

## Особенности одноосной упругой деформации кристаллов $p$ -Si, облученных рентгеновскими лучами

© Б.В. Павлык, Р.М. Лыс<sup>†</sup>, Р.И. Дидык, И.А. Шикоряк

Львовский национальный университет им. Ивана Франко,  
79017 Львов, Украина

(Получена 13 мая 2014 г. Принята к печати 20 октября 2014 г.)

Исследовались изменения электропроводности облученных при комнатной температуре монокристаллических образцов  $p$ -Si в процессе их сжатия и снятия механической нагрузки. Установлено, что облучение сопровождается генерацией точечных дефектов в кремнии, которые играют роль стопоров для движения дислокаций. Обнаружен эффект „радиационной памяти“ в кристаллах „электронного“ кремния.

### 1. Введение

Сегодня кристаллы кремния являются основной базой для изготовления элементов микроэлектронных прецизионных детекторов и других полупроводниковых устройств, работающих в полях радиационного излучения [1]. Широкое применение полупроводниковых приборов в технике ставит задачу создания новых материалов и приборов на их основе, которые обладают быстройдействием, повышенной стабильностью в полях действия радиации и деформации.

Перераспределение концентрации носителей заряда и примесей в деформированных кристаллах в значительной степени определяется наличием дислокаций, которые являются эффективными стоками для зарядов и дефектов, особенно на поверхности и в приповерхностных слоях кристалла. Кроме того, поверхность с напыленными контактами является эффективным геттером для глубоководных структурных дефектов [2]. Под напыленными на поверхности кристалла контактами, за счет несоответствия параметров решеток металлической пленки и полупроводника, возникают механические напряжения [3], которые могут стимулировать процессы геттерирования дефектов (примесных атомов, диффундирующих из объема образца в приповерхностный слой, атомов кремния, перемещающихся из узлов решетки в межузельную область, и вакансий, образующихся при этом) в приконтактном слое.

Известно [4], что возбуждения электронной подсистемы кристалла сопровождаются также соответствующими изменениями в подвижности дислокаций. Источниками возбуждения электронной подсистемы может быть радиация, приложенное электростатическое поле, действие света и др. Характерной особенностью коротких дислокаций в кристаллах кремния является наличие стартовых напряжений и времени задержки начала их движения. Такая особенность связана с образованием вокруг дислокаций областей с повышенной концентрацией точечных дефектов (облака Коттрелла).

### 2. Методика эксперимента

В работе использовались монокристаллы кремния  $p$ -типа проводимости, выращенные методом Чохральского, марки КДБ ( $\rho = 10\text{--}20 \text{ Ом} \cdot \text{см}$ ) двух типов: 1) кремний для радиоэлектроники — так называемые „бездислокационные“ (или „электронные“) монокристаллы, на поверхности (111) которых, после травления в селективном травителе, концентрация треугольных ямок травления не превышает  $10^2 \text{ см}^{-2}$ ; 2) монокристаллы „солнечного“ кремния, на поверхности (111) которых, вследствие относительно большой концентрации фоновых примесей углерода ( $\sim 5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-3}$ ) и кислорода ( $\sim 1.8 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-3}$ ), были обнаружены дефекты в виде 4-угольных пирамидок (рис. 1), которые однотипно ориентированы, размером у основания пирамиды от 10 нм до 10 мкм.

В [5,6] показано, что в формировании кластеров, которым соответствуют 4-угольные пирамидальные ямки травления, могут принимать участие оксидные слои кремния, точечные дефекты, а также слои с различными структурными состояниями кремния, в частности  $\alpha$ -кремний.

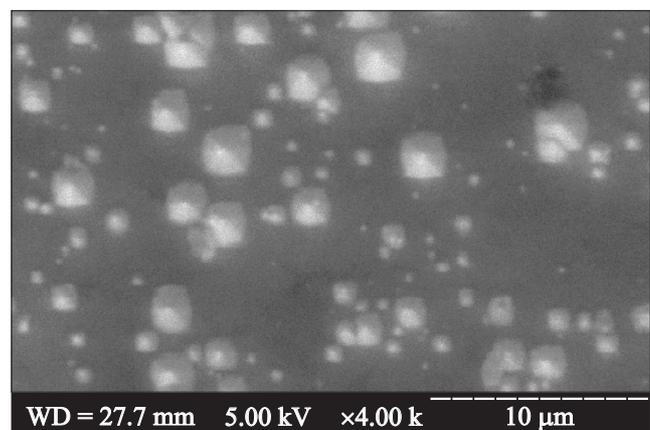


Рис. 1. Вид поверхности (111) кристаллов „солнечного“ кремния, сделанные с помощью растрового электронного микроскопа

<sup>†</sup> E-mail: lys\_r@ukr.net

Экспериментальные образцы после шлифовки и химической полировки имели размеры  $4 \times 3.7 \times 7.6$  мм. Омические контакты, в виде двух полос шириной 1.5 мм, на плоскостях (111) создавались напылением алюминия в вакууме ( $10^{-4}$  Па) на подогретый до 593 К образец в камере установки ВУП-5М с азотной ловушкой. При подготовке экспериментальных образцов особое внимание уделялось формированию торцов, которые должны быть строго плоскопараллельны. Это обеспечивает равномерное распределение нагрузки вдоль оси деформации.

Измерение электропроводности проводилось в вакуумном криостате при давлении остаточных газов порядка  $10^{-3}$  Па в процессе приложения одноосного сжатия к торцам (в направлении  $[11\bar{2}]$ ) силой от 15 до 40 МПа со скоростью деформации 8 или 32 мкм/мин. Облучали образцы полным спектром рентгеновского излучения: W-антикатод, 50 кВ, 10 мА.

### 3. Экспериментальные результаты и их обсуждение

Результаты исследований изменения механически стимулированной электропроводности, вдоль направления деформации, „бездислокационных“ образцов *p*-типа проводимости при действии одноосной нагрузки ( $\sigma$ ) представлены на рис. 2. Процесс деформации (сжим–разжим) во время эксперимента повторялся несколько раз, что схематически изображено на рис. 2, *a*. Увеличение нагрузки от нуля до 40 МПа (при скорости деформации 8 мкм/мин) длится 45 мин.

В процессе деформации сопротивление необлученных „бездислокационных“ образцов постепенно растет и достигает насыщения после четырех циклов „сжим–разжим“. Дальнейшие нагрузки не приводят к существенному увеличению сопротивления образцов.

Следует отметить, что для необлученных кристаллов изменение скорости деформации практически не влияет на общий вид зависимостей  $\rho(\sigma)$ .

Такие же зависимости были получены и для облученных образцов (рис. 3). После воздействия рентгеновского облучения наблюдался рост сопротивления, а сам характер зависимости  $\rho(\sigma)$  был несколько иным, чем для необлученных образцов.

Установлено, что действие рентгеновского облучения приводит к тому, что во время сжатия со скоростью 8 мкм/мин сопротивление практически не изменяется. Похожий вид имели зависимости, снятые и для образцов, облученных дозами 260 и 480 Гр. Это свойство может быть использовано в современных электронных приборах на основе кремния, при производстве которых используют одноосные деформации [7].

Увеличение скорости сжатия в 4 раза (от 8 до 32 мкм/мин) приводит к изменению характера зависимости удельного сопротивления от нагрузки (рис. 4).

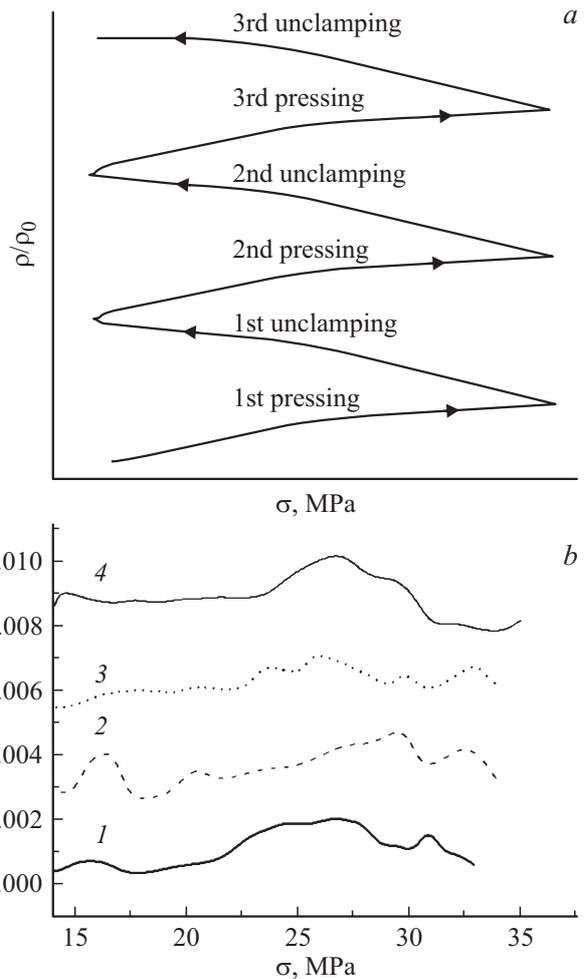


Рис. 2. *a* — зависимость продольного сопротивления исходного „бездислокационного“ образца при упругой деформации (схематическое изображение). *b* — зависимость продольного сопротивления исходного „бездислокационного“ образца при упругой деформации. Скорость деформации 8 мкм/мин (цифрами обозначен порядок сжатия).

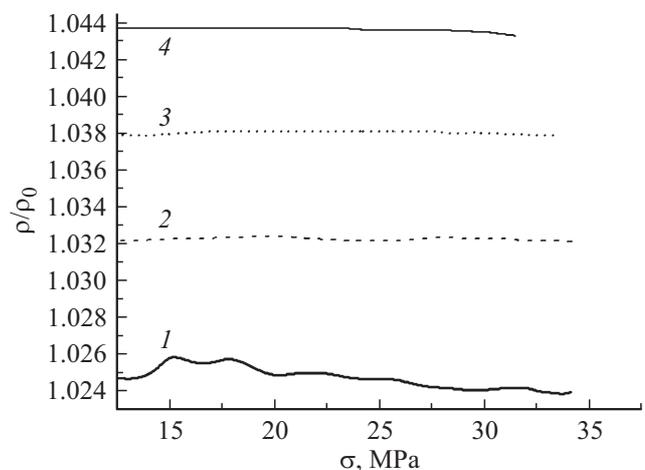
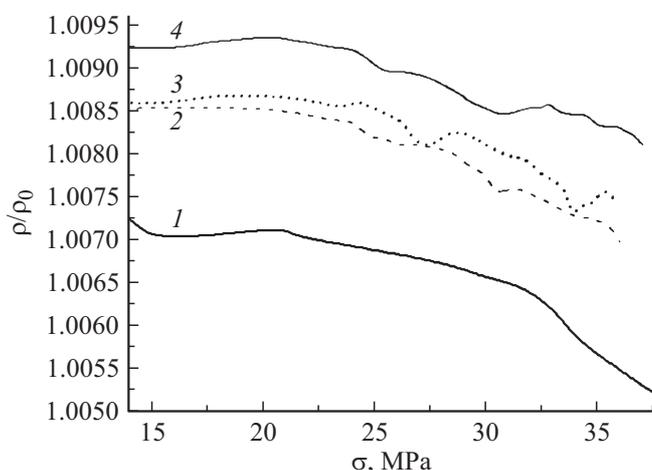


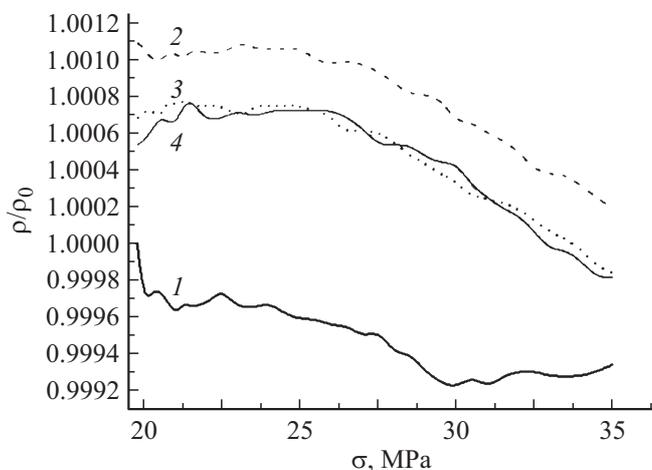
Рис. 3. Зависимость продольного сопротивления „бездислокационных“ образцов при упругой деформации с возрастающей силой сжатия (цифрами обозначен порядок сжатия).  $D = 130$  Гр, скорость сжатия 8 мкм/мин.

Наблюдается незначительное ( $< 0.2\%$ ) уменьшение сопротивления облученных образцов в процессе их сжатия, а при разжатии наблюдался более стремительный рост сопротивления по сравнению с необлученными кристаллами (рис. 2, *b*). Следует отметить, что все измерения изменений электропроводности проводились с достаточно высокой точностью ( $\pm 0.045\%$ ), чтобы можно было корректно анализировать малые изменения удельного сопротивления в процессе эксперимента.

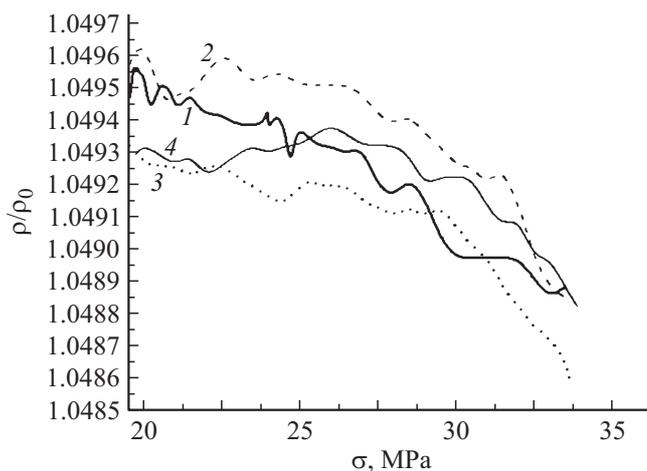
Стоит отметить, что зависимости, представленные на рис. 4, были получены через 7 дней после измерения изменений продольного сопротивления облученных ( $D = 130$  Гр) „бездислокационных“ образцов со скоростью деформации 8 мкм/мин (рис. 3). За данный временной диапазон сопротивление практически возвращалось к своему исходному значению, т.е. к величине



**Рис. 4.** Зависимость продольного сопротивления облученного „бездислокационного“ образца кремния при упругой деформации с возрастающей силой сжатия (цифрами обозначен порядок сжатия).  $D = 130$  Гр, скорость сжатия 32 мкм/мин.



**Рис. 5.** Зависимость продольного сопротивления „солнечного“ кремния при упругой деформации с возрастающей силой сжатия (цифрами обозначен порядок сжатия).  $D = 0$  Гр, скорость сжатия 32 мкм/мин.



**Рис. 6.** Зависимость продольного сопротивления „солнечного“ кремния при упругой деформации с возрастающей силой сжатия (цифрами обозначен порядок сжатия).  $D = 130$  Гр, скорость сжатия 8 мкм/мин.

сопротивления, которое было после облучения и до приложения механической нагрузки.

Такие же исследования по измерению сопротивления в зависимости от действия упругого сжатия и после воздействия облучения были проведены (рис. 5) и для экспериментальных образцов на базе „солнечного“ кремния  $p$ -типа проводимости, обладающих 4-угольными пирамидами на поверхности (111).

Прежде всего было установлено, что изменения сопротивления „солнечного“  $p$ -Si от величины механической нагрузки не зависят от скорости сжатия. Такие зависимости наблюдались как для необлученных, так и для облученных образцов. Величина продольного сопротивления, в отличие от таких же зависимостей для „электронного“ кремния, уменьшается на относительно малую величину ( $< 0.5\%$ ) при увеличении нагрузки. Рост сопротивления наблюдается только после первого разжима.

Дальнейшее увеличение дозы облучения экспериментальных образцов практически не влияет на общий вид изменения продольного сопротивления „солнечного“ кремния при упругой деформации (рис. 6). Удельное сопротивление уменьшается на ничтожно малую величину ( $\pm 0.1\%$ ).

Проанализировав все полученные зависимости, можно сделать вывод, что изменения электропроводности монокристаллов кремния („электронного“ и „солнечного“) в процессе упругой деформации обусловлены несколькими факторами. Выделим основные, которые могут влиять как на уменьшение, так и на увеличение сопротивления кристаллов  $p$ -Si при воздействии механических нагрузок.

**1. Процессы, которые приводят к росту сопротивления  $p$ -Si (процесс 1).** Постепенное и длительное увеличение сопротивления „электронного“ образца

(рис. 2, *a*) наблюдается между отдельными одинаковыми циклами деформации и в случае приостановки сжатия (в течение 1–2 ч). Это свидетельствует о диффузионных процессах в кристаллической решетке, в которых принимают участие точечные или небольшие скопления дефектов. Диффундируя, они захватывают основные носители заряда. Это приводит к уменьшению проводимости экспериментальных образцов.

Известно [8–11], что при одновременном воздействии электростатического поля (в нашем случае это измерение величины сопротивления) и механического напряжения, пробег и соответственно скорости движения дислокаций увеличиваются в 2–4 раза, а часы задержки начала движения дислокаций уменьшаются или исчезают.

Итак, в нашем случае для необлученных кристаллов, на базе „электронного“ кремния, рост сопротивления при увеличении (сжим) и уменьшении (разжим) нагрузки можно объяснить процессом движения дислокаций, которые захватывают на себя основные носители заряда. В упругодеформированной кристаллической решетке возникают силы, которые вызывают движение дефектов, их коагуляцию в кластеры и конденсацию на дислокациях [12]. Коагулируя в большие кластеры, в виде микропор, скоплений межузельного кремния и примесей, они являются центрами захвата основных носителей заряда. Накопление таких дефектов в приповерхностном слое кремния приводит к уменьшению его проводимости. Это хорошо коррелирует с литературными данными [8–11].

Кроме того, за счет геттерирования поверхностью (особенно под напыленными металлическими контактами) дефектов из объема полупроводника увеличивается их количество в приповерхностном слое кремния. Это соответственно также приводит к уменьшению подвижности основных носителей заряда (вследствие увеличения их рассеяния), а следовательно, и к увеличению сопротивления.

В процессе снятия нагрузки (разжим) сопротивление экспериментальных образцов продолжает расти. Это можно объяснить незначительным увеличением межатомного расстояния для Si, что вызывает ускорение диффузии дефектов к поверхности. Кроме того, в кремнии при воздействии нагрузки происходит также прогиб закрепленных на концах дислокаций. Возвращение в исходное положение (при разжиме) таких дислокационных полупетель прогиба также приводит к захвату ими заряда, который принимает участие в токопередаче.

Следовательно, изменение дефектной структуры приповерхностного слоя кристалла под воздействием упругой нагрузки влияет на изменение концентрации и подвижности носителей заряда, которые отвечают за электропроводность полупроводника.

**2. Процессы, которые приводят к уменьшению сопротивления *p*-Si (процесс 2).** Мы сделали предположение, что уменьшение сопротивления кристаллов кремния с увеличением нагрузки (рис. 4), возможно, связано с уменьшением продольной эффективной массы

тяжелых дырок [13] и соответствующим увеличением их подвижности при сжатии. Валентная зона *p*-Si является вырожденной, она имеет две ветви — энергии легких и тяжелых дырок, которые сливаются в центре зоны Бриллюэна, а также еще одну ветку, отщепленную вследствие спин-орбитального взаимодействия. Под действием деформации симметрия кристалла понижается и спектр электронов меняется. В этом случае полностью или частично снимается вырождение энергетического спектра [14]. Вершины валентной зоны легких и тяжелых дырок смещаются в противоположных направлениях. Итак, деформация кристаллической решетки *p*-Si может повлечь изменение структуры его энергетических зон, что в свою очередь приведет к изменению соотношения между концентрациями тяжелых и легких дырок. Такое смещение зон энергии легких и тяжелых дырок изменяет их концентрацию с сохранением полной концентрации дырок, но подобное перераспределение дырок изменяет электропроводность за счет различной подвижности тяжелых и легких дырок.

Итак, во время сжатия кристаллической решетки, как было сказано выше, может изменяться соотношение между тяжелыми и легкими дырками, уменьшение эффективной массы тяжелых дырок и, как следствие, соответствующий рост проводимости образцов.

Таким образом, процесс 1 приводит к увеличению величины сопротивления в поле действия механической нагрузки, а процесс 2 — к уменьшению.

Для необлученных „бездислокационных“ кристаллов при одноосном сжатии вклад в величину сопротивления процесса 1 более существенный, нежели вклад процесса 2. Поэтому сопротивление возрастает (рис. 2, *a*).

После предварительного (рис. 3) облучения характер зависимости  $\rho(\sigma)$  изменялся по отношению к необлученным образцам. Это может свидетельствовать о том, что вклад в величину сопротивления процессов 1 и 2 в облученных образцах сопоставим при увеличении нагрузки. Рост сопротивления за счет процесса 1 компенсируется его уменьшением за счет процесса 2. Действие радиации сопровождается образованием в кремнии точечных дефектов (межузельных атомов Si), которые играют роль стопоров для движения дислокаций. Это соответственно уменьшает роль процесса 1 в характере изменения сопротивления облученных кристаллов при механической нагрузке.

Следует заметить, что вклад процесса 1 в облученных „бездислокационных“ кристаллах *p*-Si является незначительным при сжатии. Что касается процесса 2, то он менее инерционный и непосредственно определяется скоростью механической деформации.

В процессе разжатия облученных „бездислокационных“ образцов (рис. 3, 4) наблюдался более стремительный рост сопротивления, по сравнению с необлученными кристаллами (рис. 2, *b*), т.е. при уменьшении нагрузки роль процесса 1 несколько больше, чем для исходных образцов.

Подобная зависимость сопротивления от механической нагрузки может иметь следующее объяснение: после рентгеновского облучения кристаллов  $p$ -Si, сжатие приводит к уменьшению скорости движения дислокаций, а процесс снятия нагрузки — к увеличению. Отметим, что до облучения скорость дислокаций не зависела от знака механической деформации.

Данные эффекты могут быть связаны с увеличением концентрации радиационных точечных дефектов за счет геттерирования их дислокациями в приповерхностном слое, под металлическими контактами. Различия в скоростях движения дислокаций связаны с наличием в образцах, после воздействия облучения, сильных внутренних упругих напряжений, обусловленных повышенной концентрацией точечных радиационных дефектов. В процессе воздействия механической нагрузки подобные напряжения приводят к изменению ширины запрещенной зоны кремния, что приводит к изменению заполненности акцепторных состояний дислокации. Как следствие, происходит изменение потенциального барьера, который обусловлен существованием вокруг дислокации пространственного заряда. Итак, в облученных образцах знак механической нагрузки влияет на изменение высоты потенциального электростатического барьера. Иными словами, рентгеновское облучение может влиять на зарядовое состояние дислокаций и точечных дефектов вокруг нее (облака Коттрелла). Полученные экспериментальные зависимости (рис. 3, а) хорошо согласуются с результатами работ [8–11], где были исследованы такие же эффекты, но при воздействии инфракрасного (ИК), ультрафиолетового (УФ) излучений и ультразвуковой обработки кристаллов кремния („оптическая память“).

Аналогичные зависимости наблюдаются и в образцах „электронного“ кремния, которые были изначально облученные, а затем подвергнуты воздействию одноосной нагрузки. Таким образом, действие рентгеновского облучения приводит к появлению в этих образцах эффекта „радиационной памяти“. Радиация (как ИК, УФ и лазерное облучение) может вызвать изменение зарядового состояния дислокаций и соответственно кулоновского взаимодействия с окружающими примесными атмосферами, что и вызывает появление в образцах „радиационной памяти“.

Относительно кристаллов „солнечного“ кремния, то можно предположить, что для данных экспериментальных образцов вклад процесса 2 является более существенным, чем вклад процесса 1 при увеличении механической нагрузки (рис. 5, 6). Таким образом для соответствующих кристаллов процесс движения дислокаций существенно затруднен. Дефекты, которые имеются в приповерхностной области и которым соответствуют 4-угольные пирамидки травления, являются стопорами для движения дислокаций, которые могут захватывать на себя основные носители заряда. Похожие эффекты мы наблюдали в предыдущих наших исследованиях [15], где исследовались предварительно пластически деформированные образцы кремния  $p$ -типа проводимости.

Кроме того, на фоне большой концентрации существующих поверхностных дефектов в кристаллах „солнечного“ кремния вклад в процессы токопереноса дополнительных дефектов, движущихся из объема кремния к поверхности, является несущественным. Это также приводит к уменьшению вклада процесса 1 в электропроводность упругодеформированного „солнечного“ кремния.

Действие радиации (рис. 6) дополнительно увеличивает концентрацию поверхностных дефектов в кристаллах „солнечного“ кремния. Поэтому вклад в процессы токопереноса дополнительных дефектов, которые вследствие геттерирования поверхностью двигаются из объема кремния, еще меньше, чем это было для необлученных кристаллов.

#### 4. Заключение

Предварительно облученные экспериментальные кристаллы  $p$ -Si („бездислокационные“ и на базе „солнечного“ кремния) слабо изменяют удельное сопротивление ( $\pm 0.2\%$ ) под влиянием одноосного сжатия (скорость деформации 8 мкм/мин), в пределах упругой деформации, вдоль направления [11 $\bar{2}$ ].

Установлено, что действие рентгеновского облучения приводит к появлению в „бездислокационных“ образцах эффекта „радиационной памяти“, т.е. радиация может вызвать изменение зарядового состояния дислокаций и соответственно кулоновского взаимодействия с окружающими примесными атмосферами.

В предварительно облученных „бездислокационных“ образцах  $p$ -Si сопротивление существенно зависит от скорости деформации. При малых скоростях нагрузки (8 мкм/мин) сопротивление возрастает при увеличении механической нагрузки; при высоких скоростях (32 мкм/мин) — несколько падает. Для кристаллов на базе „солнечного“ кремния  $p$ -типа проводимости зависимость сопротивления от механической нагрузки не зависит от скорости сжатия.

#### Список литературы

- [1] A. Houdayer, C. Lebel, C. Leroe, P. Roy, V. Linhart, S. Pospisil, B. Sopco, S. Courtemanche, M.C. Stafford. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res., **476**, 588 (2002).
- [2] Л.С. Берман, И.В. Грехов, Л.С. Костина, Е.И. Белякова, Е.Д. Ким, С.Ч. Ким. Письма ЖТФ, **1** (25), 75 (1999).
- [3] R. Chau, S. Datta, M. Doczy, B. Doyle, J. Kavalieros, M. Metz. IEEE Electron Dev. Lett., **25** (6), 408 (2004).
- [4] В.А. Макара, Л.П. Стебленко, В.В. Обуховский, Н.Я. Гордыко, В.В. Лемешко. ФТП, **42** (5), 854 (2000).
- [5] В.М. Бабич, Н.И. Блецкан, Е.Ф. Венгер. Кислород в монокристаллах кремния (К.: Итерпрес ЛТД, 1997) с. 240.
- [6] M. Strobel, K.-H. Heinig, W. Möller. Phys. Rev., **64**, 245 (2001).
- [7] А.В. Федосов, С.В. Лунев, С.А. Федосов, С.Я. Мисюк, А.М. Коровицкий. СЕМСТ, **1** (7), 65 (2010).

- [8] В.В. Красильников, В.Ф. Клепиков, С.Е. Савотченко А.А. Пархоменко. *Вопр. атомной науки и техн. Сер.: физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение*, **5**, 26 (2005).
- [9] И.В. Островский, Л.П. Стебленко, А.Б. Надточий. *ФТТ*, **42** (3), 478 (2000).
- [10] Л.П. Стебленко, С.М. Науменко, О.М. Криг, О.В. Руденко. *Вестн. киев. нац. ун-та им. Т. Шевченко. Сер. физ.-мат. наук*, **3**, 44 (2009).
- [11] В.О. Надточий. Автореф. канд. дис. (Харьков, ХНУ, 2006).
- [12] А.М. Косевич. *Теория кристаллической решетки* (Киев, Наук. думка, 1988) с. 304.
- [13] А.Е. Горин, Г.В. Громова, В.М. Ермаков, П.П. Когутюк, В.В. Коломоєц, П.Ф. Назарчук, Л.И. Панасюк, С.А. Федосов. *УФЖ*, **56** (9), 917 (2011).
- [14] Г.Л. Бир, Г.Е. Пикус. *Симметрия и деформационные эффекты в полупроводниках* (М., Наука, 1972) с. 584.
- [15] В. Pavlyk, R. Didyk, J. Shykorjak, M. Kushlyk, I. Chegil. *Electrical Engin.*, **61**, 171 (2010).

*Редактор Т.А. Полянская*

### **Characteristic properties of uniaxial reversible deformation of X-irradiated *p*-Si crystals**

*B.V. Pavlyk, R.M. Lys, R.I. Didyk, J.A. Shykorjak*

Ivan Franko National University of Lviv,  
Department of Electronics,  
79017 Lviv, Ukraine

**Abstract** Changes in conductivity of irradiated and exposed to room temperature single-crystal *p*-Si samples in the process of compressing and removing mechanical stress were investigated. It has been found that the radiation exposure is accompanied by the generation of point defects in silicon, these defects play the role of stopper for the movement of dislocations. „Radiation memory effect“ has been discovered in „electronic“ silicon crystals.