

УДК 621.315.592

ВЗАИМОСВЯЗЬ ДЕФЕКТНОЙ СТРУКТУРЫ И ПРОЧНОСТНЫХ СВОЙСТВ КРЕМНИЯ ПРИ РАЗЛИЧНЫХ МЕТОДАХ ПЛАСТИЧЕСКОГО ДЕФОРМИРОВАНИЯ

© 2019 г. А. Р. Велиханов*

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики имени Х.И. Амирханова Дагестанского научного центра Российской академии наук, Махачкала, Россия

*E-mail: art677@mail.ru

Поступила в редакцию 10.01.2019 г.

После доработки 13.05.2019 г.

Принята к публикации 27.06.2019 г.

Исследовано влияние комбинированной деформации на изменение пластических и прочностных характеристик кремния. Выявлено заметное увеличение пластичности в условиях комбинированной деформации по сравнению с традиционной горячей деформацией. Показано, что с ростом степени пластической деформации снижается микротвердость кремния. Подвижность дислокаций оказывает существенное влияние на прочностные характеристики монокристаллов кремния. Изучены поверхностные микроструктуры полученных деформированных образцов. Дано возможное объяснение наблюдаемым эффектам.

DOI: 10.1134/S0367676519100284

ВВЕДЕНИЕ

Использование кремния в качестве конструкционного материала, например, при изготовлении микромашин, сенсоров, микро- и наноэлектро-механических систем и других гибридных продуктов нанотехнологий, диктует необходимость детального исследования изменений его механических свойств, индуцируемых физическими полями природного и техногенного происхождения [1–3]. В процессе жизненного цикла полупроводниковых приборов материал подвергается различного рода механическим воздействиям (резка, шлифовка, полировка и т.д.), температурным, в результате которых, как правило, возрастает плотность дислокаций, что приводит также к изменению основных электрофизических характеристик полупроводниковых кристаллов и приборов на их основе [4]. Идея использования тепловых и электрических полей в управлении пластическими и прочностными свойствами кремния как особо хрупкого материала является весьма перспективной и привлекательной. В связи с этим в данной работе была предпринята попытка выяснить влияние дислокаций, возникающих в процессе пластической деформации сжатием при совместном действии высоких температур и постоянного электрического тока на изменение механических свойств монокристаллического кремния.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Исследуемые монокристаллы, легированные бором, обладали проводимостью p -типа с удель-

ным сопротивлением $7 \text{ Ом} \cdot \text{см}$. Для сжатия образцы готовились в виде столбиков размера $17 \times 9 \times 6 \text{ мм}$, ограниченных плоскостями $[111]$, $[110]$, $[112]$. Использовалась камера, в которой создавался вакуум $p = 1 \text{ Па}$ и деформировался образец. Деформация сжатием осуществлялась в вакууме вдоль направления $[110]$ с одновременным нагревом в печи и прохождением постоянного электрического тока через образец, со скоростью нагружения $0.05 \text{ МПа} \cdot \text{с}^{-1}$, при температуре $T = 750^\circ\text{C}$ в течение 30 мин. Плотность тока, проходящего через образец, составляла $j = 50 \text{ А} \cdot \text{см}^{-2}$, а падение напряжения $U = 3.5 \text{ В}$. Датчиком для записи величины механического напряжения служил тензодинамометр. Значение величины пластической деформации ϵ определялось с помощью механического микрометра, который фиксировал значение деформации в процессе сжатия образца кремния с точностью $\pm 1 \text{ мкм}$. Установка по ходу нагружения на образец позволяла в динамическом режиме одновременно записывать значения величины приложенного механического напряжения и величины пластической деформации. Данный метод назван нами комбинированной пластической деформацией (КПД). Прохождение постоянного тока обеспечивает взаимодействие направленного потока заряженных носителей (электроны, дырки) со структурными элементами пластической деформации (дислокациями) [5]. Для сравнения с данным методом деформирования образцы сжимались также и в условиях только внешнего нагрева в

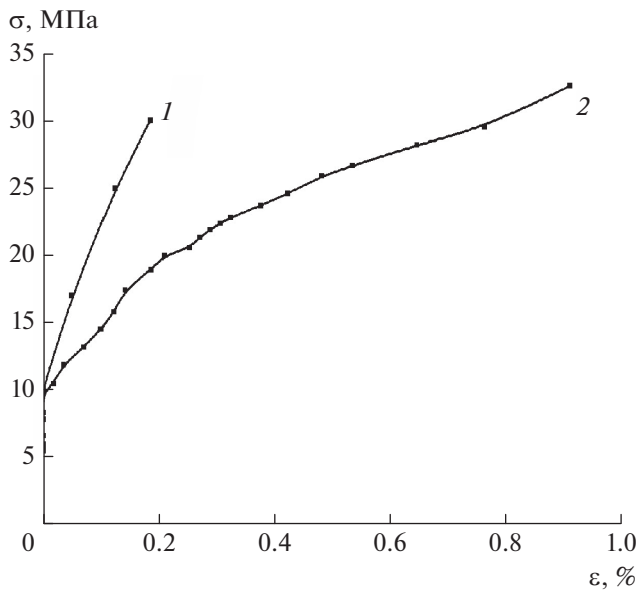


Рис. 1. Кривые сжатия монокристаллов кремния при различных методах деформирования и температуре 750°C: 1 – ГПД, 2 – КПД.

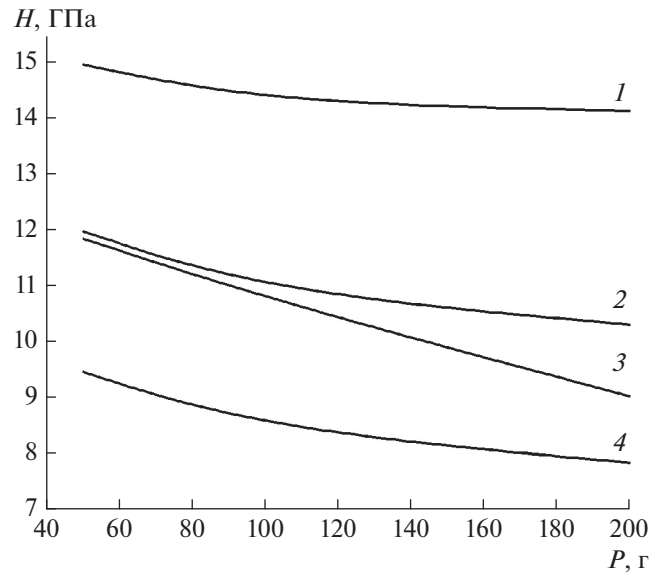


Рис. 2. Зависимость микротвердости H от нагрузки P для недеформированных (1) и деформированных на 1.2 (2); 0.3 (3) и 1.9% (4) образцов кремния.

печи сопротивления. Данный метод деформирования назван горячей пластической деформацией (ГПД). Поскольку дефектно-примесный состав оказывает существенное влияние на механические свойства кремния [6–9], то в данной работе после выявления преимуществ КПД перед ГПД целью дополнительного исследования являлось выяснение влияния дислокаций, вводимых КПД, на микротвердость кремния. Микротвердость H измерялась на приборе ПМТ-3 с алмазной пирамидкой. Нагрузки на индентор составляли от 50 до 200 г. Измерения микротвердости во всех случаях проводились 5–10 раз по всей поверхности образца, и результаты усреднялись. Микрохрупкость материала оценивали по пятибалльной шкале согласно методике [10]. При этом использовались статистические методы обработки результатов измерений. Каждому наносимому отпечатку присваивался свой балл хрупкости, который определялся по условной шкале, учитывающей число трещин у отпечатка и характер их развития. Средний балл хрупкости Z_p исследуемого материала рассчитывали по формуле $Z_p = \sum_{i=0}^5 in_i$, где n_i – относительное количество отпечатков, имеющих балл хрупкости $i = (0, 1, 2, 3, 4, 5)$.

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА

На рис. 1 приведена зависимость механического напряжения σ от степени пластической деформации ϵ . Данная диаграмма получена в динамическом режиме деформирования. В ранней работе [11] были изучены кривые сжатия, полученные при

исследовании различно ориентированных монокристаллов кремния. Испытания проводились в условиях ГПД, при температурах от 20 до 900°C. Метод ГПД, использованный в данной работе, показал, что при равных с КПД величинах температуры и давления для кремния практически невозможно добиться заметной величины пластической деформации (рис. 1). Кроме того, метод комбинированной пластической деформации, в отличие от традиционного метода горячей пластической деформации, позволяет понижать температуру деформирования (до $0.5T_{пл}$), стартовые напряжения, верхний предел текучести и повышать общую величину пластичности (рис. 1). Из сравнения приведенных на рис. 1 кривых видно, что при достижении степени деформации $\epsilon = 0.2\%$ приложенное механическое напряжение у КПД оказывается почти в 2 раза меньше, чем у ГПД. Для обоих методов, в случае равенства приложенного механического напряжения, равного 30 МПа, достигнутая величина степени пластического деформирования в условиях КПД превысила величину степени пластического деформирования в условиях с ГПД почти в 5 раз (рис. 1).

На рис. 2 представлены зависимости микротвердости исследованных образцов от нагрузки на индентор. Зависимости на рис. 2 показывают, что КПД приводит к снижению микротвердости кремния, существенным образом изменяя значения H образцов во всем диапазоне значений степеней деформации при наибольших нагрузках. При малых (50 г) нагрузках микротвердость уменьшалась на 20–35%, а при больших (200 г) ее изменения уже составляли 35–45%. Таким обра-

зом, КПД приводит к снижению поверхностного упрочнения, но значения микротвердости для всех значений степеней деформации (0.3–1.9%) при наибольшей нагрузке (200 г) постепенно выравниваются. Наименьшая величина H наблюдается при наибольшей величине степени деформации (1.9%) во всем диапазоне нагрузок (кривая 4). Наибольшей микротвердостью при тех же нагрузках из всех деформированных образцов обладали монокристаллы кремния с деформацией $\epsilon = 1.2\%$ (кривая 2).

При увеличении нагрузки увеличивалась и микрохрупкость всех исследованных образцов. Кремний со степенью деформации 1.9% обладает несколько большей микрохрупкостью по сравнению с деформированным кремнием на 1.2 и 0.3% при нагрузках 100 г (см. табл. 1). При самых больших нагрузках (200 г) различия исчезают. Доля разрушенных отпечатков при 200 г в образце со степенью деформации 1.9% достигала максимального значения по сравнению с другими образцами. Наибольшая микротвердость, наблюдаемая в кремнии со степенью деформации 1.2% при нагрузках 50 г, обусловлена дислокациями. Генерируемые в таком образце дислокации с определенной плотностью, взаимодействуя на начальном этапе друг с другом и с примесными атомами бора, повышают прочность кристалла.

Рисунок 3 демонстрирует дислокационные структуры образцов монокристаллов кремния, полученные в условиях влияния различных методов деформирования. В условиях КПД в результате одновременного скольжения по различным системам кристаллографических плоскостей происходит пересечение краевых и винтовых дислокаций с другими дислокациями, что приводит к образованию вакансий и их скоплений. В результате уменьшения плотности дислокаций уменьшается и микротвердость кристаллов. С ростом степени деформации вакансии, соединяясь друг с другом, могут аннигилировать или адсорбироваться на дислокациях противоположных знаков в плоскости скольжения. Недосыщение вакансиями может являться причиной переползания дислокаций, которые при таком процессе становятся геликоидальными [12].

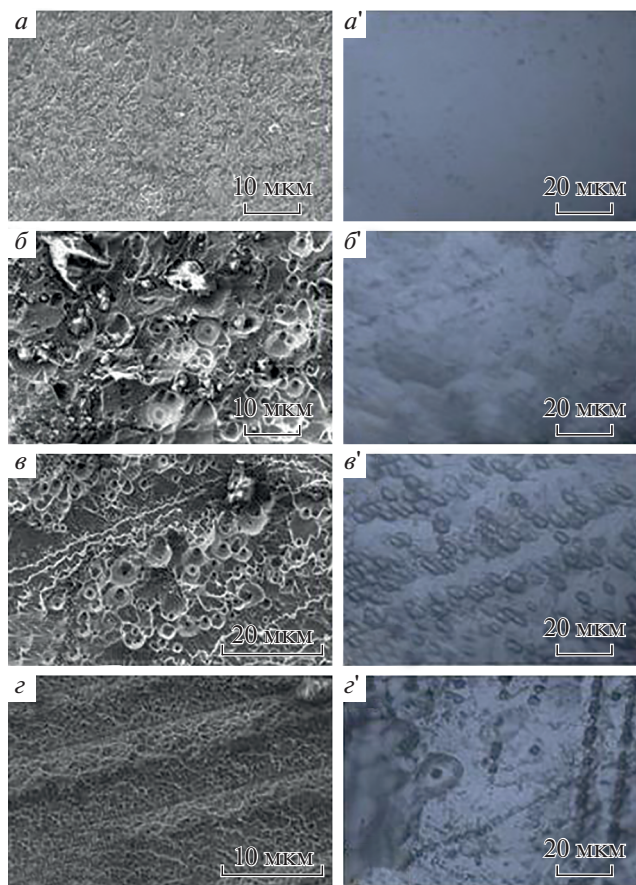


Рис. 3. Дислокационные структуры образцов монокристаллов кремния, полученные в условиях влияния различных методов деформирования (*а, б, в, з*, — сканирующая электронная микроскопия; *а', б', в', з'*, — оптическая металлография): *а, а'* — недеформированный образец; КПД (*б, б'* — степень деформации $\epsilon = 0.3\%$; *в, в'* — степень деформации $\epsilon = 1.2\%$; *з, з'* — степень деформации $\epsilon = 1.9\%$).

Атомы примеси бора при деформации равной 0.3% (рис. 3б, 3б') могут захватываться вакансиями, что приводит, по всей вероятности, к уменьшению их числа по сравнению с деформацией кремния на 1.2%. В случае деформации, равной 1.2%, в кристалле кремния одновременно идет интенсивное скольжение и пересечение различных типов дислокаций, приводящее к возникновению вакансий, и захватывание ими примесей

Таблица 1. Микрохрупкость кремния, подвергнутого КП

№	Степень деформации образца, %	Балл микрохрупкости при различных нагрузках, отн. ед.			Доля разрушений отпечатков для нагрузок 100 г/200 г, %
		50 г	100 г	200 г	
1	0 (исх. обр)	1	2.83	4.33	—/50
2	0.3	1.67	2	4.2	—/50
3	1.2	3.3	3.5	4	—/20
4	1.9	0.5	3.67	4.5	33.3/66.7

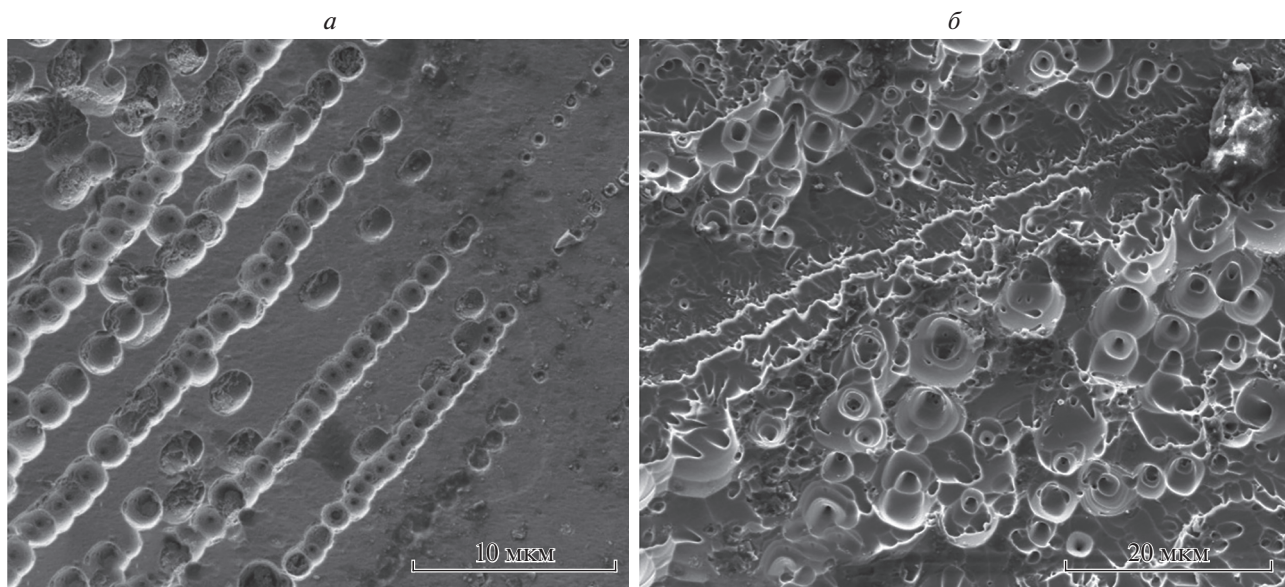


Рис. 4. Дислокационные структуры образцов монокристаллов кремния, полученные в условиях влияния различных методов деформирования: *a* – ГПД; *б* – КПД.

атомов бора, приводящее к частичному их исчезновению. При такой концентрации вакансий дислокации переползают и становятся геликоидальными, как и при деформации 0.3%. (рис. 3б, 3б'), но плотность таких дислокаций значительно выше (рис. 3в, 3в'). Переползание дислокаций, по всей вероятности, является причиной уменьшения микротвердости обоих образцов по сравнению с недеформированным образцом (рис. 3а, 3а'). Еще при более высоких деформациях 1.9% значительный рост вакансий за счет увеличения числа плоскостей скольжения дислокаций приводит к тому, что вакансии помимо захвата примесных атомов, соединяясь друг с другом, начинают адсорбироваться на поверхностях и на дислокациях (рис. 3г, 3г'). Приток вакансий вызывает переползание дислокаций, которое происходит, как правило, перпендикулярно плоскости ее скольжения [13]. Этот факт также можно связать с еще большим снижением микротвердости кремния. В сравнительном плане генерируемые при КПД дислокации имеют более упорядоченную и однородно ориентируемую структуру, в отличие от структур, получаемых в условиях ГПД (рис. 4).

Таким образом, метод КПД, в отличие от метода ГПД при равных величинах температуры и давления, вносит наибольший вклад в увеличение пластичности кремния. Показано, что с ростом степени КПД снижается микротвердость монокристаллов кремния. Эффект разупрочнения монокристаллов кремния, подвергнутых КПД, вероятнее всего, обусловлен увеличением подвижности дислокаций.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Criffin P.B., Plummer J.D., Deal M.D.* // Silicon VLSI technology: fundamentals, practice, and modeling. New York: Prentice Hall, 2000. 817 p.
2. *Nalwa H.S.* // Silicon based materials and devices. New York: Academic press, 2001. 610 p.
3. *Дмитриевский А.А., Ефремова Н.Ю., Занин А.П., Ловцов А.Р.* // Поверхность. Рентген. синхротр. и нейтрон. исслед. 2012. № 4. С. 81.
4. *Адарчин С.А., Косушкин В.Г., Бережанский И.Р. и др.* // Сб. науч. ст. 3-й междунар. науч.-практ. конф. "Физ. и техн. наноматер. и структур". (Курск, 2017). С. 170.
5. *Баранов Ю.В., Троицкий О.А., Аврамов Ю.С., Шляпин А.Д.* Физ. основы электроимп. и электростат. обработок и новые материалы, М.: МГИУ, 2001. С. 10.
6. *Sueoko K., Akatsuka M., Katahama H., Adachi N.* // Jap. J. Appl. Phys. Pt. 2. 1997. V. 36. № 12A. P. 7095.
7. *Головин Ю.И., Дмитриевский А.А., Пушкин И.А., Сучкова Н.Ю.* // ФТТ. 2004. Т. 46. № 10. С. 1791.
8. *Бринкевич Д.И., Вабищевич С.А., Просолович В.С., Явид В.Ю.* // Персп. матер. 2007. № 1. С. 32.
9. *Чирадзе Г.А., Герасимов А.Б.* // Междунар. ж. прикл. и фундам. исслед. 2013. № 11. С. 56.
10. *Концевой Ю.А., Литвинов Ю.М., Фаттахов Э.А.* // Пластичность и прочность полупровод. материалов и структур. М.: Радио и связь. 1982. 240 с.
11. *Говорков В.Г.* // Кристаллография. 1961. Т. 5. № 6. С. 789.
12. *Амелинкс С.* // Методы прямого наблюдения дислокаций. М.: Мир, 1968. С. 61.
13. *Случинская И.А.* // Осн. материаловед. и технологии полупроводников. М.: Мир, 2002. С. 86.