

07

Стимулированное воздействием рентгеновского излучения и магнитного поля изменение физических характеристик кристаллов кремния

© В.А. Макара, Л.П. Стебленко, А.Н. Крит, Д.В. Калиниченко,
А.Н. Курилюк, С.Н. Науменко

Киевский национальный университет им. Т. Шевченко,
Киев, Украина

E-mail: kurylyuk_a2008@ukr.net

(Поступила в Редакцию 2 ноября 2011 г.
В окончательной редакции 10 января 2012 г.)

Исследовано влияние $((0.3-7.3) \cdot 10^2 \text{ Gy})$ низкоэнергетического ($W = 8 \text{ keV}$) малых доз $((0.3-7.3) \cdot 10^2 \text{ Gy})$ излучения и постоянного магнитного поля ($B = 0.17 \text{ T}$) на структурные, микромеханические и микропластические характеристики кристаллов кремния.

Выявлены особенности динамического поведения дислокаций, проявляющиеся при самостоятельном воздействии только рентгеновского излучения, а также при комбинированном (рентгеновском и магнитном) воздействии на кристаллы кремния.

1. Введение

Изучение взаимосвязи между действием внешних полей и изменением свойств актуально как для понимания процессов структурной релаксации в материалах, так и в связи с задачей модификации их свойств. При этом в последнее время особый интерес вызывает возможность модификации структуры и изменения свойств слабомагнитных материалов под влиянием магнитных полей [11–12]. Традиционно изучается изменение свойств материалов при воздействии радиации [13–16].

Внимание исследователей привлекают также вопросы, связанные с изучением структурно-зависимых свойств слабомагнитных материалов, в частности полупроводниковых кристаллов, при комбинированных внешних воздействиях (магнитном и радиационном) [4,5,17], поскольку именно в таких условиях часто функционируют приборы, изготовленные на основе полупроводниковых структур.

Целесообразность развития направления, связанного с изучением влияния магнитных полей и радиационной обработки на полупроводники, вызвана также проблемами деградации полупроводниковых электронных и оптоэлектронных приборов, которые в процессе эксплуатации подвергаются воздействию различных внешних факторов.

Исследовательские задачи, связанные с данным научным направлением, до сих пор окончательно не решены. В связи с этим целью настоящей работы является исследование изменений структурных, микромеханических и микропластических характеристик кремния, обусловленных как только рентгеновским облучением, так и комбинированным воздействием низкоэнергетического рентгеновского излучения малых доз и слабого магнитного поля.

2. Методика эксперимента

Исследования проводились на бездислокационных и дислокационных кристаллах Si, выращенных по методу Чохральского. Кристаллы кремния имели ориентацию поверхности (111).

Мерой структурного совершенства бездислокационных кристаллов Si, подвергавшихся воздействию рентгеновского излучения, выступали две величины:

1) измеряемая на основе дифрактометрических зависимостей величина параметра ω , который характеризует изменение структуры и внутренних напряжений в приповерхностных слоях [18];

2) определенная на микротвердомере (ПМТ-3) величина микротвердости, которая связана с микромеханическими характеристиками.

В работе оценивалось относительное различие микротвердости $(H_0 - H)/H_0$ контрольных (исходных) кристаллов кремния (H_0) и кристаллов Si, подвергавшихся воздействию рентгеновского излучения (H). Погрешность в оценке величины эффекта изменения микротвердости составляла 3%.

Дислокационно-примесное взаимодействие в кристаллах кремния со специально введенными (методом четырехполюсного деформирования) изолированными дислокационными полупетлями изучалось как только при рентгеновском и только при магнитном воздействии, так и при комбинированном влиянии обоих факторов. При этом мерой изменения дислокационно-примесного взаимодействия служила величина среднего пробега дислокаций при фиксированной температуре ($T = 873 \text{ K}$) и фиксированном внешнем напряжении ($\sigma = 79.4 \text{ MPa}$) в процессе пластического деформирования кристаллов [19]. Для определения величины пробегов дислокаций использовались метод химического селективно-

го травления и металлографический метод. Магнитная обработка (МО) образцов кремния, содержащих дислокации, осуществлялась путем выдержки образцов Si в постоянном магнитном поле с индукцией $B = 0.17 \text{ T}$ на протяжении 7 суток. Рентгеновская обработка (РО) кристаллов кремния проводилась в диапазоне доз поглощенного рентгеновского излучения $(0.3-7.3) \cdot 10^2 \text{ Gy}$.

Использованное в работе $\text{CuK}\alpha$ -излучение было низкоэнергетическим ($W = 8 \text{ keV}$). Контроль структурного состояния приповерхностного слоя Si(111) проводился с использованием дифрактометрических измерений с помощью двухкристального дифрактометра на базе ПУР5/50. Дифрактометрические кривые отражения были получены от плоскостей (111). Для записи дифрактометрических кривых отражения использовалась интегральная схема в режиме ω -сканирования.

По изменению формы и профиля кривых отражения оценивалась степень совершенства структуры приповерхностных слоев исследуемых образцов в сравнении с контрольными образцами. Эта методика позволила определить важный структурный параметр — полуширину кривой отражения ω , которая опосредованно характеризует состояние структуры нарушенного приповерхностного слоя.

3. Экспериментальные результаты и их обсуждение

Проведенные исследования позволили получить зависимость структурного параметра ω от поглощенной дозы рентгеновского облучения (рис. 1). С увеличением поглощенной дозы параметр ω уменьшается. Поскольку параметр ω характеризует структурное состояние приповерхностных слоев, его уменьшение свидетельствует об уменьшении дефектности приповерхностного слоя и соответственно связанных с дефектами внутренних напряжений. Было установлено, что при некоторой дозе поглощенного рентгеновского излучения ($D = 3 \cdot 10^2 \text{ Gy}$) структурный параметр ω перестает меняться с дальнейшим повышением дозы (насыщение эффекта).

В соответствии с литературными данными [13,16] можно предположить, что в наших экспериментальных условиях под действием рентгеновского облучения в кристаллах кремния протекает процесс радиационного дефектообразования, обусловленный примесно-ионизационным механизмом. Полученные нами экспериментальные результаты согласуются с указанным механизмом образования изолированных первичных радиационных дефектов (РД) (вакансий и междоузельных атомов, или пар Френкеля). Данные РД, как известно, являются неустойчивыми метастабильными дефектами, которые распадаются и отжигаются при комнатных температурах. Вполне возможным является вариант аннигиляции первичных РД при взаимодействии друг с

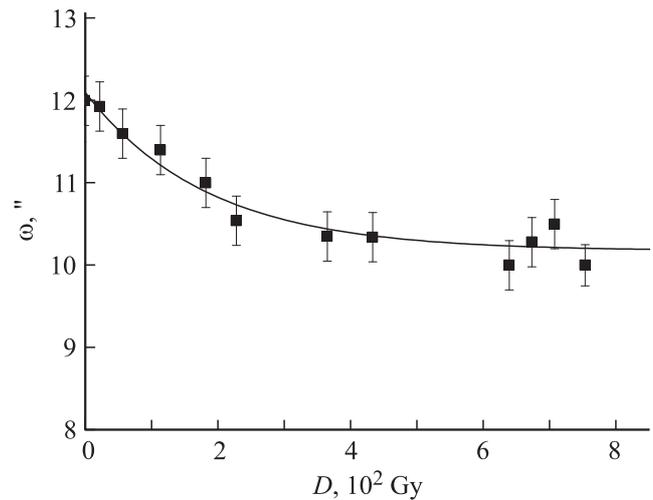


Рис. 1. Зависимость параметра ω кристаллов кремния от поглощенной дозы рентгеновского облучения.

другом или поверхностью. Процесс аннигиляции сопровождается уменьшением концентрации вакансий и междоузельных атомов. В свою очередь уменьшение концентрации указанных дефектов сопровождается снижением связанного с этими дефектами сжатия и тем самым приводит к уменьшению внутренних напряжений в приповерхностных слоях Si, и соответствующему убыванию ω . Вероятно, в кремнии определенный вклад в эффект вносят не только изолированные первичные РД, но и комплексы на их основе, в частности, Si_iO_i , C_iC_s , P_sC_i [14] (индекс i отвечает междоузельным атомам, индекс s — положениям атомов в узлах). Связывание междоузельных атомов в комплексы также может сопровождаться уменьшением уровня внутренних напряжений.

Первичные РД, в частности вакансии V , могут также взаимодействовать с имеющимися в Si остаточными примесями [13]. Следствием этого взаимодействия является образование комплексов $V\text{-Au}$, $V\text{-Zn}$, $V\text{-Pt}$ и др. Связывание вакансий в комплексы также может обуславливать уменьшение внутренних напряжений. Следствием перечисленных междефектных преобразований является уменьшение параметра ω . Не исключено, что после того, как процесс междефектных преобразований исчерпывается, эффект изменения параметра ω насыщается.

Нами было также выявлено, что параметр ω , который в результате воздействия малых доз рентгеновского излучения первоначально уменьшался, через определенное время (7 суток) возвращался к исходным значениям (рис. 2). Таким образом, было установлено, что стимулированный рентгеновским излучением эффект изменения внутренних напряжений имеет обратимый характер. Последнее свидетельствует о нестабильности РД, образованных в результате воздействия низкоэнергетического рентгеновского излучения. Действительно, нестабильность РД должна приводить к восстановле-

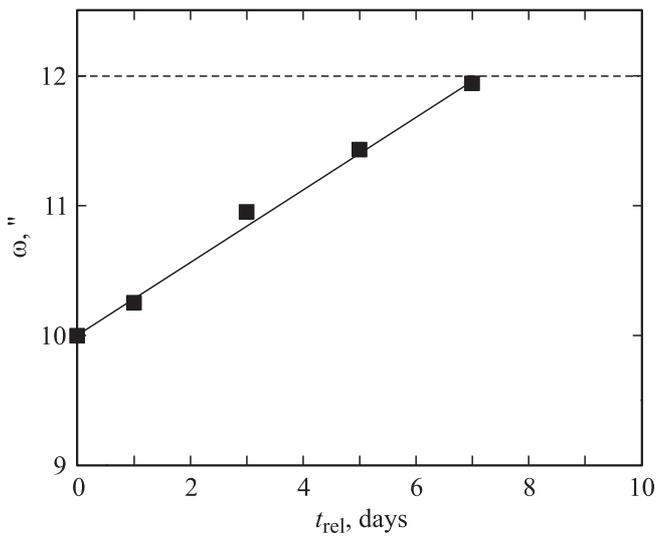


Рис. 2. Изменение параметра ω в зависимости от времени, которое прошло после завершения рентгеновской обработки ($D = 8 \cdot 10^2$ Gy). Горизонтальной линией показано значение параметра ω для контрольных (исходных) кристаллов кремния.

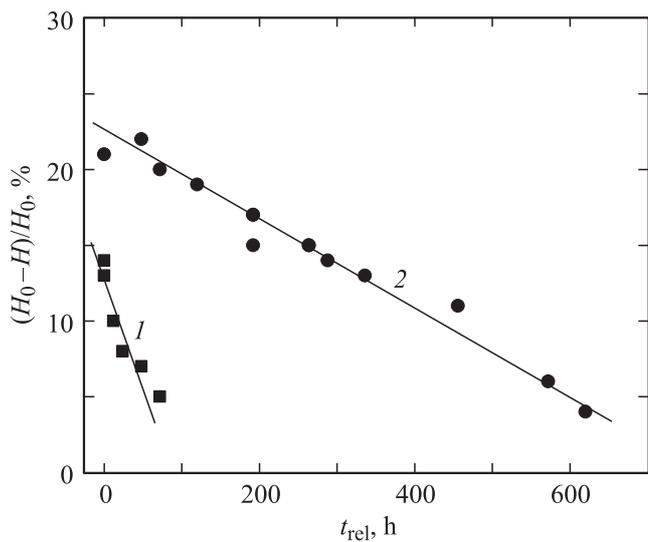


Рис. 3. Изменение относительной микротвердости в зависимости от времени, которое прошло после завершения рентгеновской обработки. H_0 — микротвердость контрольных образцов кремния, H — микротвердость образцов кремния после рентгеновской обработки. $D = 0.3 \cdot 10^2$ (1) и $1 \cdot 10^2$ Gy (2).

нию в приповерхностных слоях начальной концентрации вакансий и междоузельных атомов и соответственно вызывать релаксацию структурного параметра ω .

Нами было установлено, что стимулированное рентгеновским облучением процессы структурной релаксации вызывают изменение структурно-чувствительных физических характеристик, в частности микромеханических. Результаты, представленные на рис. 3, свидетельствуют об уменьшении микротвердости при воздействии низкоэнергетического рентгеновского излучения малых

доз. Стимулированное воздействием рентгеновского излучения уменьшение микротвердости приповерхностных слоев кремния является результатом радиационно-механического эффекта (РМЭ). Как видно из представленных на рис. 3 зависимостей, РМЭ является неустойчивым. Через определенное время величина эффекта уменьшается до нуля (т.е. РМЭ релаксирует). Рост дозы поглощенного рентгеновского излучения вызывает увеличение времени релаксации (t_{rel}) РМЭ.

Итак, выявленные в работе изменения параметра ω и микротвердости, которые обусловлены воздействием рентгеновского излучения, коррелируют между собой и указывают на протекание в кристаллах кремния процессов структурной релаксации и обусловленное этими процессами уменьшение внутренних микронапряжений.

С нашей точки зрения, представляется целесообразным изучение вопросов, связанных с влиянием стимулированной рентгеновским облучением структурной перестройки на динамическое поведение дислокаций. Проведенные экспериментальные исследования позволили установить определенные закономерности в поведении дислокаций — как только при рентгеновском воздействии, так и при комбинировании рентгеновской и магнитной обработки (рис. 4).

Как видно из рис. 4, только РО приводит к увеличению пробегов, а следовательно, и скорости движения дислокаций по сравнению с контрольными дислокационными образцами, которые не подвергались воздействию

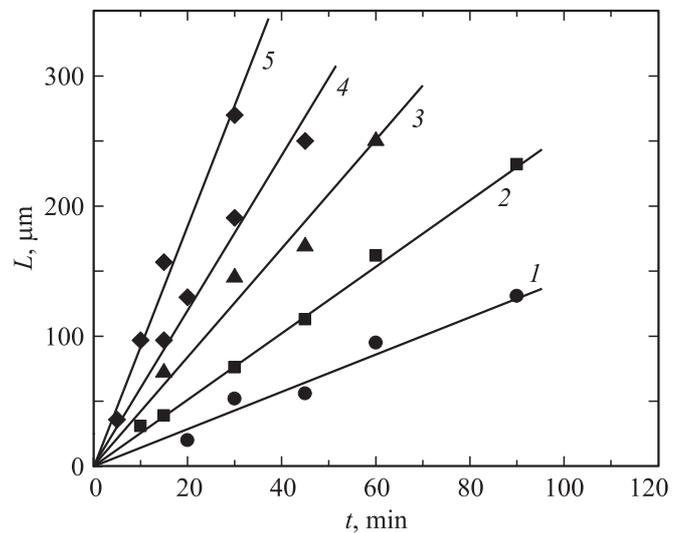


Рис. 4. Зависимость длины пробега дислокаций в кристаллах кремния от времени воздействия механического напряжения $\sigma = 79.4$ МПа. Температура деформирования $T = 873$ К. Образцы кремния: 1 — образцы, которые прошли магнитную обработку в постоянном магнитном поле ($B = 0.17$ Т, 7 дней), 2 — исходные (контрольные) образцы, 3 — образцы, которые прошли комбинированную обработку типа „МО + РО“ и типа „РО + МО“ ($D = 0.3 \cdot 10^2$ Gy, $B = 0.17$ Т, 7 дней), 4, 5 — образцы, которые прошли только рентгеновскую обработку ($D = 0.1 \cdot 10^2$ и $0.3 \cdot 10^2$ Gy соответственно).

рентгеновского излучения. В среднем величина пробегов дислокаций под действием рентгеновского излучения возрастала в 3–4 раза. При этом эффект увеличения пробегов усиливался при увеличении поглощенной дозы излучения (см. зависимости 2, 4, 5 на рис. 4). Таким образом, воздействие низкоэнергетического рентгеновского излучения на кристаллы кремния сопровождается появлением в них радиационно-пластического эффекта. Комбинирование рентгеновской и магнитной обработки независимо от их последовательности также вызывало активизацию перемещения дислокаций (см. зависимости 2, 3 на рис. 4). При этом комбинированная обработка в какой-то мере нивелировала эффект, вызванный только рентгеновским облучением или магнитным полем, и приводила к появлению некоторого нового по величине эффекта. Кратко остановимся на физических механизмах, которые лежат в основе выявленных эффектов изменения динамического поведения дислокаций.

Увеличение пробегов дислокаций, которое наблюдается при РО, может быть связано с изменением физического механизма, контролирующего перемещение дислокаций в образцах. Как уже отмечалось, в наших экспериментальных условиях при рентгеновском облучении в кристаллах кремния образуются первичные РД, т.е. появляется большое количество дополнительных вакансий и междоузельных атомов. В дислокационных образцах кремния, которые подвергались РО, за счет диффузного притока РД к дислокациям последние могут перемещаться не только консервативным путем скольжения (что присуще контрольным образцам кремния), но и неконсервативным путем переползания. Этот механизм движения дислокаций представляется вполне возможным с учетом существенного роста скорости дислокаций в кристаллах при рентгеновском облучении.

Согласно [20], в облученных кристаллах уменьшается величина энергии образования ступенек на дислокациях, возрастает концентрация ступенек, увеличивается также упругая сила (дополнительная сила, обусловленная неравновесной концентрацией РД). Все это приводит к увеличению скорости перемещения ступенек на дислокации и, как следствие, обуславливает возрастание скорости дислокаций.

Полученные в работе результаты указывают на различие в природе дислокационно-примесного взаимодействия в случае только магнитного или только рентгеновского воздействия и в случае комбинирования магнитной и рентгеновской обработки. С нашей точки зрения, физическая природа отличий состоит в следующем. В дислокационных кристаллах кремния, которые прошли комбинированную обработку типа „МО + РО“ или типа „РО + МО“, могут протекать процессы междофектного взаимодействия. Вследствие междофектных твердотельных реакций образованные в результате магнитного воздействия метастабильные О–V комплексы (А-подобные дефекты) [2] присоединяют к себе образованные при рентгеновском облучении первичные РД

(вакансии и междоузельные атомы). Последнее сопровождается формированием новых комплексов точечных дефектов, в частности таких, как комплексы О–V₂ и О₂–V и т.п. Не исключено, что взаимодействие дефектов типа А-подобных центров и комплексов первичных РД типа междоузельный углерод–углерод в узлах (C_i–C_s) приводит к возникновению углеродно-кислородных ассоциатов. В упомянутых выше в междофектных реакциях, которые приводят к формированию новых комплексов точечных дефектов, принимает участие определенное количество первичных РД. Связывание РД в комплексы приводит к уменьшению количества РД. В свою очередь уменьшение концентрации РД обуславливает уменьшение неравновесной упругой силы, содействующей переползанию дислокаций.

Результатом влияния перечисленных факторов будет уменьшение скорости движения дислокаций в случае комбинирования рентгеновской и магнитной обработки по сравнению со случаем только РО. Итак, дополнительная МО „гасит“ влияние РО. С другой стороны, дополнительная РО усиливает магнитопластический эффект, состоящий в изменении подвижности дислокаций при МО. Последнее может быть связано со следующим.

В литературе [4,5,10,11] обсуждаются обусловленные магнитным воздействием возможные спин-зависимые процессы в кристаллах: 1) процессы $D + P \rightarrow M_1$ между центрами D , локализованными в ядре дислокации, и центрами P , которые представляют собой точечные дефекты в объеме кристалла; 2) процессы $P + P \leftrightarrow M_2$ внутри одного кластера точечных дефектов; 3) процессы $D_1 + D_2 \leftrightarrow M_3$ между парамагнитными центрами, локализованными в ядре дислокации; 4) процессы между поверхностными состояниями Π и структурными дефектами в объеме кристалла $\Pi + P \leftrightarrow M_6$ и $\Pi + D \leftrightarrow M_7$. Этот список демонстрирует разнообразие возможных внутрикристаллических спин-зависимых процессов. Спин-зависимые процессы, лимитирующие дислокационно-примесное взаимодействие, могут протекать по-разному в кристаллах Si, которые прошли только МО, и в кристаллах Si, которые испытали комбинированное воздействие рентгеновского излучения и магнитного поля.

Указанные различия в характере взаимодействия между дислокациями и точечными дефектами, а также комплексами точечных дефектов, возникающими при воздействии использованных в работе внешних факторов как в комбинации, так и по отдельности, приводят к различиям в скорости движения дислокаций.

4. Заключение

В работе установлено, что воздействие низкоэнергетического рентгеновского излучения малых доз на кристаллы кремния вызывает изменение параметра ω , который выступает мерой структурного совершенства. Обусловленное влиянием рентгеновского воздействия

уменьшение структурного параметра ω указывает на уменьшение дефектности приповерхностных слоев. Выявлено, что воздействие рентгеновского излучения на кристаллы кремния вызывает изменение микротвердости (радиационно-механический эффект). Установлены особенности динамического поведения дислокаций как только при рентгеновском облучении, так и при комбинировании рентгеновского и магнитного воздействия. Предложены физические механизмы, объясняющие природу стимулированных рентгеновским и магнитным воздействием изменений физических характеристик кристаллов кремния с точки зрения междефектных преобразований.

Список литературы

- [1] В.И. Альшиц, Е.В. Даринская, Т.М. Перекалина, А.А. Урусовская. ФТТ **29**, 2, 467 (1987).
- [2] М.Н. Левин, Б.А. Зон. ЖЭТФ **111**, 4, 1373 (1997).
- [3] А.М. Косцов, О.М. Косцова, М.Н. Левин. Вестник ВГУ. Физика, математика **2**, 21 (2001).
- [4] Ю.И. Головин. ФТТ **46**, 5, 769 (2004).
- [5] Р.Б. Моргунов. УФН **174**, 2, 131 (2004).
- [6] В.А. Макара, Л.П. Стебленко, Н.Я. Горидько, В.М. Кравченко, А.М. Коломиец. Вестн. Киев. ун-та. Физ.-мат. науки **4**, 316 (1999).
- [7] В.А. Макара, Л.П. Стебленко, Н.Я. Горидько, В.Н. Кравченко, А.Н. Коломиец. ФТТ **43**, 3, 462 (2001).
- [8] Я.Б. Зельдович, А.Л. Бучаченко, Э.Л. Франкевич. УФН **155**, 1, 3 (1988).
- [9] М.И. Молоцкий. ФТТ **33**, 10, 3112 (1991).
- [10] А.Л. Бучаченко ЖЭТФ **132**, 3, 673 (2007).
- [11] А.Л. Бучаченко ЖЭТФ **132**, 4, 827 (2007).
- [12] L.P. Steblenko, A.N. Kurylyuk, O.V. Koplak, O.N. Krit, V.N. Tkach, S.N. Naumenko. Semicond. Phys. Quantum Electron. & Optoelectron. **13**, 4, 389 (2010).
- [13] В.С. Вавилов, Н.П. Кекелидзе, Л.С. Смирнов. Действие излучений на полупроводники. Наука, М. (1988). 192 с.
- [14] В.С. Вавилов, В.Ф. Киселев, Б.Н. Мукашев. Дефекты в кремнии и на его поверхности. Наука, М. (1990). 216 с.
- [15] П.И. Баранский, А.В. Федосов, Г.П. Гайдар. Неоднородности полупроводников и актуальные задачи междефектного взаимодействия в радиационной физике и нанотехнологии. Киев–Луцк (2007). 315 с.
- [16] М.И. Клиnger, Ч.Б. Лущик, Т.В. Машовец Г.А. Холодарь, М.К. Шейнкман, М.А. Эланго УФН **147**, 3, 523 (1985).
- [17] В.И. Альшиц, Е.В. Даринская, О.Л. Казакова. Письма в ЖЭТФ **62**, 4, 352 (1995).
- [18] В.А. Макара, Н.Н. Новиков, Г.Н. Надеждин, В.А. Швидкий, В.Н. Шевченко. Сверхтвердые материалы **4**, 57 (1981).
- [19] В.А. Макара. Препринт Ин-та электросварки им. Е.О. Патона АН УССР. ИПМ-86-2. Киев (1986). 52 с.
- [20] Н.Н. Новиков. Структура и структурночувствительные свойства реальных кристаллов. Высш. шк. Киев (1983). 264 с.