

УДК 539.389

ТЕМПЕРАТУРНО-СКОРОСТНЫЕ ЗАВИСИМОСТИ ДИАГРАММ ДЕФОРМАЦИИ КРУЧЕНИЕМ НИТЕВИДНЫХ КРИСТАЛЛОВ ПОЛУПРОВОДНИКОВ

С. А. Антипов, И. Л. Батаронов, А. И. Дрожжин,
А. П. Ермаков, А. М. Рошупкин

Исследовано влияние температуры и скорости деформации на диаграммы деформации кручением НК германия. Предложено кинетическое описание макроскопического движения дислокаций при кручении НК с осью роста [111], на основе которого проанализированы полученные результаты.

Кинетика пластической деформации нитевидных кристаллов (НК) формируется как процессами зарождения дислокаций на поверхности НК, так и кинетикой их движения в объеме НК, что выражается в ряде специфических особенностей диаграмм деформации. Особенно ярко это проявляется в НК с высокими барьерами Пайерлса, исследованию которых посвящена настоящая работа.

1. Методика и результаты экспериментов

В качестве образцов в работе использованы НК *p*-германия [111], выращенные методом газотранспортных реакций [1]. Для экспериментов отбирались исходно бездислокационные НК диаметром $(10 \div 25) \cdot 10^{-6}$ м и рабочей длиной $(1 \div 3) \cdot 10^{-3}$ м. В поперечнике НК имели форму правильного шестигранника, боковая поверхность их ограничена семейством плоскостей {112}, конусность не превышала 10^{-4} .

Исследования диаграмм деформации кручением НК проводили в вакууме $5 \cdot 10^{-3}$ Па по методике [2] на установке [3] в интервале температур от 300 до 1100 К и скоростей нагружения $\dot{\gamma}$ от 10^{-6} до 10^{-4} с $^{-1}$. Точность измерения температуры была не хуже 1 %.

На рис. 1 приведены результаты исследования диаграмм деформации кручением исходно бездислокационных НК германия при различных температурах. Температура не только сильно влияет на процессы зарождения сдвиговой деформации в таких НК, но также коренным образом изменяет характер их пластического течения. При температурах от 300 до 500 К и скорости нагружения $5 \cdot 10^{-5}$ с $^{-1}$ НК деформируется упруго вплоть до напряжения разрушения (кривая 1). Разрушение происходит сколом по плоскости (111), если НК имеет дефектную поверхность. Если же НК имеет высокое совершенство структуры боковой поверхности, то рельеф поверхности разрушения существенно усложняется. С увеличением температуры (кривая 2) на диаграммах деформации появляется отклонение от закона Гука, свидетельствующее о первых признаках пластичности (микропластичности НК). При дальнейшем повышении температуры испытаний на диаграммах кручения вначале (кривая 3) появляются необычный для НК «зуб» текучести и малая протяженность стадии пластического течения с коэффициентом упрочнения больше нуля. Однако по мере роста температуры зуб текучести в НК германия принимает форму,

более характерную для НК пластического материала, а протяженность общей пластической деформации возрастает до десятков (кривая 4) и сотен (кривая 5) процентов. При температурах деформации ниже $0.7 T_{пл}$ ($T_{пл}$ — температура плавления) скорость спада напряжений от верхнего τ_v до нижнего τ_n пределов текучести на зубе относительно мала и легко

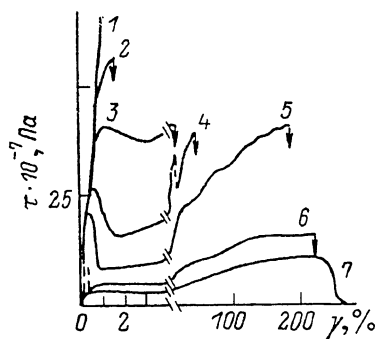


Рис. 1. Полные диаграммы деформации кручением НК p -Ge [111], $d = 11 \cdot 10^{-6}$ м, $\dot{\gamma} = 5 \cdot 10^{-5}$ с $^{-1}$, T , К.

1 — 500, 2 — 600, 3 — 650, 4 — 700, 5 — 800, 6 — 950, 7 — 1100.

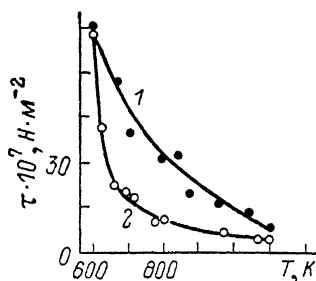


Рис. 2. Температурные зависимости верхнего (1) и нижнего (2) пределов текучести НК p -Ge [111], $d = 11 \cdot 10^{-6}$ м, $\dot{\gamma} = 5 \cdot 10^{-5}$ с $^{-1}$.

регистрируется в эксперименте. Стадия легкого скольжения с нулевым коэффициентом упрочнения обычно отсутствует. Однако ярко проявляются три стадии упрочнения с коэффициентом упрочнения больше нуля, причем на второй стадии коэффициент упрочнения больше, чем на первой и третьей. В зоне разрушения НК следов локализации пластической деформации, как правило, не наблюдается.

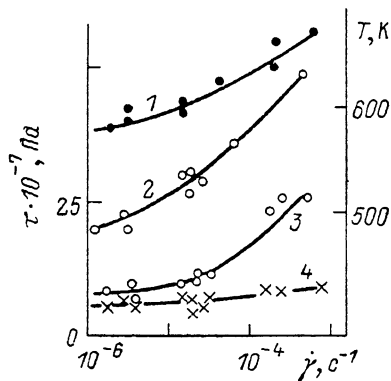


Рис. 3. Зависимости температурной границы вязко-хрупкого перехода (1, 2) и напряжений верхнего (3) и нижнего (4) пределов текучести (при 1020 К) от скорости нагружения кручением НК диаметром $11 \cdot 10^{-6}$ м (2 — после предварительной пластической деформации на 1 % при 1020 К).

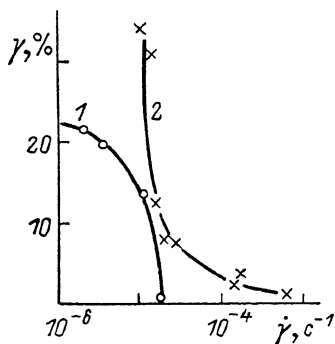


Рис. 4. Зависимости общей пластической деформации при 585 К (1) и протяженности области легкого скольжения при 1020 К (2) от скорости нагружения кручением НК диаметром $11 \cdot 10^{-6}$ м.

При температурах $0.8 T_{пл}$ и выше (кривые 6 и 7) форма зуба текучести для НК германия такая же, как и для НК пластичных материалов, например НК меди [4, 5]. При этом на диаграммах кручения, как и на диаграммах растяжения НК меди [4], наблюдаются «провал» напряжений, стадии легкого скольжения с нулевым коэффициентом упрочнения, а также стадии упрочнения и разупрочнения, ранее наблюдаемые на НК германия [2] различных диаметров также выше $0.8 T_{пл}$. В зоне разрушения НК обычно имеет место локализация пластической деформации. Послед-

ния обнаружена в НК меди [5] и кремния [6], а также в массивных монокристаллах LiF [7] при других видах деформации.

Зуб текучести, обусловленный разницей верхнего (1) и нижнего (2) пределов текучести (рис. 2), на диаграммах деформации кручением с $\dot{\gamma} = 5 \cdot 10^{-5} \text{ с}^{-1}$ исходно бездислокационных НК германия наблюдается в интервале температур от 600 до 1150 К, а на кривых сжатия массивных монокристаллов германия — при температурах от 700 до 1000 К [8]. Это свидетельствует о меньшем совершенстве структуры массивных монокристаллов по сравнению с НК.

О большом влиянии скорости нагружения на пластичность НК германия свидетельствуют результаты, представленные на рис. 3, 4. Как ниже $0.7 T_{п1}$ (рис. 3, кривые 1, 2, рис. 4, кривая 1), так и выше $0.8 T_{п2}$ (рис. 3, кривые 3, 4, рис. 4, кривая 2) увеличение скорости нагружения производит действие, аналогичное уменьшению температуры испытания. Так, увеличение скорости нагружения способствует возрастанию температуры порога хрупкости (рис. 3) как в исходно бездислокационных (кривая 1), так и в пластически деформированных (кривая 2) НК. При этом пластичность НК уменьшается от 15 % практически до 0 при увеличении скорости нагружения всего в ≈ 2 раза (рис. 4, кривая 1).

2. Кинетическое уравнение для движения дислокаций при кручении НК с осью роста [111]

При кручении НК [111] в него заходят преимущественно винтовые дислокации в плоскости (111) поперечного сечения [9], имеющие все одинаковый знак [10]. Последнее позволяет описать упруго пластическое кручение НК в терминах макроскопически усредненной тензорной плотности дислокаций ρ_{ik} . Такой подход использован в [11, 12], в которых рассматривалось движение аксиальных винтовых дислокаций в квазистатическом приближении. В развитие его в настоящей работе получены уравнения для движения дислокаций, перпендикулярных оси НК, в кинетическом приближении.

Наличие в плоскости (111) трех эквивалентных векторов Бюргера $\langle 1\bar{1}0 \rangle$ обуславливает высокую степень аксиальной симметрии, образующейся при кручении НК специфической дислокационной структуры, составленной из винтовых дислокаций в плоскости (111) на начальной стадии, что обнаруживается как рентгенографически, так и прямыми наблюдениями [2, 13]. Поэтому, как и в [11, 12], будем рассматривать кристалл кругового сечения радиуса R , в котором компоненты тензора ρ_{ik} в цилиндрической системе координат (r, φ, z) с осью z вдоль оси НК зависят только от расстояния r от оси. Тогда из анализа кинематических условий $\text{div } \dot{\rho} = 0$ и $\partial \dot{\rho} / \partial t - \text{rot} (\mathbf{V} \times \dot{\rho}) = 0$ [14] ($\mathbf{V} = \{-V, 0, 0\}$ — скорость движения дислокаций в данной точке кристалла) с учетом винтового характера дислокаций ($\rho_{\varphi r} - \rho_{r\varphi} = 0$) и симметрии задачи вытекает, что единственные отличные от нуля компоненты ρ_{rr} и $\rho_{\varphi\varphi}$ связаны соотношениями

$$\frac{\partial}{\partial r} [r\rho_{rr}] = \rho_{\varphi\varphi}, \quad \frac{\partial}{\partial t} \rho_{rr} - \rho_{\varphi\varphi} V/r = 0. \quad (1)$$

Затем из [15] с учетом (1) следует, что единственная ненулевая компонента тензора напряжений определяется уравнением

$$\frac{1}{\mu} \frac{\partial}{\partial r} \sigma_{z\varphi}(r, t) = -\Omega(t) - \rho_{\varphi\varphi}(r, t), \quad (2)$$

где μ — модуль сдвига, $\Omega(t)$ — полный угол кручения, задаваемый испытательной машиной. Замыкание системы уравнений (1), (2) осуществляется независимо устанавливаемым кинетическим уравнением для движения дислокаций $V = V(\sigma, \rho)$. Граничным же условием является соотношение между скоростью образования дислокаций и уровнем напряжения у поверхности НК. С помощью величины $\sigma' = \mu\Omega r + \sigma_{z\varphi}$, представляющей

собой дальнедействующие макроскопические напряжения отталкивания дислокаций [11], система (1), (2) далее может быть записана в виде одного уравнения

$$\frac{\partial \sigma'}{\partial t} - V (\alpha \Omega r - \sigma', \rho) \frac{\partial \sigma'}{\partial r} = 0, \quad (3)$$

которое является уравнением движения волны σ' со скоростью, зависящей от амплитуды. Отметим, что поскольку $\partial V / \partial \sigma' < 0$, то решения уравнения (3) не обладают разрывами типа ударной волны, а наоборот, описывают движения $\sigma' (r, t)$, характеризующиеся самосогласованным автомодельным режимом.

3. Обсуждение экспериментальных результатов

Пластичность НК существенно определяется как свойствами поверхности в качестве источника дислокаций, так и подвижностью дислокаций в решетке с высокими рельефами Пайерлса. Учитывая термоактивируемый характер указанных процессов, для критической скорости деформации $\dot{\gamma}_k$, отвечающей переходу от хрупкого разрушения к микропластической деформации, вызываемой движением дислокаций в приповерхностном слое НК, можно записать соотношение

$$\dot{\gamma}_k = \dot{\gamma}_0 \exp(-U_0/k_B T), \quad (4)$$

где U_0 — энергия активации контролирующего микропластическую деформацию процесса. Обработка кривых 1, 2 на рис. 3, согласно уравнению (4), показывает, что в бездислокационном НК температурная граница микропластичности лимитируется зарождением дислокаций от поверхности ($U_0 \sim 2.5$ эВ), тогда как в деформированном НК — зарождением одиночных перегибов на линии дислокации в месте ее выхода на поверхность ($U_0 \sim 1.3$ эВ), т. е. имеет место смена механизмов пластической деформации поверхностных слоев, обусловленная структурным фактором (наличием дислокаций в НК), причем движение дислокаций является здесь более легким процессом, чем зарождение, вследствие более низкой энергии активации (~ 1.6 эВ для образования двойного перегиба и ~ 0.1 эВ для движения одиночного перегиба).

В результате микропластической деформации в приповерхностном слое скапливаются дислокации и образуются дислокационные источники, сдерживаемые барьером σ_0 , который формируется совместным действием сил изображения, локализованного поля напряжений у концентратора, линейного натяжения дислокации и рельефа Пайерлса [16, 17] и является убывающей функцией T и $\dot{\gamma}$. При увеличении последних, когда σ_0 становится ниже порога хрупкости, дислокационные источники из поверхностного слоя испускают дислокации в объем НК, и на диаграмме деформации обнаруживается макропластическая деформация (рис. 1, кривая 2, которую можно рассматривать как восходящую ветвь зуба текучести), контролируемая подвижностью дислокаций в рельефе Пайерлса. При этом вновь наблюдается смена механизма пластической деформации, обусловленная геометрическим фактором, т. е. продвижением фронта пластической деформации из поверхностных слоев в объем НК. Для острого зуба текучести σ_0 совпадает с верхним пределом текучести (кривая 1 на рис. 2 при $T > 800$ К), однако детальный анализ σ_0 является весьма сложной задачей [16].

Для построения диаграммы макропластической деформации воспользуемся кинетическим уравнением $V(\sigma)$ для движения дислокаций в кристаллах с высоким рельефом Пайерлса [16]

$$V = V_0 (\sigma/\mu)^m \exp(-U_d/k_B T), \quad (5)$$

где $m=1.3-1.6$, U_d — энергия образования двойного перегиба. Примем для простоты линейную аппроксимацию выражения (5) в окрестности уровня напряжений течения σ_t

$$V = \frac{\sigma - \sigma_0 - \sigma_i}{\mu B} \quad (6)$$

Здесь $\sigma_0 = \sigma_T (m-1)/m$, $B = (V_0 m)^{-1} (\mu/\sigma_T)^{m-1} \exp(U_d/k_B T)$ — эффективный коэффициент вязкости движения дислокаций [14], σ_i — уровень внутренних напряжений, учитывающих упрочнение микроскопическими упругими полями дислокаций. Для рассматриваемого движения непересекающихся дислокаций в параллельных плоскостях эффект упрочнения, по-видимому, обусловлен упругим взаимодействием перегибов на дислокации с сеткой дислокаций, не параллельных данной, а также, как возможное следствие, образованием дипольных участков в области сближения непараллельных дислокаций [18]. В этом случае следует положить $\sigma_i = \kappa \sqrt{|\rho_{rr}|} b$, где b — модуль вектора Бюргерса, а коэффициент упрочнения κ в рассматриваемом интервале температур существенно зависит от температуры и лишь логарифмически — от скорости деформации [18]. Последнее обстоятельство, в частности, подтверждается скоростной зависимостью нижнего предела текучести (линия 4 на рис. 3). Тогда из (1) и (2) следует, что $\sigma_i = \kappa \sqrt{b/\sigma'} |\mu r$, и уравнение (4) теперь содержит только функцию σ' (r , t). Получаемое далее решение, не при-

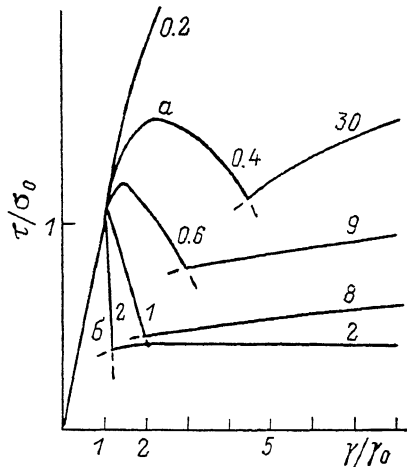


Рис. 5. Рассчитанные диаграммы кручением НК [111].

Цифры у кривых соответствуют выбранным значениям параметров ω_0 (на левой стороне рисунка) и $\kappa/\sqrt{\sigma_0 \mu}$ (на правой стороне).

водимое здесь ввиду громоздкости, является функцией безразмерных переменных $\omega = \underline{\sigma} R/p$; r/R , зависящей от безразмерных параметров $\omega_0 = \sigma_0/\mu p$; $p = \sqrt{2\dot{\gamma} R B}$; и $\kappa/\sqrt{\sigma_0 \mu}$, определяющих кривую деформации в областях зуба текучести и начальной стадии деформационного упрочнения.

Рассчитанные диаграммы деформации (рис. 5) показывают, что характер зуба текучести определяется значением величины ω_0 , т. е. в конечном итоге температурной зависимостью вязкости B . Отметим, что параметр ω_0 является функцией произведения $\dot{\gamma} B$, поэтому увеличение скорости деформации оказывает действие, в главных чертах эквивалентное уменьшению температуры. При $\omega_0 \leq 1$ зуб текучести имеет плавный вид, а верхний предел текучести может значительно превышать уровень σ_0 (рис. 5, кривая a ; ср. с кривой 3, рис. 1) и существенно зависит от скорости деформации (восходящая ветвь кривой 3 на рис. 3) и температуры (кривая 1 на рис. 2 до ~ 800 К). При $\omega_0 > 1$ зуб текучести приобретает острый вид (рис. 5, кривая b), а $\sigma_B = \sigma_0$ слабо зависит от $\dot{\gamma}$ (пологий участок кривой 3 на рис. 3). На нижний предел текучести σ_{II} значительное влияние, кроме вязкости B , оказывает также коэффициент упрочнения κ , что обуславливает специфический вид кривой 3 на рис. 1 и резкое снижение σ_{II} при температурах до 800 К (рис. 2, кривая 2). Из сопоставления крутизны спадания напряжений на зубе текучести на рис. 1 и 5 для величины U_d , обеспечивающей необходимый интервал изменения параметра ω_0 , получена оценка ~ 1.6 эВ в хорошем согласии с энергией активации движения дислокаций в германии [2, 16], определяемой энергией образования двойного перегиба.

На стадии деформационного упрочнения из расчета следует параболическая зависимость $\tau = \kappa \sqrt{\dot{\gamma} b/R}$, наблюдающаяся при температурах ниже $0.7 T_{II}$ (кривые 4, 5 на рис. 1). При температурах выше $0.8 T_{II}$ появляется стадия с $\kappa = 0$, свидетельствующая о развитии процессов переползания и поперечного скольжения, т. е. о смене механизма пластической деформации.

ции при $0.7-0.8 T_{цл}$, обусловленной температурным фактором. Ранее подобное поведение наблюдалось также на массивных монокристаллах кремния и германия [19], что присуще вообще кристаллам с высокими барьерами Пайерлса. Переползание и поперечное скольжение приводят к «конденсации» дислокаций в малоугловые границы кручения, перпендикулярные оси НК, а затем и в границы специального вида, в результате чего НК фактически становится поликристаллом [2] (при сдвигах $\sim 100-200\%$). При этом плотность подвижных дислокаций поддерживается на типичном для Ge и Si уровне $\rho \sim 10^8-10^9 \text{ см}^{-2}$ [2], что и обуславливает нулевое значение χ . Однако для анализа подобных дислокационных процессов необходимо привлекать особые представления [20], выходящие за рамки настоящей работы. Вместе с тем для приведенного значения ρ нетрудно оценить скорость дислокаций $V \sim \dot{\gamma}/\rho b$, вязкость $B \sim \sigma/\mu V$ и коэффициент V_0 в (5), что для $\dot{\gamma} = 5 \cdot 10^{-5} \text{ с}^{-1}$ и $U_0 = 1.6 \text{ эВ}$, по данным рис. 1, составляет $V \sim 10^{-5}-10^{-6} \text{ см/с}$, $B \sim 10^2-10^3 \text{ с/см}$, $V_0 \sim 10^6 \text{ см/с}$ и удовлетворительно согласуется с имеющимися данными [16].

В заключение следует отметить, что проведенное обсуждение относится к типичным усредненным диаграммам кручения НК, тогда как несовершенство строения самого НК в отдельных случаях приводит к существенно отличающемуся поведению, характеризующемуся рядом специфических особенностей [2, 10], которые также могут быть описаны в рамках использованного подхода при учете соответствующих дополнительных факторов.

Л и т е р а т у р а

- [1] Сандулова А. В., Богоявленский П. С., Дронюк М. И. ФТТ, 1963, т. 5, № 9, с. 2580—2586.
- [2] Дрожжин А. И. Структурные дефекты и механические свойства НК германия. Деп. в ВИНТИ, № 3658-85. 229 с.
- [3] Аммер С. А., Дрожжин А. И., Москаленко А. Г., Сидельников И. В. Зав. лаб., 1974, т. 40, № 4, с. 461—463.
- [4] Андронов В. М., Грицких В. А. ФММ, 1972, т. 33, № 5, с. 1056—1062.
- [5] Постников В. С., Косилов А. Т., Беликов А. М., Шепилов В. Б. ФизХОМ, 1982, № 4, с. 80—84.
- [6] Антипов С. А., Батаронов И. Л., Дрожжин А. И. и др. В сб.: Структура дислокаций и механические свойства металлов и сплавов. Свердловск, 1987, с. 25—26.
- [7] Бережкова Г. В., Скворцова Н. П., Перстнев П. П., Регель В. Р. ФТТ, 1984, т. 26, № 4, с. 1074—1079.
- [8] Говорков В. Г., Регель В. Р. ФТТ, 1961, т. 3, № 5, с. 1324—1329.
- [9] Косилов А. Т., Беликов А. М., Кузьмищев В. А. Кристаллография, 1974, т. 19, № 3, с. 603—607.
- [10] Антипов С. А., Дрожжин А. И., Рошупкин А. М. Релаксационные явления в нитевидных кристаллах полупроводников. Воронеж: ВГУ, 1987. 192 с.
- [11] Батаронов И. Л., Беликов А. М., Дрожжин А. И., Рошупкин А. М. ФТТ, 1986, т. 28, № 12, с. 3709—3715.
- [12] Батаронов И. Л., Беликов А. М., Дрожжин А. И., Рошупкин А. М. Изв. вузов. Физика, 1987, № 7, с. 3—8.
- [13] Ермаков А. П., Старовиков М. И., Антипов С. А. и др. Дислокационная структура пластически деформированных нитевидных кристаллов кремния. Деп. в ВИНТИ, № 5617-B87.
- [14] Косевич А. М. Дислокации в теории упругости. Киев: Наукова думка, 1978. 220 с.
- [15] Антипов С. А., Батаронов И. Л., Беликов А. М. и др. В сб.: Свойства нитевидных кристаллов и тонких пленок. Воронеж, 1986, с. 3—14.
- [16] АLEXIN В. П. Физика прочности и пластичности поверхностных слоев материалов. М.: Наука, 1983. 280 с.
- [17] Дрожжин А. И., Ермаков А. П. Начальная стадия пластической деформации исходно-бездислокационных НК полупроводников. Деп. в ВИНТИ, № 2108-B86. 18 с.
- [18] Фридель Ж. Дислокации. М.: Мир, 1967. 644 с.
- [19] Трефилов В. И., Мильман Ю. В. ДАН СССР, 1963, т. 153, № 4, с. 824—827.
- [20] Барзатин Б. К., Владимиров В. И., Иванов С. А. и др. ФММ, 1987, т. 63, № 6, с. 1185—1191.

Воронежский политехнический институт
Воронеж

Поступило в Редакцию
18 апреля 1988 г.
В окончательной редакции
27 июня 1988 г.