

05;08;11

Акустическая эмиссия в сульфиде кадмия при токовых и тепловых воздействиях

© А.А. Скворцов, А.М. Орлов, А.С. Насибов, О.В. Литвиненко

Физический институт им. П.Н. Лебедева РАН, Москва
Ульяновский государственный университет
E-mail: scvor@sv.uven.ru

Поступило в Редакцию 25 апреля 2000 г.

Исследована акустическая эмиссия (АЭ) в монокристаллах сульфида кадмия (CdS) при протекании электрического тока. Обнаружено, что в диапазоне исследованных температур $T = (300-450)$ К в постоянном электрическом поле возбуждаются сигналы АЭ, интенсивность которых возрастает с увеличением плотности тока. Предполагается, что акустическая эмиссия в CdS обусловлена срывом и движением дислокаций под воздействием как постоянного электрического тока, так и термоупругих напряжений. Оценена энергия активации этого процесса $E_a = 0.35 \pm 0.5$ eV при протекании постоянного тока плотностью $j = (1-7) \cdot 10^5$ A/m².

Хорошо известно, что внешние воздействия механической, электрической или тепловой природы на дислокационные кристаллы способствуют увеличению подвижности линейных дефектов [1-4]. Это характерно и для полупроводниковых структур, работающих в сильных электрических и тепловых полях. Рассматриваемые воздействия на кристаллы с линейными дефектами сопровождаются возникновением в их объеме звуковых импульсов (акустической эмиссии), связанных с движением дислокаций, образованием трещин и разрушением материала [5,6]. Несмотря на это, акустоэмиссия полупроводников при постоянных внешних воздействиях изучена явно недостаточно. Так, например, практически отсутствуют данные об акустической эмиссии (АЭ) дислокационных полупроводников в стационарных тепловых и электрических полях. Поэтому данная работа посвящена акустической эмиссии, возникающей при токовом и тепловом воздействиях в дислокационном сульфиде кадмия.

Исходным материалом в наших исследованиях служил монокристаллический CdS, выращенный методом Давыдова-Маркова [7] на

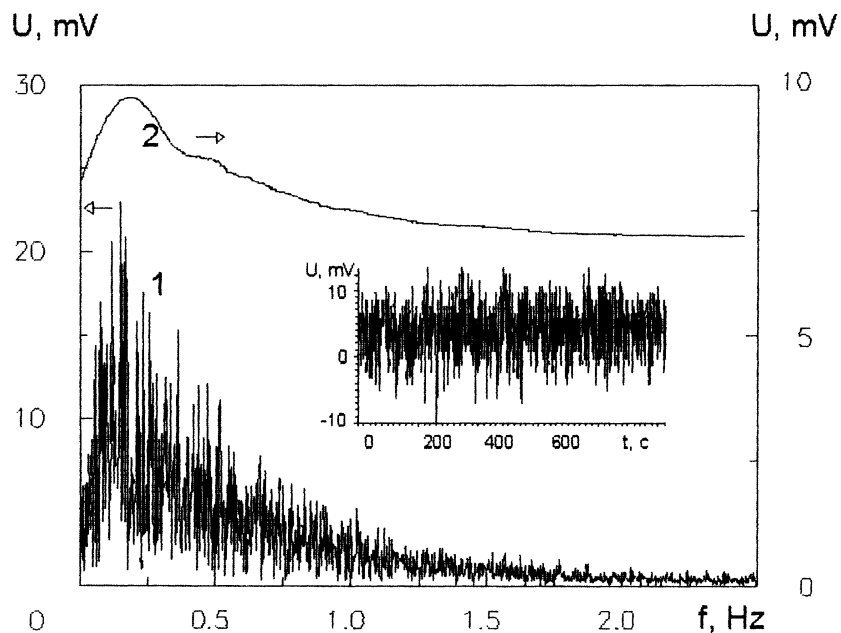


Рис. 1. Спектральная плотность мощности сигнала АЭ при электроотжиге дислокационных пластин сульфида кадмия (10^5 см^{-2}) при плотности тока $j = 5 \cdot 10^5 \text{ А/м}^2$ и $T = 303 \text{ К}$ после Фурье-преобразования (1) и после сглаживания (2). На врезке. Осциллограмма сигнала $U(t)$ АЭ, возникающей при электроотжиге дислокационных пластин сульфида кадмия (10^5 см^{-2}) при плотности тока $j = 5 \cdot 10^5 \text{ А/м}^2$ и $T = 303 \text{ К}$.

сапфировой подложке, ориентированной в направлении [0001]. Образцы для исследований размером $25 \times 10 \times 2 \text{ мм}$ получали скрайбированием полированных шайб диаметром 50 мм с удельным сопротивлением $20 \Omega \cdot \text{см}$ со средней плотностью ростовых дислокаций 10^5 см^{-2} , предварительно подвергнутых стандартной физико-химической обработке [7].

Сигналы АЭ фиксировались пьезоэлектрическим датчиком, лежащим на поверхности исследуемой пластины. Электрический отклик с датчика $U(t)$ (врезка, рис. 1) фиксировался цифровым запоминающим осциллографом С9-8 и через канал общего пользования (КОП) передавался в

ЭВМ для расчета спектрального состава сигнала АЭ $U(\omega)$. Обработка велась с использованием алгоритма быстрого преобразования Фурье (I, рис. 1) по методу периодограмм Уэлча [8].

Сглаживание полученных данных осуществлялось методом минимизации энергии [9,10]. Для этого совокупность зашумленных данных \tilde{X} представлялась в виде аддитивной суммы искомой \bar{X} (истинный спектр) и шумовой Y совокупностей. После этого строился регуляризирующий функционал $F(\bar{X})$ [9,10]:

$$F(\bar{X}) = A(\bar{X}, \tilde{X}) + \lambda B(\bar{X}). \quad (1)$$

Здесь

$$A(\bar{X}, \tilde{X}) = \frac{1}{2} \sum_{i=1}^{n-1} [\tilde{X}_{i+1} - \bar{X}_i]^2$$

— разностный функционал;

$$B(\bar{X}) = \chi^2 = \sum_{i=1}^n \frac{(\tilde{X}_i - \bar{X}_i)^2}{\sigma_i^2}$$

— сглаживающий функционал, характеризующий отклонение искомой совокупности данных от экспериментальной λ -параметр регуляризации, σ_i — среднеквадратическое отклонение \tilde{X} , n — число экспериментальных точек. Численное значение \bar{X} на первом шаге соответствовало \tilde{X} при некотором значении λ . После этого минимизировался функционал (1) и вычислялись соответствующие значения \bar{X} и χ^2 -распределения. Счет прекращался, если значение χ^2 при последовательных вычислениях оказывалось менее 10^{-4} . В противном случае принималось значение параметра регуляризации $\lambda = \lambda \frac{\chi^2}{n}$. Сглаженные таким образом спектры акустоэмиссионного отклика в процессе электротермического отжига дислокационного CdS представлены кривыми 2 (рис. 1) и 1–4 (рис. 2).

Для исследования акустоэмиссионных процессов образец CdS помещался в электропечь и прогревался вместе с ней до достижения стационарного значения температуры, которое устанавливалось через 3.5–4 h после включения нагрева. По получаемым в процессе нагрева спектрам при фиксированной T оценивали энергию сигналов АЭ $W \sim \sum_n U_n^2$ (U_n — амплитуды гармоник экспериментального спектра). Было обнаружено, что, как и в кремнии [4], при отсутствии протекающего через образец

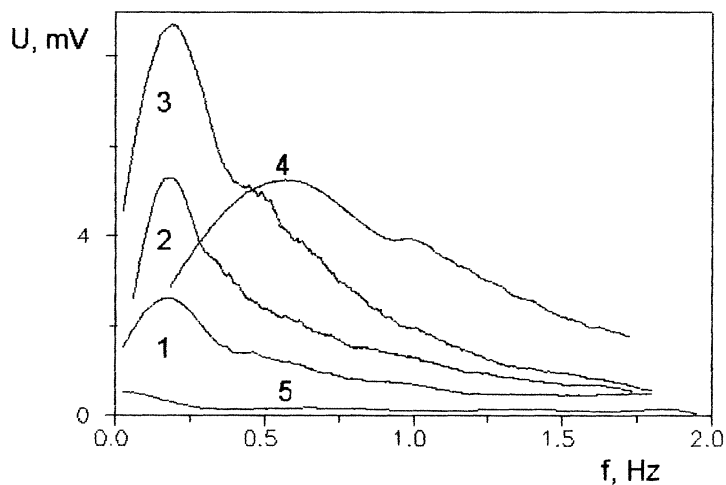


Рис. 2. Спектры АЭ дислокационных кристаллов CdS при электроотжиге: 1 — $j = 5 \cdot 10^5 \text{ A/m}^2$, $T = 303 \text{ K}$; 2 — $j = 5 \cdot 10^5 \text{ A/m}^2$, $T = 333 \text{ K}$; 3 — $j = 5 \cdot 10^5 \text{ A/m}^2$, $T = 363 \text{ K}$; 4 — $j = 7 \cdot 10^5 \text{ A/m}^2$, $T = 343 \text{ K}$; 5 — $j = 0$, $T = 363 \text{ K}$.

постоянного электрического тока ($j = 0$) процесс установления стационарной температуры сопровождался монотонным уменьшением акустоэмиссионного отклика. Причем стационарное значение $U(t)$ достигалось через 1–1.5 h после установления теплового равновесия (5, рис. 2).

Проходящий через образец постоянный электрический ток плотностью $j = (1–7) \cdot 10^5 \text{ A/m}^2$ приводил к резкому увеличению амплитуды акустоэмиссионных откликов, которые оставались постоянными даже после 36 h термостатирования. Типичные результаты, представленные на рис. 2, наглядно демонстрируют акустоэмиссионный отклик полупроводника при наличии в нем дислокаций, обнаруживая отчетливо выраженный максимум при $f \approx 0.2 \text{ Hz}$. Такие изменения могут быть связаны лишь с отрывом закрепленных дислокаций и их движением в постоянном электрическом поле, что согласуется и с наблюдениями авторов работы [3].

Средняя частота дислокационных переходов

$$f = f_0 \exp\left(-\frac{W_p - F(j)b}{kT}\right), \quad (2)$$

согласно [3,11], определяется температурой и электростимулированной силой $F(j)$, действующей на дислокацию. Здесь f_0 — предэкспоненциальный множитель, определяющий частоту дислокационных переходов при $T \rightarrow \infty$; W_p — барьер Пайерлса; b — вектор Бюргерса.

Очевидно, что в отсутствие механических напряжений дислокации закрепляются на примесных центрах и других дефектах. Однако под действием электрического поля сегменты дислокаций в зависимости от величины и знака ее эффективного заряда выгибаются. Прогиб увеличивается до тех пор, пока не будет достигнуто напряжение отрыва:

$$\tau_k = \frac{2E_0}{\pi b^2 L_c}, \quad (3)$$

зависящее от энергии связи дислокации с дефектом E_0 . Следовательно, дислокации или их фрагменты преодолевают препятствия лишь при наличии флуктуаций, усиленных направленным воздействием постоянного электрического поля. Сменившие позиции дислокации закрепляются в новом квазиравновесном состоянии и находятся в ожидании очередных термических флуктуаций и электростимулированных механических воздействий. Движение дислокации в этом случае происходит в поле пайерлсовых сил, определяемых потенциальным барьером

$$W_p = \frac{Gb^2}{\pi(1-\nu)} \exp\left(-\frac{4\pi d}{2b(1-\nu)}\right), \quad (4)$$

где $G = 1.5 \cdot 10^{11}$ Па — модуль сдвига; $\nu = 0.3$ — коэффициент Пуассона; $b = 1.1$ нм — вектор Бюргерса; $d = 0.3$ нм — межплоскостное расстояние. Подстановка в (4) соответствующих численных значений позволяет определить для сульфида цинка величину потенциального рельефа Пайерлса, которая оказалась равной ~ 0.5 эВ.

Повышение токовых нагрузок приводит к росту темпа дислокационных переходов, следовательно к коротковолновому смещению спектра по оси частот f (4, рис. 2). При этом тепловое возмущение увеличивает число дислокаций, преодолевающих потенциальный барьер.

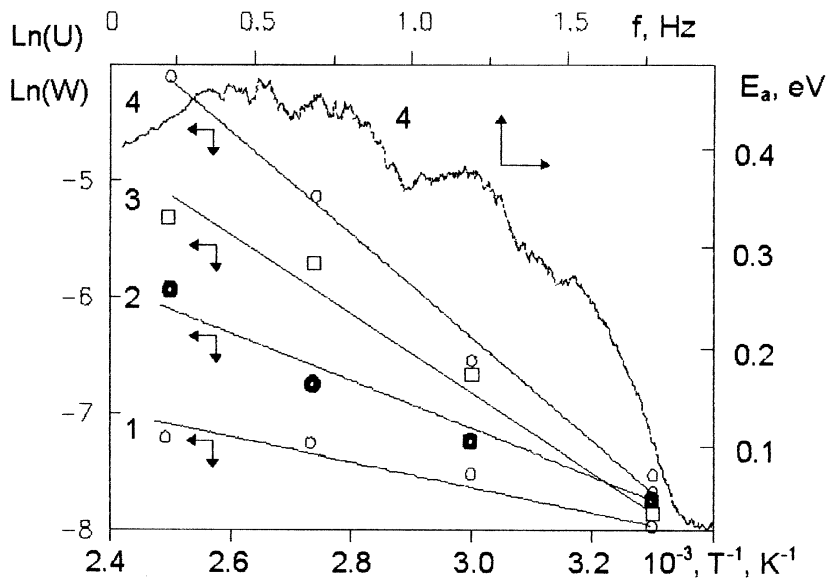


Рис. 3. Температурная зависимость АЭ (1–3) и спектральная зависимость энергии активации АЭ (4) дислокационного образца CdS с плотностью дислокаций 10^5 cm^{-2} при протекании постоянного тока $j = 5 \cdot 10^5 \text{ A/m}^2$: 1 — для $f = 2.2 \text{ Hz}$ ($E_a = 0.1 \text{ eV}$); 2 — для $f = 1.8 \text{ Hz}$ ($E_a = 0.19 \text{ eV}$); 3 — для $f = 1.5 \text{ Hz}$ ($E_a = 0.28 \text{ eV}$); 4 — для энергии W ($E_a = 0.35 \text{ eV}$).

Температурная зависимость сигналов акустической эмиссии от образцов с ростовыми дислокациями позволяет оценить энергию активации процесса перехода дислокации при пропускании тока через потенциальный барьер. Причем для сегментов различной протяженности следует ожидать и различных величин преодолеваемых барьеров, поскольку при одинаковой природе центров закрепления дислокационных сегментов вероятность отрыва должна возрастать с увеличением длины прогибающихся отрезков.

Известно [11], что дислокационные сегменты различной протяженности L , как правило, подчиняются экспоненциальному распределению:

$$P = 1 - \left(1 - \left(1 + \frac{L - L_c}{L_n} \right) \exp\left(-\frac{L - L_c}{L_n}\right) \right)^n, \quad (5)$$

что и предопределяет спектральный состав сигнала АЭ. Здесь L_c — длина дислокационного сегмента, определяемая закреплением на соседних дефектах и примесях; L_n — длина дислокационной петли; $n = \frac{L_n}{L_c} - 1$. В соответствии с (5) наиболее вероятен отрыв самых длинных отрезков линейного дефекта, что приводит к еще большему их удлинению и постепенному отрыву всей дислокации [11]. Вот почему с ростом длины дислокационного сегмента активационный барьер должен уменьшаться. Действительно, обработка температурных зависимостей (1–3, рис. 2) позволяет определить численные значения активационных барьеров различных сегментов по их частотным характеристикам. Для каждой f (рис. 2) экспериментальные точки хорошо укладываются на прямые в координатах $\ln(U) \sim 1/T$ (1–3, рис. 3). Результаты машинного расчета представлены кривой 4 на рис. 3. Видно, что E_a возрастает с увеличением L и для экстремального значения $U(f)$ (рис. 2) соответствует 0.5 eV, что хорошо коррелирует с расчетами по уравнению (4).

Что касается некоторого снижения E_a в интервале 0–0.5 Hz, то оно, очевидно, указывает на различную природу центров закрепления сегментов дислокации [11].

Таким образом, возникновение акустической эмиссии в дислокационных пластинах сульфида кадмия обусловлено срывом и преодолением дислокациями энергетических барьеров при наличии стационарных тепловых ($T \approx 400$ К) и электрических полей ($j = 1-7 \cdot 10^5$ А/м²). Отключение тока ($F(j) \rightarrow 0$) уменьшает вероятность преодоления барьеров термофлуктуационным путем, что приводит к полному исчезновению сигналов акустоэмиссии при достижении режима стационарности.

Работа выполнена при финансовой поддержке Минвуза "Деградационные процессы в многослойных тонкопленочных структурах" и гранта РФФИ № 98-02-03335.

Список литературы

- [1] Судзуки Т., Есиага Х., Такеути С. Динамика дислокаций и пластичность. М.: Мир, 1989. 296 с.
- [2] Хирт Дж., Лоте И. Теория дислокаций. М.: Атомиздат, 600 с.
- [3] Калитенко В.А., Кучеров И.Я., Перга В.М. // ФТП. 1988. Т. 22. В. 4. С. 578–581.

- [4] Орлов А.М., Скворцов А.А., Фролов В.А. // Письма в ЖТФ. 1999. Т. 25. В. 3. С. 28–32.
- [5] Зувев Л.Б. Физика электропластичности щелочно-галогидных кристаллов. Новосибирск: Наука, 1990. 120 с.
- [6] Спицин В.И., Троицкий О.А. Электропластическая деформация металлов. М.: Наука, 1985. 160 с.
- [7] Насибов А.С., Печенов А.Н., Решетов В.И. // Труды ФиАН. 1991. Т. 202. С. 68–88.
- [8] Марпл Мл. Цифровой спектральный анализ и его применение. М.: Наука, 1985. 265 с.
- [9] Greek I.S., Schulze H.G., Blades M.W., Bree A.V., Gorzalka B.B., Turner R.F.B. // Appl. Spectr. 1995. V. 49. N 4. P. 425–429.
- [10] Приходько В.В. // Учен. зап. Ульяновского гос. ун-та. Сер. физ. 1998. № 2 (5). С. 24–29.
- [11] Ультразвуковые методы исследования дислокаций / Под ред. Л.Г. Меркулова. М.: Иностран. лит-ра, 1963. 375 с.