

Перераспределение дислокаций в кремнии вблизи концентраторов напряжений

© А.М. Орлов, А.А. Соловьев, А.А. Скворцов, И.О. Явтушенко

Ульяновский государственный университет,
432979 Ульяновск, Россия

E-mail: OrlovAM@ulsu.ru

(Поступила в Редакцию 16 декабря 2004 г.
В окончательной редакции 11 марта 2005 г.)

Исследовано распределение дефектов в дислокационных дорожках при различных углах индентирования кремниевых пластин. Выявлены закономерности изменения линейной плотности и максимального пробега дислокаций в линиях скольжения. Предложена модель, описывающая распределение дефектов в дислокационных дорожках. Согласование теории с экспериментом позволило выявить зависимость этого распределения от времени релаксации энергии.

Изучение подвижности дислокаций в полупроводниковых кристаллах в полях различной природы [1–9] является одной из основных задач физики твердого тела. Обычно объектами исследований являются дислокации, вводимые в кристалл при нанесении ряда отпечатков или царапин. В результате внешних воздействий перемещение дислокаций происходит по плоскостям скольжения, из-за чего часто наблюдается линейное расположение ямок травления (в виде рядов, цепочек, дорожек) вдоль соответствующих кристаллографических направлений. При рассмотрении этого процесса в литературе в основном анализируются как максимальные расстояния, проходимые дефектами от концентратора напряжений [1,4–8], так и изменение их плотности с глубиной проникновения [9]. Несмотря на это практически не исследованы причины распада дислокационных дорожек в кристаллах и характер перераспределения линейных дефектов между их локализованным и рассеянным состоянием. Практически отсутствует информация о механизме дислокационного перераспределения при изменении направления индентирования. Не рассмотрен и характер распределения дислокаций в цепочках при их распространении вдоль соответствующих направлений. Предлагаемые далее результаты являются попыткой восполнить этот пробел.

1. Методика эксперимента

Источником образцов ($\sim 3 \times 1 \times 0.04$ см) для исследований служили легированные фосфором стандартные 76 мм бездислокационные пластины кремния с удельным сопротивлением $\rho = 0.01 \Omega \cdot \text{см}$. Пластины готовились по стандартной технологии из монокристаллического слитка, выращенного по методу Чохральского в направлении [111]. Источником дислокаций являлись 5–10 мм царапины (концентраторы напряжений) на рабочей поверхности (111), проводимые под нагрузкой $P = (0.78–2.45)$ Н четырехгранной алмазной пирамидкой (индентором) с углом 90° при вершине. Царапины проводились под различными углами (0, 10, 20, 30 и 40°) относительно кристаллографического направления [110].

Перемещение дислокаций в поле вводимых внутренних напряжений инициировалось изотермическим отжигом образцов при температуре 923 К в течение $t = 150$ min. При таком t внутренние напряжения практически полностью релаксировали, и транспорт дислокаций прекращался [9]. Исследование дислокационной картины осуществлялось по ямкам травления после обработки пластин в стандартном селективном травителе SP-4 [3,9].

2. Результаты исследований и их обсуждение

Известно [10], что в кремнии основные плоскости скольжения совпадают с направлением $\langle 110 \rangle$. Полученные результаты исследований полностью согласуются с этим. Однако расположение рядов фигур травления однозначно определяется направлением индентирования относительно кристаллографической оси [110]. Рассмотрим это подробнее.

При нанесении царапины (рис. 1, *a*) в направлении [110] наблюдаются разбеги дислокаций по направлениям $[011]$ и $[10\bar{1}]$. С другой стороны, при индентировании пластины в направлении $[\bar{1}\bar{1}0]$, противоположном [110], приоритетными становятся линии разбега $[\bar{1}01]$ и $[0\bar{1}\bar{1}]$. Подобное распределение исследуемых дефектов свидетельствует о специфике вводимых напряжений в виде микротрещин при нанесении царапины. Очевидно, проекция на царапину вектора преимущественного распространения микротрещин всегда совпадает с направлением нанесения концентратора напряжений. Поэтому в проводимых исследованиях четко фиксировался угол α (рис. 1, *b*) между направлением [110] и линией индентирования поверхности кристалла, отсчитываемый против часовой стрелки относительно базового направления. Точное определение α контролировалось по фигурам травления, ориентация которых в силу кристаллографических особенностей одинакова по всей поверхности кристалла.

Если $0^\circ < \alpha < 15^\circ$, направление перемещения дислокаций ничем не отличается от рассмотренного выше

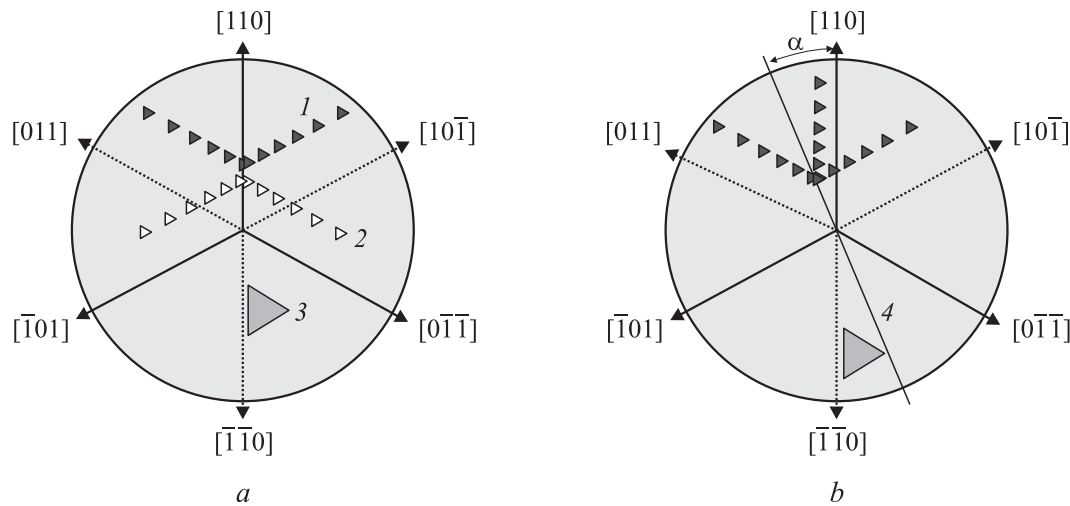


Рис. 1. Основные направления перемещения дислокаций в исследуемом кристалле. *a* — направление индентирования совпадает с кристаллографическим направлением $[110]$ (1) и $[\bar{1}\bar{1}0]$ (2). *b* — направление царапания не совпадает с направлением $[110]$; царапина проведена под углом α к направлению $[110]$. 1, 2 — дислокационные ямки травления; 3 — дефект упаковки; 4 — концентратор напряжений.

случая. Однако по мере приближения α к 15° происходит постепенная перегруппировка дислокационных ямок травления от четко выделенных рядов удаляемого направления $[10\bar{1}]$ к отдельным хаотически разбросанным дислокациям с правой стороны царапины.

При большем угле разориентации $15^\circ < \alpha < 30^\circ$ рассеянные дислокационные ямки травления вновь начинают группироваться в ряды фигур травления с переориентацией в новое направление $[110]$. Однако при $\alpha = 30^\circ$ остаются только два приоритетных направления $[011]$ и $[110]$ с углом разворота между ними 60° .

При последующем увеличении α от 30° до 60° картина распределения дислокаций повторяется, но с переориентацией линий скольжения с левой стороны царапины: исчезают ряды фигур травления в направлении $[011]$, и появляются в $[\bar{1}01]$. Угол разворота между фиксируемыми здесь рядами $[\bar{1}01]$ и $[110]$, как и в первом случае, соответствует 120° . Общая картина перераспределения дислокаций по плоскостям скольжения представлена в табл. 1.

Таким образом, угол разворота между фиксируемыми рядами и их направление всегда определяется ближайшими разрешенными направлениями скольжения с обеих сторон нарушенного участка, а перераспределение дислокационных дорожек индентированных кристаллов на отдельные дислокации всегда усиливается по мере приближения α к $(15^\circ \pm n \cdot 30^\circ)$, где $n = 0, 1, 2, 3 \dots$. Поэтому (с учетом периодической повторяемости) будем рассматривать лишь дислокационный транспорт от царапин, угол разориентации которых не превышает 30° относительно любого из кристаллографических направлений $\langle 110 \rangle$.

Как показали опыты, от α зависит не только топографическая картина распределения дислокаций, но и характер их смещения вдоль соответствующих цепочек

(рис. 2). Видно, что с увеличением угловой разориентации царапины относительно $[110]$, глубина пробега $x(\alpha)$ линейных дефектов вдоль дислокационных рядов $[011]$ возрастает (кривая 1 на рис. 2), а их удаление от царапины сокращается (кривая 2 на рис. 2).

Но наиболее неожиданный результат получен при анализе характера распределения линейных дефектов в дислокационных рядах соответствующих кристаллографических направлений. Установлено, что линейная плотность дислокаций в направлении миграции $[011]$, по результатам многочисленных исследований, проявляет отчетливую тенденцию к снижению ($0^\circ \leq \alpha < 30^\circ$), постоянству ($\alpha = 30^\circ$) или ее увеличению ($60^\circ \geq \alpha > 30^\circ$),

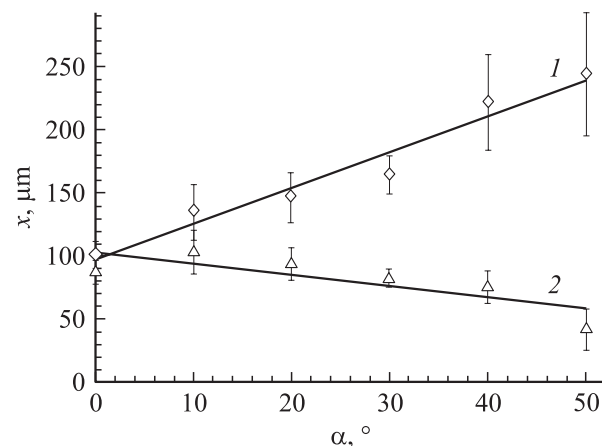


















Рис. 2. Зависимость перемещения головных дислокаций от края царапин ($P = 1.0 \text{ N}$), проведенных под различными углами α к направлению $[110]$ после 150-ти минутного изотермического отжига при температуре 923 K . 1 — измерение проведено вдоль дислокационных рядов, совпадающих с направлением $[011]$; 2 — в перпендикулярном к царапине направлении.

Таблица 1. Направления дислокационных разбегов от концентратора напряжений при различных углах разориентации α

| № п/п | Угол разориентации царапины относительно [110] | Направление индентирования | Кристаллографическая ориентация дислокационных рядов | Примечание |
|-------|--|---|--|---|
| 1 | $\alpha = 0^\circ$ | [110] ↑ | [011] и [10 $\bar{1}$] | |
| | $\alpha = 180^\circ$ | [$\bar{1}\bar{1}$ 0] ↓ | [$\bar{1}$ 01] и [0 $\bar{1}\bar{1}$] | |
| 2 | $0^\circ \leq \alpha < 15^\circ$ |  | [011] и [10 $\bar{1}$] | Постепенный переход к рассеянным дислокациям с правой стороны царапины. |
| | $180^\circ \leq \alpha < 195^\circ$ |  | [$\bar{1}$ 01] и [0 $\bar{1}\bar{1}$] | Постепенный переход к рассеянным дислокациям с левой стороны царапины. |
| 3 | $\alpha = 15^\circ$ |  | [011] | Рассеянные дислокации с правой стороны царапины. |
| | $\alpha = 195^\circ$ |  | [0 $\bar{1}\bar{1}$] | Рассеянные дислокации с левой стороны царапины. |
| 4 | $15^\circ < \alpha \leq 30^\circ$ |  | [110], [011] | Постепенное перераспределение рассеянных дислокаций в ряды с правой стороны царапины. |
| | $195^\circ < \alpha \leq 210^\circ$ |  | [$\bar{1}\bar{1}$ 0], [0 $\bar{1}\bar{1}$] | Постепенное перераспределение рассеянных дислокаций в ряды с левой стороны царапины. |
| 5 | $\alpha = 30^\circ$ |  | [011], [110] | |
| | $\alpha = 210^\circ$ |  | [$\bar{1}\bar{1}$ 0], [0 $\bar{1}\bar{1}$] | |
| 6 | $30^\circ < \alpha < 45^\circ$ |  | [110], [011] | Постепенный переход к рассеянным дислокациям с левой стороны царапины. |
| | $210^\circ < \alpha < 225^\circ$ |  | [$\bar{1}\bar{1}$ 0], [0 $\bar{1}\bar{1}$] | Постепенный переход к рассеянным дислокациям с правой стороны царапины. |
| 7 | $\alpha = 45^\circ$ |  | [110] | Рассеянные дислокации с левой стороны царапины. |
| | $\alpha = 225^\circ$ |  | [$\bar{1}\bar{1}$ 0] | Рассеянные дислокации с правой стороны царапины. |
| 8 | $45^\circ < \alpha < 60^\circ$ |  | [$\bar{1}$ 01], [110] | Постепенное перераспределение рассеянных дислокаций в ряды с левой стороны царапины. |
| | $225^\circ < \alpha < 240^\circ$ |  | [$\bar{1}\bar{1}$ 0], [10 $\bar{1}$] | Постепенное перераспределение рассеянных дислокаций в ряды с правой стороны царапины. |
| 9 | $\alpha = 60^\circ$ |  | [$\bar{1}$ 01], [110] | |
| | $\alpha = 240^\circ$ |  | [$\bar{1}\bar{1}$ 0], [10 $\bar{1}$] | |

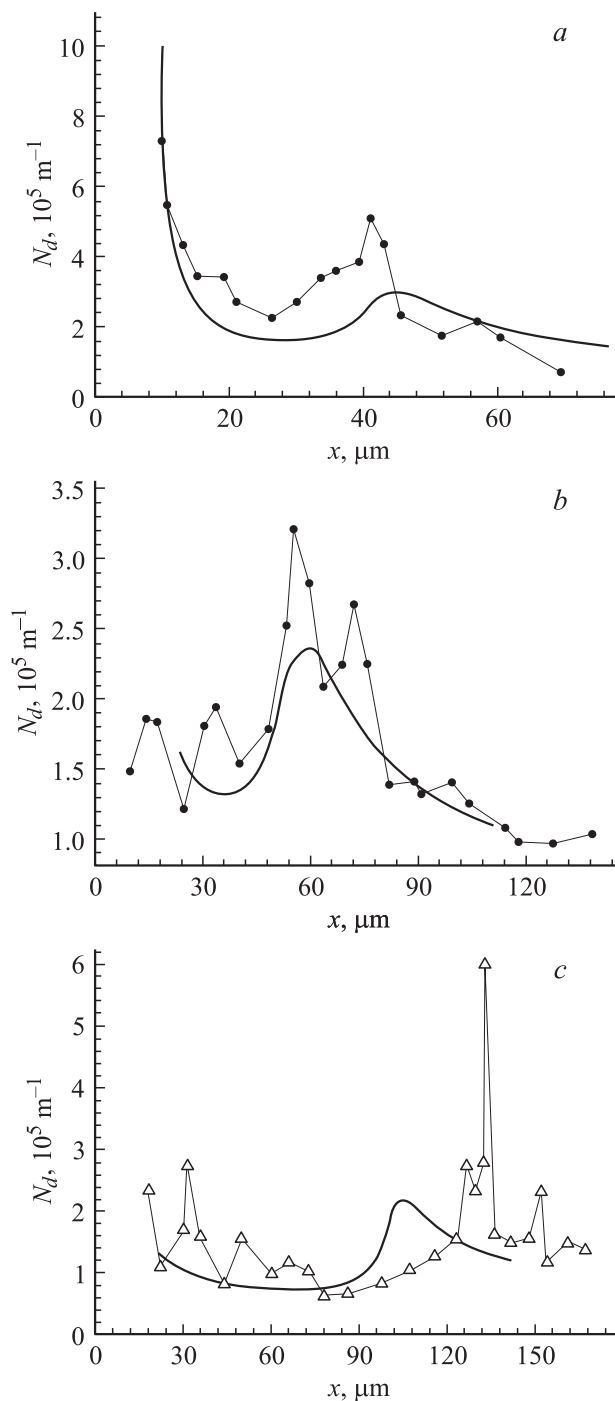


Рис. 3. Измерение линейной плотности дислокаций в линии скольжения [011] с расстоянием при различных α : *a* — 0° ; *b* — 30° ; *c* — 40° . На экспериментальные точки наложены расчетные кривые (уравнение (8)). Нагрузка на пирамидку при нанесении царапин составляет 0.98 N.

плавно переходя из одного состояния в другое по мере увеличения α . При этом независимо от азимутального расположения царапины (α) в дислокационных цепочках практически всегда наблюдается одно или несколько скопления ямок травления, отражающихся в экстремальных всплесках линейной плотности дефектов.

Особенно отчетливо это проявляется при больших α , где наряду с основным экстремумом всегда фиксируется значительное число более мелких всплесков, искажающих общую картину распределения дислокаций (рис. 3). Методами оптической микроскопии установлено, что основной причиной возникновения „мелких всплесков“ являются области пересечения дислокационных дорожек различных кристаллографических направлений, участвующих в описанном выше перераспределении линейных дефектов. Убедительная воспроизводимость этих результатов исключает методическую ошибку и требует вскрытия физических причин наблюдаемых явлений.

Мы провели такой анализ, основываясь как на периодическом распределении микротрещин вдоль определенных кристаллографических направлений и их перераспределении при изменении азимутального расположения царапины, так и изменяющейся частоте зарождения дислокаций, вызванной релаксационными процессами.

Наш вывод будет базироваться на скорости перемещения дислокаций по плоскостям скольжения, определяемой в первую очередь величиной действующих напряжений σ_{int} [6], появившихся в результате индентирования кристалла

$$V = \frac{dx}{dt} = V_0 \left(\frac{\sigma_{\text{int}}}{\sigma_0} \right)^m \exp \left(-\frac{E}{kT} \right), \quad (1)$$

где V_0 , σ_0 — постоянные; $m = 1$ — для кремния; E — энергия активации перемещения дислокаций; k — постоянная Больцмана; T — температура.

Действительно [11], при нанесении царапины образуется большое количество микротрещин (рис. 4) с линейной плотностью f (m^{-1}), распространяющихся преимущественно вдоль „приоритетных“ плоскостей скольжения. В вершине каждой (i -й) микротрещины создается напряжение, ослабевающее с расстоянием x

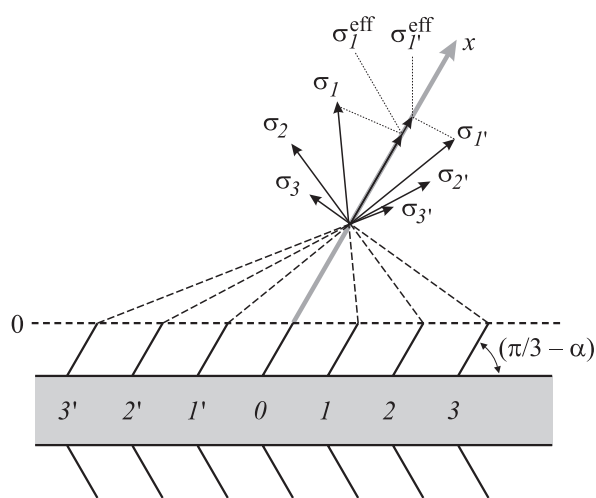


Рис. 4. Распределение напряжений от микротрещин ($3'$, $2'$, $1'$, 0 , 1 , 2 , 3), вводимых в кристалл при индентировании поверхности, на выделенную линию скольжения дислокаций.

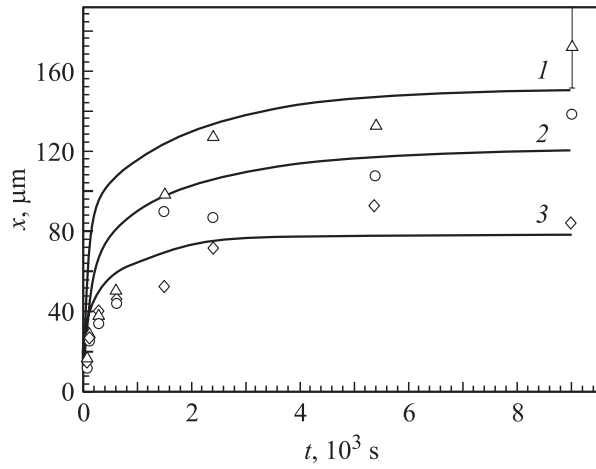


Рис. 5. Изменение расстояний, проходимых головными дислокациями в линиях скольжения от концентратора напряжений с временем отжига. Точки — экспериментальные данные, линии — результаты расчета по (8). 1 — $\alpha = 40^\circ$; 2 — 30° ; 3 — 0° .

по закону [9,12]

$$\sigma_i(x) = -\frac{bGN_d^0}{2\pi(1-\nu)} \ln\left(1 - \frac{a'}{x}\right), \quad (2)$$

где σ_i — напряжение в точке нахождения дислокации, $G = 1.5 \cdot 10^{11}$ Па — модуль сдвига, $\nu = 0.3$ — коэффициент Пуассона, b — модуль вектора Бюргерса, N_d^0 — линейная плотность дислокаций в области a' около микротрещины.

Поле упругих напряжений, созданное коллективом микротрещин с линейной плотностью f , при высокотемпературном отжиге релаксирует, расходуя свою энергию как на образование дислокаций, так и на их перемещение вдоль благоприятно расположенных плоскостей скольжения.

Полагая f постоянной и учитывая разную удаленность какой-либо дислокации от значимых концентраторов напряжений (кончиков микротрещин, рис. 4), нетрудно оценить результирующее напряжение $\sigma_{\text{эфф}}$, вытесняющее эту дислокацию в плоскости скольжения как аддитивную сумму соответствующих составляющих.

Промежуточные результаты расчетов представлены на рис. 5. Они получены с учетом предполагаемого перераспределения микротрещин (по аналогии с дислокациями) между различными (например, $[011]$ и $[\bar{1}01]$) кристаллографическими направлениями в зависимости от азимутального расположения царапины

$$f_{\bar{1}01}(\alpha) = \frac{f}{60^\circ} \alpha, \quad f_{011}(\alpha) = f \left(1 - \frac{\alpha}{60^\circ}\right), \quad (3)$$

$$f = f_{011} + f_{\bar{1}01}.$$

Видно, что эффективному воздействию напряжения подвержены тем более протяженные участки с локализованными на них дислокациями, чем больше α . Это

оказывает непосредственное влияние на глубину проникновения дислокаций в кристалл вдоль выбранного направления скольжения.

Рассматриваемые напряжения не являются постоянными и при высокотемпературном отжиге быстро релаксируют, способствуя зарождению и транспорту дислокаций. Учитывая это, как и в [13], можем записать

$$\sigma_{\text{int}}(x, t) = \sigma_{\text{эфф}}(x) \left(\xi_1 \exp\left(-\frac{t}{\tau_1}\right) + \xi_2 \exp\left(-\frac{t}{\tau_2}\right) \right), \quad (4)$$

где τ_1 и τ_2 — характерные времена релаксации образования и перемещения дислокаций соответственно; ξ_1 , ξ_2 — безразмерные коэффициенты, причем $\xi_1 + \xi_2 = 1$. При этом в генерации дислокаций, формирующих дорожку, доминирует энергия одной микротрещины, а в перемещении — энергия коллектива микротрещин.

При фиксированном t выражение (4) описывает релаксирующее напряжение, действующее лишь на головную дислокацию в цепочке скольжения. Для описания всех последующих дефектов необходимо ввести соответствующую поправку, учитывающую частоту зарождения дислокаций, связанную с σ_{int} простым соотношением

$$v(t) = dn/dt = \chi \cdot \sigma_{\text{int}}(t, x_0), \quad (5)$$

где n — число образовавшихся дислокаций, χ — размерная функция, x_0 — координата источника дислокаций.

Таким образом, с учетом (4) получаем

$$\frac{dn}{dt} = v_0 \left(\xi_1 \exp\left(-\frac{t}{\tau_1}\right) + \xi_2 \exp\left(-\frac{t}{\tau_2}\right) \right). \quad (6)$$

Здесь v_0 — частота зарождения дислокаций при $t = 0$.

Решение этого уравнения позволяет определить как время появления $t = t_i$ любой дислокации $i = 1, 2, 3, \dots$, так и общее число генерируемых дислокаций n в процессе отжига t

$$n_i = v_0 (\xi_1 \tau_1 + \xi_2 \tau_2) - v_0 \left(\xi_1 \tau_1 \exp\left(-\frac{t_i}{\tau_1}\right) + \xi_2 \tau_2 \exp\left(-\frac{t_i}{\tau_2}\right) \right). \quad (7)$$

Последующая подстановка (4) и (7) в (1)

$$\frac{dx_i}{dt} = \frac{V_0 \sigma_{\text{int}}(x_i, t) \left(\xi_1 \exp\left(-\frac{t-t_i}{\tau_1}\right) + \xi_2 \exp\left(-\frac{t-t_i}{\tau_2}\right) \right)}{\sigma_0} \times \exp\left(-\frac{E_a}{kT}\right) \quad (8)$$

дает возможность проследить за кинетическими особенностями каждой дислокации при непрерывном релаксирующем напряжении в процессе изотермического отжига, начиная с момента ее зарождения $t = t_i$, в том числе и распределение дислокаций¹ в линиях скольжения в произвольный момент времени t .

¹ Линейная плотность дислокаций определялась с учетом (8) по уравнению $N_d = \frac{dn_d}{dx} \approx \frac{2}{x_{i+1} - x_i}$, где dn_d — число дислокаций на участке dx .

Таблица 2. Численные значения расчетных данных, согласованных с экспериментом для $T = 923$ К

| Параметры | Азимутальный угол α между кристаллографическим направлением [110] и царапиной | | |
|------------------------------|--|-------|-------|
| | 0° | 30° | 40° |
| $\tau_1, \text{с}$ | 75 | 150 | 200 |
| $\tau_2, \text{с}$ | 1000 | 2000 | 2700 |
| ξ_1 | 0.93 | 0.94 | 0.91 |
| $N_d^0, 10^9 \text{ м}^{-1}$ | 2.308 | 2.308 | 2.308 |
| $\nu_0, \text{с}^{-1}$ | 0.128 | 0.077 | 0.045 |
| $E, \text{эВ}$ | 2.2 | | |
| $\sigma_0, \text{Па}$ | $1 \cdot 10^6$ | | |
| $V_0, \text{м/с}$ | $1 \cdot 10^3$ | | |

Располагая (8) и экспериментальной картиной распределения дефектов в дислокационных дорожках при различных углах индентирования кремниевых пластин (рис. 3), можно не только качественно оценить релаксационные параметры τ_1 , τ_2 и ξ_1 , ξ_2 , но и выявить основной механизм, ответственный за изменение линейной плотности дефектов в дислокационных дорожках при различных α .

Результаты расчета для согласованных с экспериментом значений α представлены на рис. 3 и 5. Отметим, что совпадение экспериментальных и расчетных данных, включая пробег головных дислокаций (рис. 5), их распределение вдоль линий скольжения (рис. 3), наличие и расположение основных экстремальных всплесков на кривых $N_d(x)$ наблюдается лишь при конкретных для каждого α значений τ_1 и τ_2 , приведенных в табл. 2.

Следовательно, экспериментально зафиксированная и описанная выше трансформация линейной плотности дислокаций при изменении азимутального расположения царапины однозначно определяется временем релаксации энергии, затрачиваемой на образование и перемещения дислокаций. Мы не располагаем независимыми данными этих параметров и не можем сравнить результаты расчетов с экспериментом, представляющим самостоятельный интерес. Его практическую реализацию мы надеемся завершить в ближайшее время.

Список литературы

- [1] Ю.С. Боярская, Д.З. Грабко, М.И. Мединская, Н.А. Палистрант. ФТП **31**, 2, 179 (1997).
- [2] Н.И. Тарбаев. ФТТ **40**, 10, 1845 (1998).
- [3] А.А. Скворцов, А.М. Орлов, В.А. Фролов, А.А. Соловьев. ФТТ **42**, 11, 1998 (2000).
- [4] И.В. Островский, Л.П. Стебленко, А.Б. Надточий. ФТП **34**, 3, 257 (2000).
- [5] М.В. Меженный, М.Г. Мильвидский, В.Ф. Павлов, В.Я. Резник. ФТТ **43**, 1, 47 (2001).
- [6] В.А. Макара, Л.П. Стебленко, Н.Я. Горидько, В.М. Кравченко, А.Н. Коломиец. ФТТ **43**, 3, 462 (2000).
- [7] В.И. Алексеенко. ЖТФ **70**, 6, 63 (2000).
- [8] Y. Yamashita, F. Jyobe, Y. Kamiura, K. Maeda K. Phys. Stat. Sol. (a) **171**, 27 (1999).
- [9] А.М. Орлов, А.А. Скворцов, А.А. Соловьев. ЖЭТФ **123**, 3, 590 (2003).
- [10] М.П. Шаскольская. Кристаллография. Высш. шк., М. (1984). 376 с.
- [11] В.П. Алехин. Физика прочности и пластичности поверхностных слоев материалов. Наука, М. (1983). 280 с.
- [12] Л.Д. Ландау, Е.М. Лифшиц. Теория упругости. Наука, М. (1965). 204 с.
- [13] А.С. Ажеганов, Д.А. Горинов, К.А. Сеник, Н.К. Шестакова. Структура и динамика молекулярных систем **10**, 1, 97 (2003).