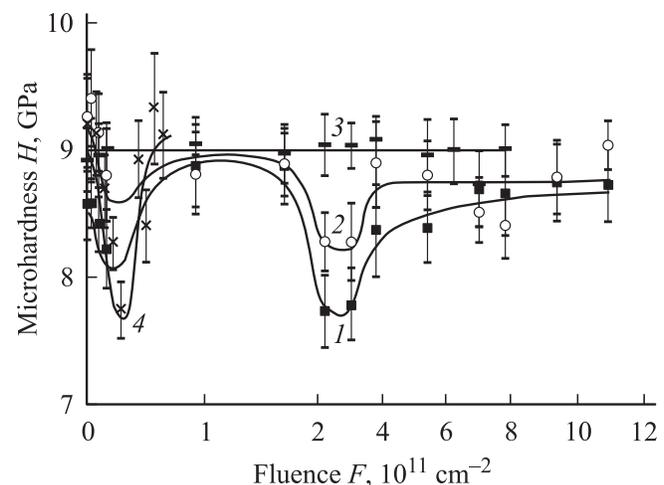
В экспериментах исследовались бездислокационные монокристаллические образцы кремния двух видов: Si-1, выращенные по методу Чохральского (КЭФ —  $10 \text{ Ohm} \cdot \text{cm}$ ), и Si-2, бестигельные (БИГЕ —  $600 \text{ Ohm} \cdot \text{cm}$ ). Они имели форму пластин с линейным размером  $1 \times 5 \times 7 \text{ mm}$ . Для облучения образцов использовались два радиоактивных источника  $^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$  с активностью  $A_1 = 14.5$  и  $A_2 = 1.34 \text{ MBq}$  соответственно. В обоих случаях средняя энергия электронов составляла  $0.56 \text{ MeV}$ , флюенс не превышал  $1.1 \times 10^{12} \text{ cm}^{-2}$ .

Тестирование микротвердости  $H$  поверхностей типа (111) по Виккерсу осуществлялось на микротвердомере ПМТ-3. Для этого образцы периодически извлекались из камеры, в которой происходило облучение. Время, затраченное на определение микротвердости, в

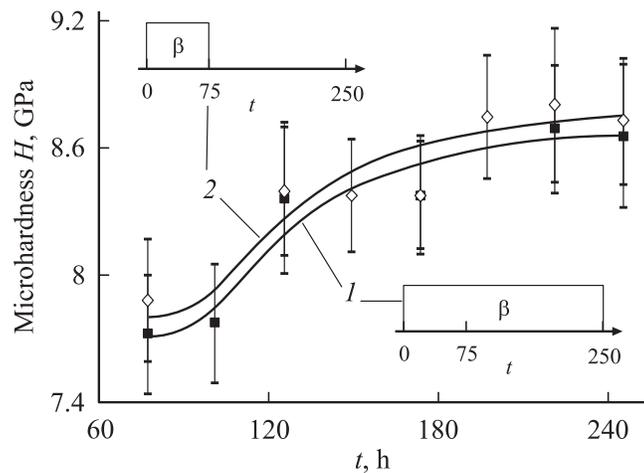
дальнейшем учитывалось (вычиталось) при построении дозовой зависимости. Нагрузка на индентор составляла  $1 \text{ N}$ , а время нагружения —  $10 \text{ s}$ . Каждая точка на графиках является усреднением 20 отдельных измерений  $H$ . Облучение и все остальные манипуляции с образцами производились на воздухе при комнатной температуре.

## 2. Экспериментальные результаты и их обсуждение

Обнаружено, что малодозовое  $\beta$ -облучение кристаллов Si приводит к немонотонному изменению микротвердости  $H$  (рис. 1). При активности источника  $A_1$  наблюдаются два пика разупрочнения, соответствующие интервалам флюенса  $F$  от  $10^{10}$  до  $7 \times 10^{10} \text{ cm}^{-2}$  и



**Рис. 1.** Зависимость от флюенса  $F$  микротвердости  $H$  кристаллов Si, выращенных по методу Чохральского (Si-1) — 1, бестигельных (Si-2) — 2, облучаемых источником с  $A_1 = 14.5 \text{ MBq}$ , и кристаллов Si-1, облучаемых источником с  $A_2 = 1.34 \text{ MBq}$  — 4. Кривая 3 отражает зависимость микротвердости  $H$  кристаллов (Si-1), не подвергавшихся облучению, от времени, нормированного на флюенс облученных образцов.



**Рис. 2.** Восстановление микротвердости  $H$  кристаллов Si-1, облученных до  $F = 2.5 \times 10^{11} \text{ см}^{-2}$ : 1 — в условиях бета-облучения, 2 — в отсутствие бета-облучения.

от  $1.8 \times 10^{11}$  до  $4 \times 10^{11} \text{ см}^{-2}$ . Полимодальная зависимость  $H(F)$  характерна для обоих типов исследованных образцов (кривые 1 и 2 на рис. 1). Контрольная серия измерений показала, что микротвердость образцов Si-1, не подвергавшихся  $\beta$ -облучению, сохраняет свое значение (в пределах погрешности) в течение времени, необходимого для снятия дозовой зависимости (кривая 3 на рис. 1).

Согласно [10,11], микротвердость монокристаллов кремния при комнатной температуре определяется главным образом подвижностью неравновесных точечных дефектов и, возможно, фазовыми переходами под индентором. Ввиду малого количества и низкой подвижности дислокации не вносят существенного вклада в формирование величины  $H$ . Под действием бета-облучения происходит генерация пар Френкеля: вакансий ( $V$ ) и связанных с ними межузельных атомов кремния  $Si_i$  [3,12]. Пары Френкеля условно называют первичными РД. Они генерируются квазиоднородно по глубине вдоль всей траектории пробега быстрых электронов в результате развития каскадов столкновений электронов с атомами решетки кристалла [3]. За 10 часов облучения с активностью  $A_1$  (максимум первого разупрочнения) концентрации пар Френкеля  $n_F$  может достигнуть значения  $\sim 10^{17} \text{ см}^{-3}$ . Оцененная величина рассчитана в предположении, что средняя глубина проникновения бета-электронов  $h \approx 15 \mu\text{м}$ , а на генерацию одной пары Френкеля затрачивается энергия  $E_F = 59 \text{ eV}$  [1]. Таким образом, верхняя граница  $n_F$  соизмерима с концентрацией собственных дефектов образцов. Если при внедрении индентора в образец массоперенос осуществляется преимущественно за счет подвижности точечных дефектов, то радиационно-стимулированный рост концентрации пар Френкеля, по-видимому, является причиной уменьшения микротвердости кремния (первый пик на зависимости  $H(F)$ ).

Образованные в результате облучения пары Френкеля являются метастабильными, и при комнатной температуре часть из них исчезает в результате взаимной аннигиляции. Разделившиеся компоненты пар в процессе миграции взаимодействуют с примесными атомами кристалла, создавая более сложные и стабильные вторичные РД [12]. Таким образом, во время облучения в кремнии протекают минимум два конкурирующих процесса — генерация неравновесных первичных РД и более стабильных вторичных РД. Кинетика последнего зависит от  $n_F$ . Поэтому ответственная за перелом на зависимости  $H(F)$  стадия протекания конкурирующих процессов, по-видимому, должна наступать после генерации определенного количества первичных РД. Следовательно, „момент перелома“ должен зависеть от интенсивности облучения. Это подтверждается результатами измерений зависимости  $H(F)$  для образцов Si-1, облучаемых источниками с активностью  $A_1$  и  $A_2$  (кривые 1 и 4 на рис. 1). При разных активностях источников первый пик разупрочнения наблюдается при одинаковых флюенсах, но соответственно при разных длительностях облучения.

Хорошо известно [11], что наиболее активными примесями, участвующими в формировании комплексов РД, являются кислород и углерод. Концентрации атомов кислорода в образцах Si-1 и Si-2 отличаются на несколько порядков. Однако, в наших экспериментах под действием  $\beta$ -облучения микротвердость кристаллов Si-1 и Si-2 изменялась синхронно (кривая 1 и 2 на рис. 1). На этом основании можно предполагать, что наиболее существенной примесью является углерод, концентрация которого в обоих видах образцов составляет  $\sim 10^{16} - 10^{17} \text{ см}^{-3}$ . Концентрацией углерода, по-видимому, ограничивается „сток“ вакансий с образованием  $V-C$  комплексов. Этим, а также возможностью дальнейших преобразований вторичных РД, на наш взгляд, обусловлено появление второго пика на зависимости  $H(F)$  (рис. 1).

Если прервать экспозицию образца в поле быстрых электронов на стадии второго разупрочнения ( $F = 2.5 \times 10^{11} \text{ см}^{-2}$ ), микротвердость восстанавливается до исходного значения (рис. 2). Времена самопроизвольного (в отсутствие облучения) и бета-стимулированного (образец непрерывно облучается электронами) восстановления  $H$  практически совпадают. Следовательно, можно предположить, что наблюдаемое восстановление  $H$  на данной стадии преобразований РД, скорее, является не результатом дальнейшего облучения Si, а развитием событий, инициируемых меньшими дозами облучения.

Таким образом, обнаружено немонотонное изменение микротвердости монокристаллов кремния, инициируемое малыми дозами  $\beta$ -облучения. Нелинейный характер зависимости  $H(F)$  можно объяснить многостадийными конкурирующими процессами преобразования РД.

## Список литературы

- [1] В.С. Вавилов. Действие излучений на полупроводники. Физматгиз, М. (1963). 264 с.
- [2] В.В. Козловский, В.А. Козлов, В.Н. Ломасов. ФТП **34**, 2, 129 (2000).
- [3] В.А. Козлов, В.В. Козловский. ФТП **35**, 7, 769 (2001).
- [4] В.А. Макара, Н.Н. Новиков. Физика и химия обраб. материалов. **6**, 137 (1973).
- [5] S. Fujita, K. Maeda, S. Hyodo. Phys. Stat. Sol. A **109**, 383 (1988).
- [6] Ю.И. Головин, А.А. Дмитриевский, Р.К. Николаев, И.А. Пушнин. ДАН **385**, 1, 1 (2002).
- [7] А.Г. Липсон, Д.М. Саков, В.И. Савенко, Е.И. Саунин. Письма в ЖЭТФ **70**, 2, 118 (1999).
- [8] Ю.И. Головин, А.А. Дмитриевский, Р.К. Николаев, И.А. Пушнин. ФТТ **45**, 1, 187 (2003).
- [9] G. Golan, E. Rabinovich, A. Inberg, A. Axelevitch, M. Oksman, Y. Rosenwaks, A. Kozlovsky, P.G. Rancoita, M. Rattaggi, A. Seidman, N. Croitoru. Microelectronics Reliability **39**, 1497 (1999).
- [10] В.Я. Farber, V.I. Orlov, V.I. Nikitenko, A.H. Heuer. Phil Mag. A **78**, 671 (1998).
- [11] Yu.I. Golovin, A.I. Tyurin, B.Ya. Ferber. Phil. Mag. A **82**, 10, 1857 (2002).
- [12] Е.М. Вербицкая, В.К. Еремин, А.М. Иванов, З. Ли, Б. Шмидт. ФТП **31**, 2, 235 (1997).