第 22 卷 第 9 期
1966 年 9 月

物 理 学 报
ACTA PHYSICA SINICA

Vol. 22, No. 9
Sept., 1966

硅中位错增殖的实验观察*

刘振茂　王贵华　洪　晶　叶以正

提　　要

用化学侵蚀法研究了在机械应力和热应力作用下硅中位错的增殖和非均匀成核. 结果表明,在使位错增殖和成核作用上,热应力同机械应力是等效的. 硅中小角晶界中的位错,原生孤立位错都能成为位错源;晶体内部的缺陷及表面蚀斑处的应力集中能够引起位错成核;硅中螺型位错能够通过交叉滑移机制发生增殖. 对新生位错环空间分布的研究表明, Frank-Read 机制可能是位错增殖的主要形式.

位错能否发生增殖,主要决定于位错源所受分切应力的数值、晶体温度、位错本身的结构特点以及钉扎情况等.

一、引　　言

晶体能够在比理论强度低得多的极限应力下迅速地连续发生范性形变，这是由于晶体中位错的运动与增殖，以及晶体中存在其它缺陷使位错不断成核的结果[1]. 在一定条件下，位错能够通过 Frank-Read 机制、Bardeen-Herring 机制和交叉滑移机制等发生增殖. Dash 曾观察到按 Frank-Read 机制发生增殖的位错及增殖的位错分布图形[2]; 新近在半导体锗及硅上又进行深入细致的观察[3-5]. 用电子显微镜曾观察到 Bardeen-Herring 源及增殖的位错图形[6-8]. 运动的螺型位错的交叉滑移也曾在很多晶体上观察到[9,10]. 作为位错源的位错线段,可能是在晶体生长时生成的,即原生位错. 这些位错可能是分布紊乱的孤立位错,或是规则网络中的位错;也可能是在晶体生成后,由于特殊的要求,用一定的方法,如印压、弯曲、扭转等向晶体内引入的新位错. 晶体表面上的棱边、台阶和晶体内的缺陷(杂质团、小粒子和空洞等等),都是能产生应力集中之处,当晶体受外力作用时,在该处能够引起位错的不断成核,位错不断地从这里运动出去,产生大量的位错[10-14].

研究半导体中位错的产生及增殖，不仅有助于了解半导体晶体以及一般晶体的范性性质，而且在半导体技术上有重要意义. 半导体中位错本身的电学特性以及它对半导体晶体的物理性质及器件特性的影响,已是众所周知的. 晶体中位错密度太大,或在晶体中局部区域内位错过于集中，这种材料或这局部区域的材料就不适于制造器件. 但是一直到目前为止，还沒有一种有效的方法能在晶体生长过程中完全防止位错的产生和增殖. 特别是在无坩埚法生长硅晶体时，降低大直径单晶中的位错密度更是困难. 在用其他方法生长晶体时,降低位错密度也是一个重要问题. 目前,在半导体晶体生长和半导体器件的制造过程中,总是设法避免位错的产生和增殖;但这并不排斥为了某些特殊的要求而利用半导体中位错的特点的可能，甚至需要人为地引入位错或使原有位错增殖. 从这两方

* 1966 年 1 月 9 日收到.

面考虑，都要求我们研究位错的产生与增殖，以及产生和增殖的条件.

目前，关于硅、锗中位错增殖与成核虽有较好的工作，但对增殖和成核源的种类，以及源增殖和成核条件还研究得不够. 已有的研究方法往往限于机械应力作用，很少涉及热应力，而半导体工艺中所常遇到的恰恰是热应力. 我们对硅中的位错源，位错增殖与成核，做了初步的实验观察. 同时研究了热应力作用下发生增殖与成核的位错源. 初步讨论了位错增殖与成核的条件，以及位错成核的原因和增殖的机制.

二、实验方法与結果

弯曲形变产生的机械应力和淬火引起的热应力，都能使硅中位错发生运动及增殖. 我们观察了在机械应力和热应力作用下，几种位错增殖与成核的典型情况.

1. 机械应力

我们采用 5—20 欧姆·厘米的 p 型硅单晶；样品的尺寸为 1.5 × 1.5 × 15（—20）毫米^3；位错密度为 10^2—5×10^2 厘米$^{-2}$. 样品结晶学取向及弯曲形变受力情况如图 1 所示. 采用三点弯曲形变，便于我们在一个样品上研究应力与发生增殖的关系. 样品放入形变炉中，温度约以 30℃/分的平均速度上升，使温度达到并稳定在形变的温度(700—1000℃)上. 由于温度稳定，样品中将无热应力. 对于几何尺寸一定的样品、一定的结晶学取向和形变温度，选取使位错源刚刚能开动的外加负载值（或略大于此值）；同时，再选择使位错源仅能发射出少量位错线（或位错环）的外加负载的作用时间. 形变后，打开炉盖，使样品较快地自然冷却，以避免在除掉负载后在高温下位错结构的组态发生变化. 温度约以 60℃/分的平均速度下降，使样品冷却到 650℃，拿出炉外，进行侵蚀观察. 在弯曲形变样品中，观察到的位错增殖与成核的情况分述如下.

（1）晶界中位错增殖

弯曲形变样品中有小角度倾斜晶界，晶界平面$(1\bar{1}0)$与观察面(111)垂直；晶界中位错线与观察面成 70°32′ 角. 经过侵蚀[1]，把晶界位置确定下来，再做三点弯曲形变. 在 700—1000℃ 的温度范围内，都曾观察到晶界中位错在分切应力作用下发生增殖. 其典型情况如图 2 所示. 图中大蚀斑列标示晶界中位错在形变前的位置，在大蚀斑两侧与其垂直的小蚀斑列标示新增殖出来的位错. 图 3 是一个晶界中少数几个位错发生增殖的情况. 此图是样品形变后，经过侵蚀、抛光和再侵蚀后拍摄的. 图中三角形白色蚀斑是第一次侵蚀蚀斑经过抛光后获得的抛光蚀斑；它旁边的黑色蚀斑是再侵蚀时获得的侵蚀蚀斑. 每一个新生位错列与晶界中一个位错对应. 图 4 也是一个晶界中位错的增殖. 形变前，样品经过侵蚀，观察到晶界，而后将蚀斑磨去，并抛光，再做弯曲形变. 大部分晶界的位错发生增殖，新增殖出来的位错数目各不相同.

用交替抛光、侵蚀的方法，对新增殖位错的空间结构进行了研究. 图 2 中一段晶界经过 12 次抛光、侵蚀，其中三次结果示于图 5 中. 在抛光、侵蚀的过程中，新增殖出来的位错逐渐全被抛掉（图 5(a)及(b)），而仅留下距晶界原始位置最远的一些位错[图 5(c)]，并在其后的抛光、侵蚀过程中，其蚀斑逐渐向晶界原始位置处移动，最后进入晶界内. 根据

1) 侵蚀剂 $HF:HNO_3:CH_3COOH = 15:15:27$.

交替侵蚀、抛光的结果，此种新增殖位错的空间结构如图 6 所示．我们还研究了图 3 所示的晶界中位错和新增殖位错的空间结构．在多次交替抛光、侵蚀过程中，新增殖出来的位错蚀斑，每次都成对地逐渐消失；而与此位错列相对应的晶界中，位错蚀斑每次都重复出现，表明晶界中位错仍在原始位置上．

(2) 晶体中原生位错的增殖

样品经过三点弯曲形变之后，观察到晶体中原生位错发生增殖．其典型情况如图 7 所示．图中位错列中心大蚀斑，标示形变前原生位错在表面上的露头点，说明这里有一个原生位错．图 8 是弯曲形变样品中单个位错增殖情况的放大照片．图 8 (a)和(b)是经过两次抛光、三次侵蚀后获得的结果．图 8 (a) 中发生增殖的位错在表面上有露头点，因它有大的(与新增殖的位错比较)抛光蚀斑和与此蚀斑对应的位错；图 8 (b)中的原生位错没有露头点，但在抛光、侵蚀过程中增多一个蚀斑 (如箭头所指)，标示有一个位错出现．图 8 (c) 是没有侵蚀的样品经过弯曲形变之后观察到的位错列．原生位错和新增殖出来的位错，从蚀斑的分布来判断，他们是在同一滑移面内．同样用交替抛光、侵蚀的方法研究它们的空间结构．新生的位错分布在极薄的一个表面层内，都是平底的与表面相交的位错半环；逐次抛光、侵蚀，最后仅留下一个位错，而留下的原生位错常常离开它的新生位错的滑移面．图 9 是一个简单的特例，它是四次侵蚀中的三次结果．图 9 (a)以前的蚀斑数不变；图 9 (b)中蚀斑消失一个，一个变白；图 9 (c) 中新生位错蚀斑消失，表明新生位错全部抛去．它的位错结构的示意图如图 9 (d)．

实验中观察到，分散的单个位错比晶界中的位错较难发生滑移．在图 2，3 中，单个孤立位错与晶界中位错比较，在几乎相同的、甚至在较高的分切应力条件下，还不发生增殖．单个孤立原生位错，与晶界中位错一样，不是全部的位错在同一条件下都能发生增殖的，这可能与位错本身结构有关．

我们还观察到运动位错受阻时，位错线发生弯曲的现象．如图 10 所示．从图中看出，运动位错被穿过它所在滑移面{111}的位错所阻挡，而发生弯曲的．

(3) 新引入位错半环的增殖

印压花结经抛光得到的单个位错半环，是新引入的位错．样品经受弯曲形变，使位错半环运动与长大，并产生新的半环．从表面的位错结构来看，最普遍的形式如图 11 (a) 所示．箭头所指之两蚀斑标示原始位错半环位置．多次交替抛光、侵蚀研究其空间结构．图 11 (a), (b), (c), (d)及(e)是八次侵蚀过程中五次结果．从图 11 (a)和(b)看出，在原始半环两个蚀斑之间的区域内，出现不规则的蚀斑分布，蚀斑大小和蚀斑形状也不一致．图 11 (c) 是表面下 17 微米处的情况，原始半环两蚀斑之间的不规则蚀斑几乎全部消失．在其以后的侵蚀过程中，原始半环两蚀斑外的蚀斑成对的消失，如图 11 (d)和 (e)[1] 所示，由于接近位错半环的底部，蚀斑带有长“尾”，同一半环上两蚀斑的长“尾”互相接近．当侵蚀到表面下大约 35 微米时，位错半环全部消失．从图 11 (a) 测出，最大半环的长度 (直径)约为 245 微米，则半环的长和进入晶体内的深度之比约为 7:1．可见这些半环是分布在表面下很浅的一层内，并且是些扁半环．

1) 这两张图所示蚀斑是用 Dash 侵蚀液侵蚀的．

(4) 交叉滑移

在实验中观察到如图 12 所示的位错增殖形式. 原生位错的增殖是产生在孤立原生位错的附近. 靠近原生位错,蚀斑列内的蚀斑数目多,离它越远,数目越少. 图 13 是一组多次抛光侵蚀的结果. 在抛光侵蚀过程中,每列中的蚀斑都成对地消失,并且距原生位错愈远的位错进入晶体内愈深. 这种位错增殖形式是位错的交叉滑移的结果.

(5) 内部成核源

样品经过弯曲形变,观察位错增殖时发现,当逐层抛光、侵蚀下去时,发现了同上述情况不同的位错增殖. 在样品的表面上,看不出任何足以成为位错源的东西;而在晶体内部观察到了如图 14 所示的一些位错蚀斑对和蚀斑列. 在它们的中心,有一个不规则的"破碎"蚀斑. 经过轻微的抛光再侵蚀时,"破碎"蚀斑就消失. 在其后的抛光、侵蚀时,位错蚀斑成对的消失. 这表明,蚀斑对和蚀斑列代表着单个位错环和位错环组. 图 15 是一组位错环列多次侵蚀的结果,它的示意图如图 15 (e)所示. 由于在形变前的观察中,从未观察到这样的位错环和位错环组,则知它们是新增殖出来的. "破碎"蚀斑就表征着能够产生位错的内部成核源. 称它为成核,因为这里的"破碎"蚀斑不是一般的位错蚀斑,它不代表一个位错,所以不是位错增殖,而是位错成核(或称非均匀成核).

2. 热应力

我们采用淬火的方法在样品内部产生热应力. 各种尺寸和结晶学取向不同的样品,经过研磨、抛光除掉损伤层后,做淬火实验. 实验装置的示意图如图 16 所示. 加热炉是一个立置的硅碳棒炉. 从炉子侧壁的小孔把样品送入炉中. 支撑样品的是一个管口磨去半边的石英管. 样品自室温约经过 2 小时加热到 1350℃,待温度稳定几分钟后,转动石英管,使样品自由下落到一定温度的介质中,使其淬火. 使用的淬火介质为室温下的硅油、水、空气,以及 850℃ 下的空气. 淬火的样品,经过清洁处理,氢氟酸浸泡之后,再进行侵蚀,以观察新增殖的位错.

(1) 位错产生和增殖与淬火介质的关系

同样(或相近)尺寸的样品,自同一高温淬火,由于介质不同,新增殖的位错密度按室温下的水、油、空气以及 850℃ 下空气的淬火介质顺序下降. 新生位错在分布上也有不同. 在厚度较小的样品中,在水中淬火易获得尺寸小的位错环列;而在油中,特别是在空气中淬火,易获得尺寸较大的位错环列. 在 850℃ 下空气中淬火,新产生的位错是杂乱无章的,与原生位错分布相似.

(2) 位错的产生和增殖与淬火样品尺寸的关系

每种淬火介质,都有使位错发生增殖的尺寸条件. 其数值范围因淬火介质不同而异. 如在室温水中,当样品尺寸为 0.85 × 1.93 × 2.83 毫米^3 时,在室温空气中,尺寸为 2.23 × 3.75 × 7.63 毫米^3 时,几乎不发生位错增殖. 在室温水中,当样品尺寸大于 2.24 × 3.66 × 7.70 毫米^3 时,产生大量的滑移,并有裂缝或发生碎裂. 这种情况与在机械应力作用下需要一定数值的应力才能使位错运动,或机械应力达到某一数值时样品断裂的情况相对应。

(3) 热应力作用下位错源的观察

除未做带有晶界的样品的淬火实验外,在机械应力部分所述之位错源在这里都曾观察到,并且其增殖情况相近. 图 17 (a)是原生位错的增殖;图 17 (b) 是交叉滑移增殖; 图

17 (c)是内部成核源的位错成核.

三、分析与討論

我们的实验结果表明,外加力引起的机械应力，以及由于淬火引起的热应力，在使位错发生运动与增殖上,其作用是等效的. 但是由于外加的机械力便于控制，计算简单，则在实验中主要地是使用外加机械力的方法. 对于机械应力，我们从定性和定量两个方面去分析和讨论实验结果;对于热应力,由于计算复杂,仅定性地讨论实验结果.

1. 增殖与成核条件

除位错成核外,很明显,新产生的位错总是和晶体中已有的位错相连系的. 位错是否发生增殖,除了与它们本身的特点、晶体所处的温度、加负载的时间等因素有关外,更主要地是决定于位错所受到的分切应力大小. 实验结果表明，各种位错发生增殖的平均分切应力与温度有一定的关系,即随温度升高,其分切应力数值略有降低. 如小角度晶界中位错,在 750℃ 时，发生增殖的临界分切应力约为 2—2.5 千克/毫米^2; 而在 900℃ 时，约为 1.5—2.0 千克/毫米^2. 对原生位错，发生增殖的分切应力与温度的关系与晶界的情况相似;但其分切应力变化范围更大些,而且其数值稍高,如在 900℃，其范围大约为 2.0—3.0 千克/毫米^2. 这可能与孤立位错受杂质作用较强[15] 有关. 交叉滑移和内部源的增殖条件与原生位错的增殖条件相近. 但是新引入的位错半环的增殖，通常需要的分切应力数值要大些,有时在同一形变条件下,其所需应力比原生位错等大一倍.

根据 Peason[16] 和 Sylwestrowitz[17]对硅晶须、硅晶体的力学性质的研究结果知道,在空气中加热所产生的氧化层对晶体的力学性质无显著影响;在我们的实验中,新增殖出来的位错分布在很薄的表面层内;因此，仅考虑晶体受到纯机械应力作用，并且根据表面层上最大弯矩来计算使位错发生增殖的分切应力数值是较好的近似. 在淬火的实验中，热应力使位错源发生增殖,但其切应力数值,由于其应力分布比较复杂,不能简单的估计出来,但定性地考虑,即从它们使位错发生增殖的作用上考虑,热应力也能使硅中在机械应力作用下观察到的源开动. 因此机械应力和热应力在使位错增殖的作用上是等效的.

2. 位错增殖与晶体的范性形变

晶体的范性形变是由于晶体中位错的运动，位错源发生位错增殖的结果. 位错源发生增殖的特点直接与晶体的范性形变特点有关. 对硅晶体中位错源的观察，使我们对硅的范性特点有了进一步的认识. 在晶体的力学性质实验中，是从位错的统计的平均作用来分析;如果直接地与单个位错源的位错增殖过程，增殖的特点连系起来，会更好的帮助我们了解晶体的范性形变过程.

在硅样品的弯曲形变实验中，要观察到发生增殖的位错源，需要一定的加负载的时间;温度越高,加负载所需之时间越短;加负载时间越长(在一定的数值内),发生增殖的位错源数量增多. 这表明位错源的开动包括热激发作用[18]. 热激发所需要的时间，称为弛豫时间,这与 Ge 和 Si 范性形变实验中出现弛豫时间的现象是一致的[18,20].

实验中观察到,在一定的形变时间内，观察到每一个发生增殖的位错源，常是产生一列位错,形成一个滑移带(如图 3，7 等),而且滑移带中位错可达到较低的应力区域内; 经过轻微形变的晶体,即有位错源发生增殖,再在同样,甚至更低些的应力条件下,很容易弯

曲形变. 从这样的一些事实可以推想出，使原生位错发生增殖所需的应力，较使位错运动，使已发生增殖的位错源继续开动所需之应力为高. 这与 Cottrel 的位错钉扎的理论相符.

从原生位错发生增殖，产生滑移带的直接观察，说明原生位错参与晶体的范性形变，特别是通过交叉滑移使晶体范性形变更易进行. 这种情况与 Sylwestrowitz 认为晶体中原生位错与晶体范性无关的结论不同. 当然，晶体中其它位错源也对晶体的范性形变有作用，如晶体内的位错成核等.

晶界中位错能够在 $0.348b^2\mu/2\pi(1-\nu)h$ 的力作用下，被推出晶界[15]. 这力与晶界中位错线密度，或倾斜角度 θ 成正比. 在实际晶体中总有杂质原子存在，因此实际上从晶界中推出位错所需的作用力与晶界中位错被钉扎的情况有关. 对于孤立原生位错也同样. 在有杂质的晶体中，使单个孤立位错移动，比移动晶界中位错要困难；因此在我们的实验中观察到单个孤立位错源的开动增殖比晶界中位错困难. 这也表明，晶体中有小角度倾斜晶界，在适当的条件下，能够使晶体的强度降低.

3. 增殖机制

根据我们的实验观察以及对增殖位错的空间结构的分析，对位错源发生增殖的机制做如下的分析.

(1) 应力集中引起的位错成核

图 2 中，晶体在形变之前，晶界中位错以蚀斑标示出来；由于侵蚀剂对位错的优先侵蚀作用，则形成一个尖底的蚀斑. 在外加力作用下，位错线移开蚀斑所在的位置，而尖底蚀斑的地方则是应力集中之处，使新位错在这里不断成核，长大，连续的向外发射、扩展，形成两端与表面相交的位错半环列. 图 6 就是此种位错增殖的示意图. 在我们的弯曲形变样品的结晶学取向条件下，有两个{111}面上的〈110〉方向受分切应力的情况相同，则有可能引起两个滑移系同时开动，所以能够观察到交叉的两个滑移带，如图 18 所示.

新生的位错半环在较低的分切应力（低于 2 千克/毫米^2）下仅能扩大，不产生新的位错半环，如图 19 所示. 而在较高的分切应力下，则产生新的位错半环. 这些位错半环的特点如图 11 所示. 根据第二节 (3) 中所述的结果，认为这种结构的位错也是由于蚀斑的应力集中产生的. 当位错半环离开他们的蚀斑处后，尖底的蚀斑就成为应力集中的地方，当应力足够大时，就能各自产生一列位错半环；由于两蚀斑所处的应力条件相近，它们产生的位错半环数也相近，但是在两蚀斑之中间区域的位错半环的部分，由于是在同一滑移面上的反号位错而相消. 当两蚀斑的间距比它们各自产生的最小的半环直径大很多时，位错不能全部相消，则在此区域内将有少数位错蚀斑；反之，位错可能全部相消，在此区域间没有位错蚀斑，如图 20 所示的情况. 在两蚀斑外部的半环部分，通过半环的底部互相连接起来，形成一系列大的半环，如图 11 中 (d) 和 (e) 所示. 由此可推想图 11 的位错结构，其示意图列于图 21 中. 这种增殖情况，与 Gilman 在 LiF[21] 上观察到的位错半环运动和增殖的情况不同.

图 14 所示的位错环和位错环列，是由晶体的内部成核源发射出来的. 根据第二节 (4) 中所述的结果，把“破碎”蚀斑和位错蚀斑做一比较，就能看出，“破碎”蚀斑不具有位错蚀斑的特点；它们是晶体内部的一种“点”缺陷. 在外力作用下，在此类“点”缺陷附近，产

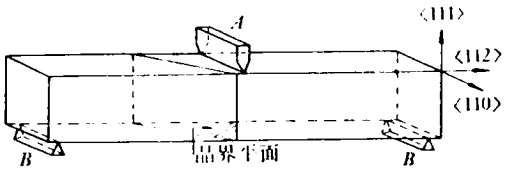


图 1　样品弯曲形变及结晶学取向示意图

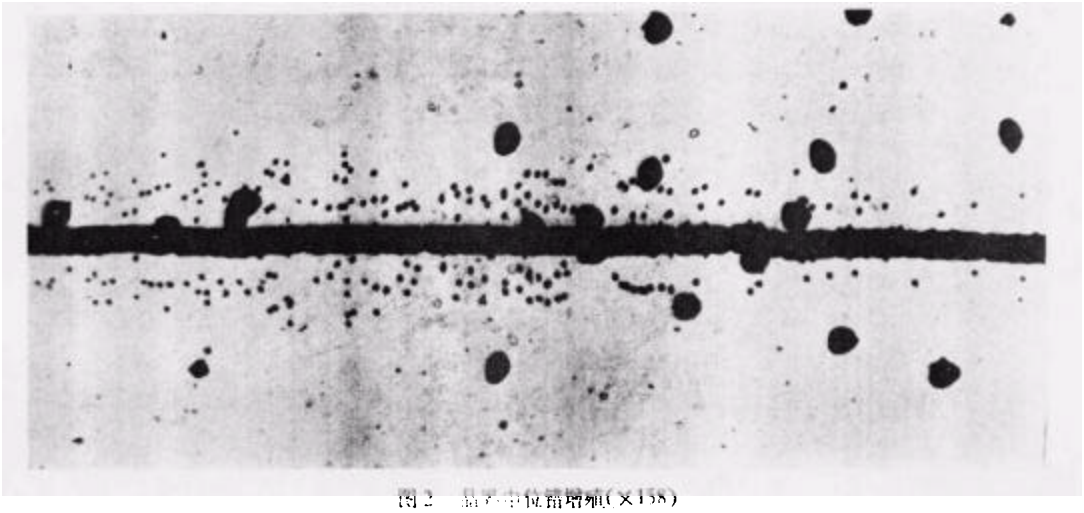


图 2　晶界处位错增殖(×158)

形变温度 900 ℃，加负载时间 3 秒。作用在晶界处位错上的分切应力值由 2.1 千克/毫米²线性变化到 1.5 千克/毫米²。

图 3　晶界位错增殖(×203)

形变温度 900℃，加负载时间 3 秒。分切应力值约 2.0±0.5 千克/毫米²。

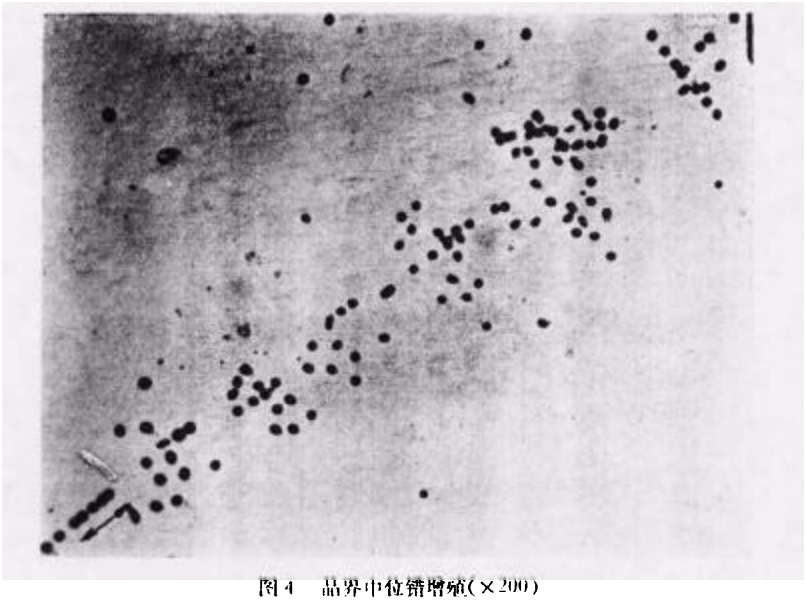


图 4 晶界中位错增殖(×200)

晶界中位错未用蚀斑标示,图中箭头指示晶界平面与观察面的交迹方位. 形变温度 750℃; 加负载时间 50 秒; 分切应力范围 3.0±0.5 千克/毫米².

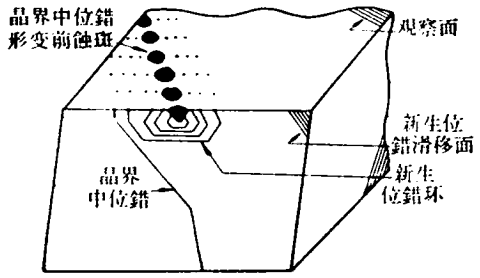


图 6 图 5(即图 2)位错结构的示意图

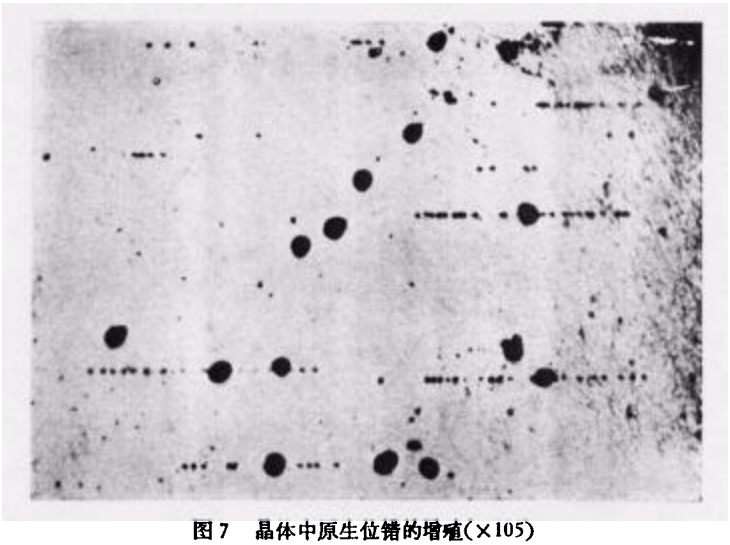
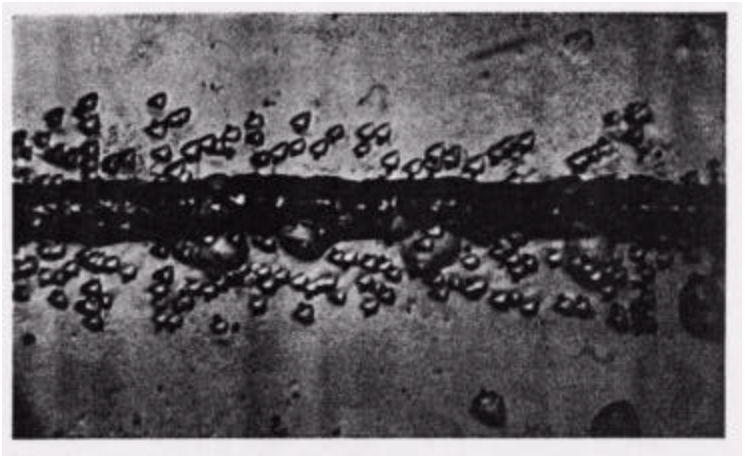


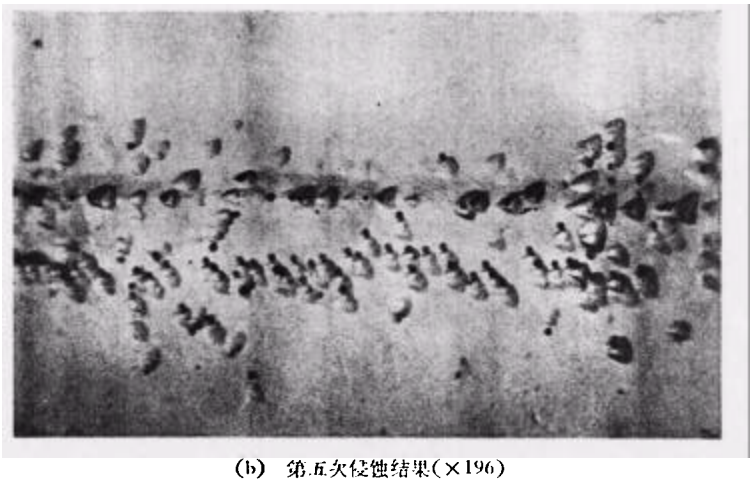
图 7 晶体中原生位错的增殖(×105)

形变温度 900℃,加负载时间 3 秒,分切应力 2.5±0.5 千克/毫米².



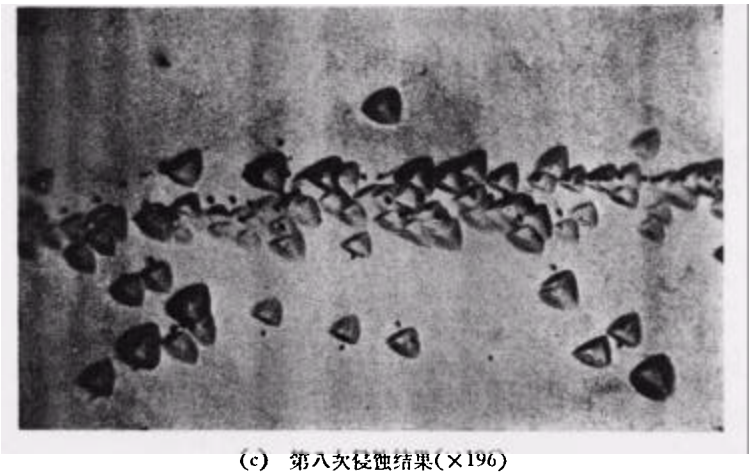
(a)　第二次侵蚀结果(×196)

表面下 18 微米处．图中三角形白色蚀斑是前次的侵蚀蚀斑抛光的结果．



(b)　第五次侵蚀结果(×196)

表面下 46 微米处．原晶界一侧的蚀斑几乎全部消失；另一侧蚀斑逐渐向晶界处移动．



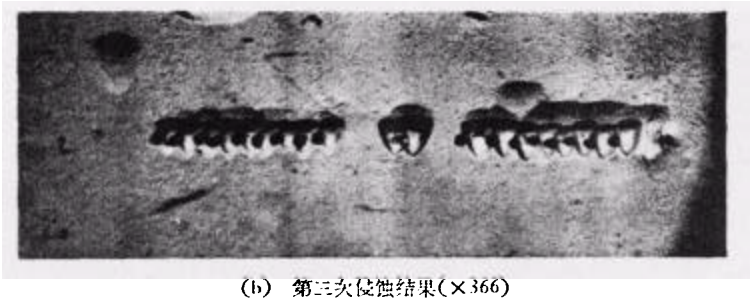
(c)　第八次侵蚀结果(×196)

表面下 74 微米处．侵蚀蚀斑更靠近晶界，或者进入晶界内．

图 5　图 2 中一段，晶界位错及增殖位错多次交替抛光、侵蚀的结果

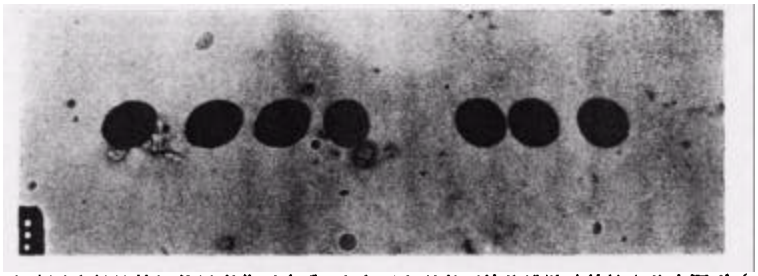
(a) 第三次侵蚀结果(×366)

图中大三角形蚀斑标示原生位错在表面上的露头位置，在其后的侵蚀过程中，都有一个侵蚀蚀斑与之对应。



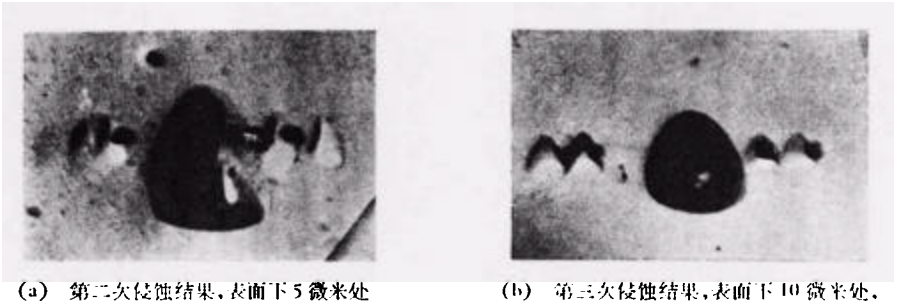
(b) 第三次侵蚀结果(×366)

在观察面上无侵蚀蚀斑与原生位错对应，但在侵蚀过程中增多一个蚀斑。



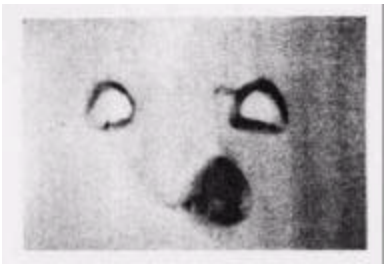
(c) 形变前没有侵蚀的样品经弯曲形变后，在表面上观察到的位错增殖的蚀斑分布图形（×800）
实验条件同图 7

图 8 晶体中原生位错增殖的几种典型放大照片

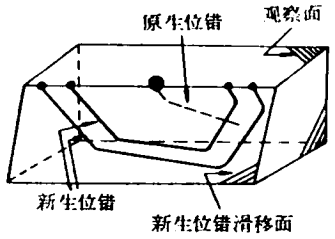


(a) 第三次侵蚀结果，表面下 5 微米处（×201）

(b) 第三次侵蚀结果，表面下 10 微米处，消失一个蚀坑，一个变白（×201）



(c) 第四次侵蚀，表面下约 14 微米处，新生位错全部消失（×201）



(d) 位错结构的示意图

图 9　晶体中原生位错增殖的新生位错逐次抛光、侵蚀的结果
实验条件同图 7。

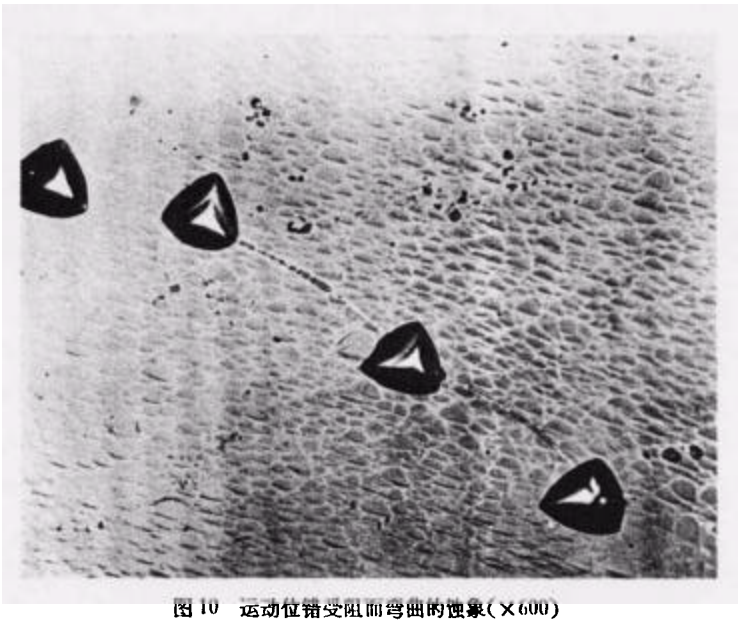
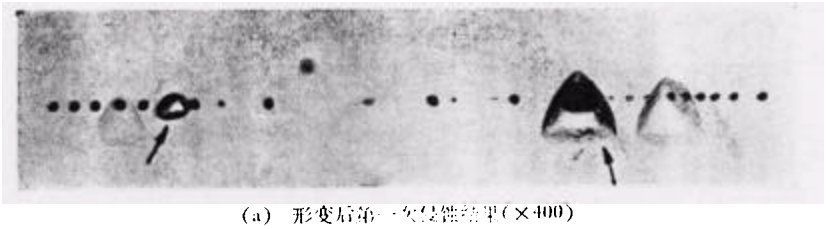
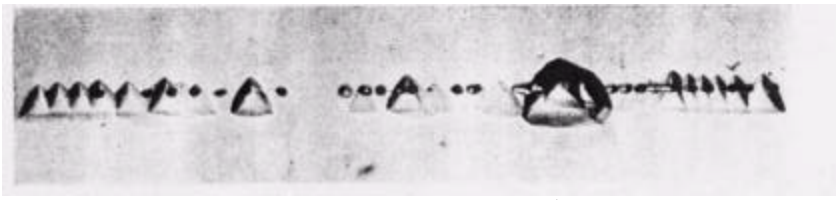


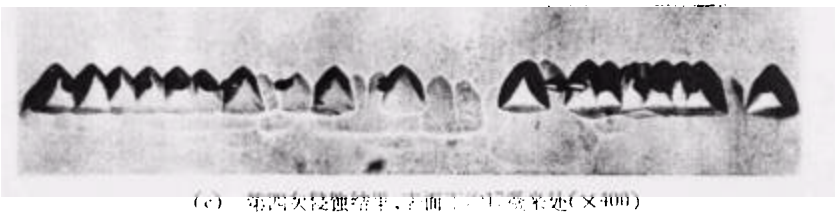
图 10　运动位错受阻而弯曲的蚀象（×600）
观察面为{111}。形变温度 750℃，加负载时间 50 秒。



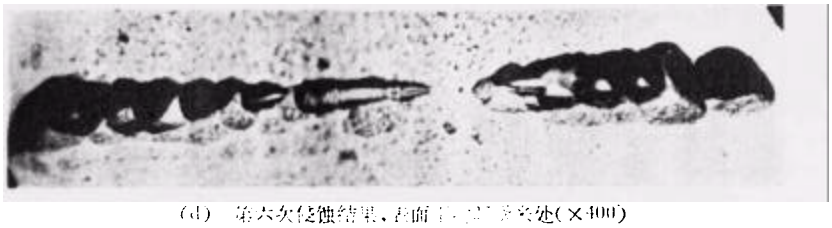
(a) 形变后第一次侵蚀结果(×400)
箭头所指的两蚀斑标示原始生长表面下的露头位置.



(b) 第二次侵蚀结果,表面下[illegible]微米处(×400)



(c) 第四次侵蚀结果,表面下[illegible]微米处(×400)



(d) 第六次侵蚀结果,表面下[illegible]微米处(×400)

(e) 第七次侵蚀结果,表面下32微米处(×400)

图 11 新引入晶体中位错密度产生的增殖
形变温度 900 C,加负载时间 3 秒,分切应力范围 3.8±0.5 千克/毫米².

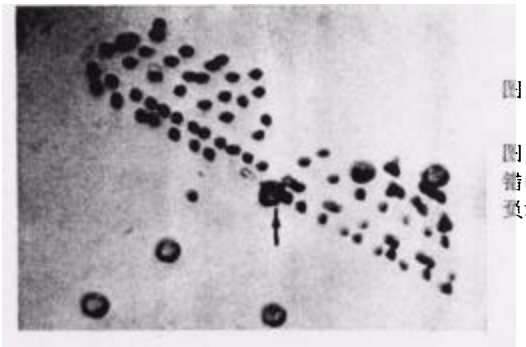
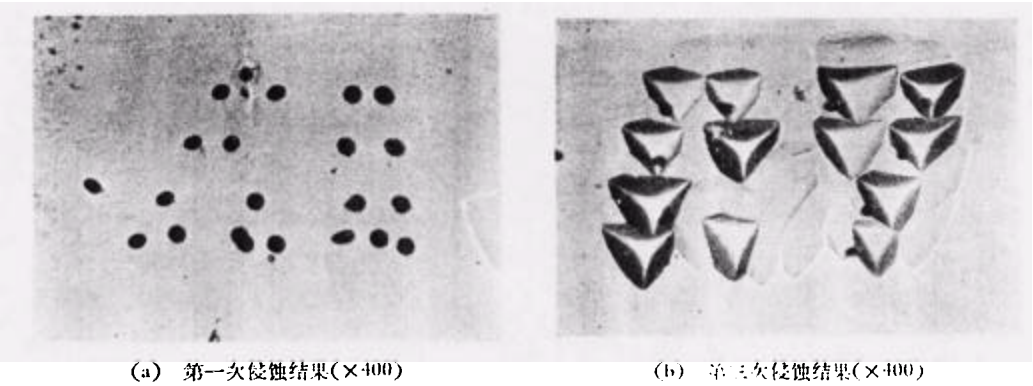
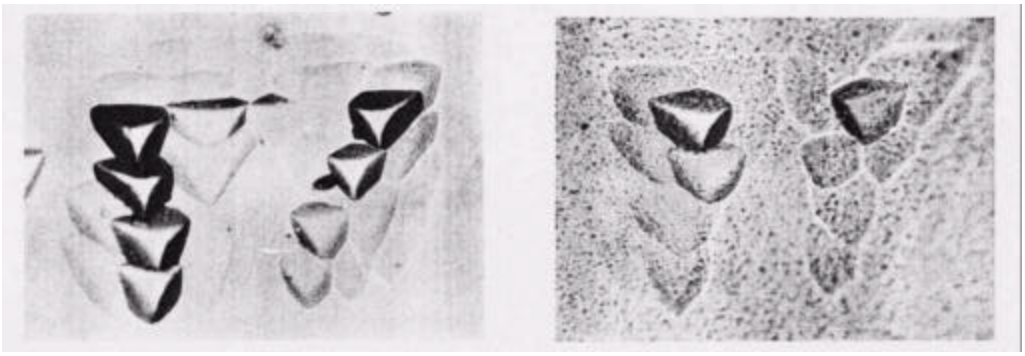


图 12 硅中位错的交叉滑移增殖 (×201)

图中箭头指示发生增殖的原生位错的蚀斑. 形变温度 900℃, 加负载时间 3 秒, 分切应力范围 1.5±0.5 千克/毫米².

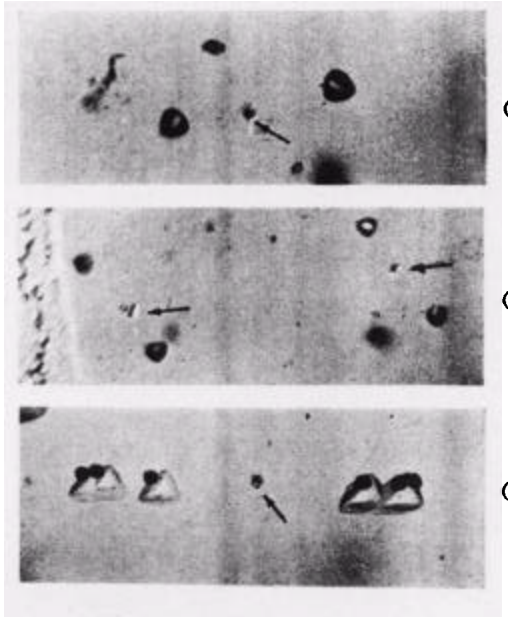


(a) 第一次侵蚀结果(×400)　　(b) 第二次侵蚀结果(×400)



(c) 第四次侵蚀结果(×400)　　(d) 第五次侵蚀结果(×400)

图 13　交叉滑移增殖的位错经过多次地光、侵蚀的结果
形变温度 900℃，加负载时间 3 秒，分切应力范围 1.5±0.5 千克/毫米²。



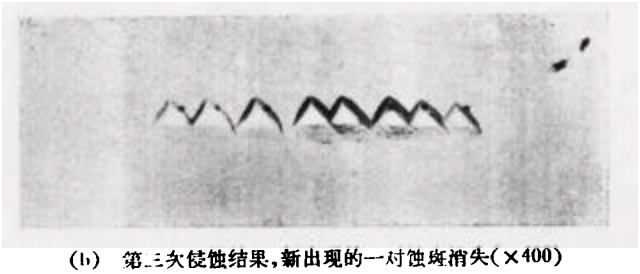
(a)

(b)

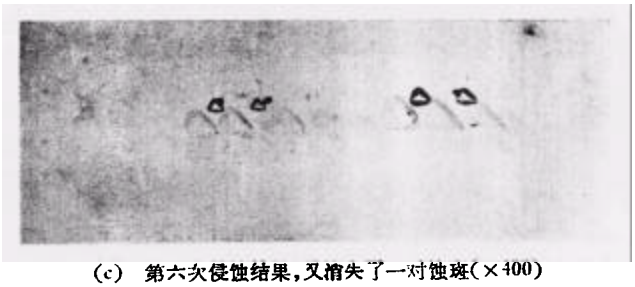
(c)

图 14　位错从箭头所指之"内部源"处发射出(×400)
形变温度 900℃，加负载时间 3 秒。

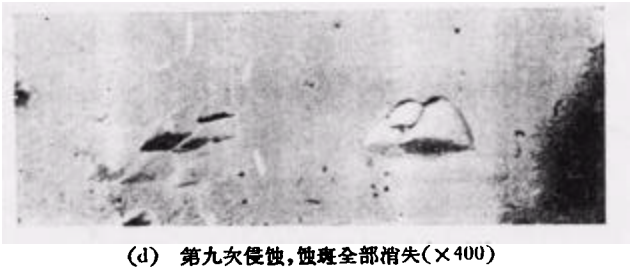
(a) 形变后第二次侵蚀结果，新出现一对蚀斑(×400)



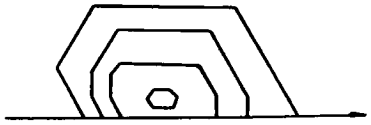
(b) 第三次侵蚀结果，新出现的一对蚀斑消失(×400)



(c) 第六次侵蚀结果，又消失了一对蚀斑(×400)



(d) 第九次侵蚀，蚀斑全部消失(×400)



(e) 位错结构示意图

图 15 从"内部源"增殖出的位错环列多次抛光、侵蚀的结果
形变温度 900℃，加负载时间 3 秒。

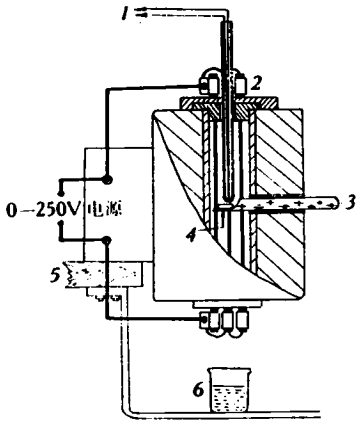
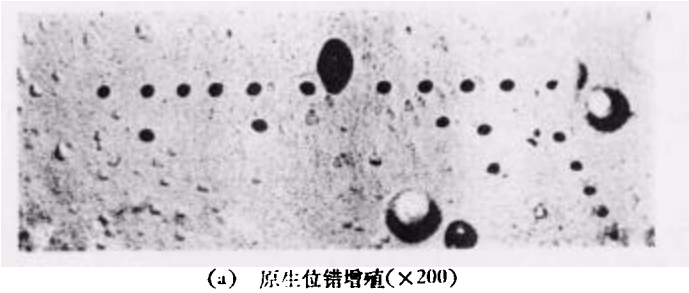
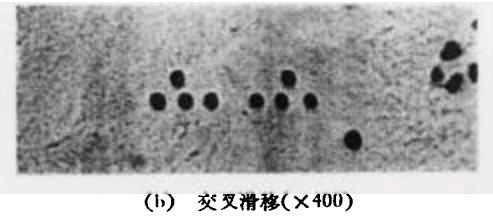


图 16　淬火装置的示意图

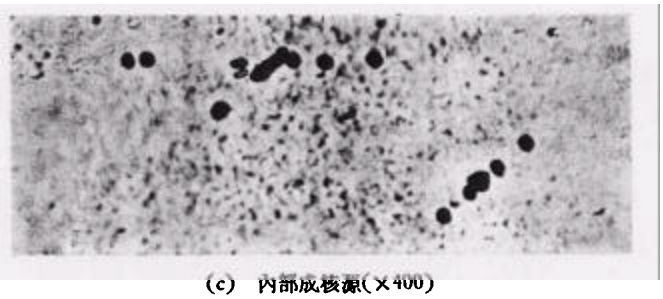
1——铂-铂铑热电偶，接 303 型电位差计；　*2*——硅碳棒（3 根）；　*3*——硅样品；　*4*——可转动的石英管；　*5*——支撑台；　*6*——淬火用介质。



(a)　原生位错增殖(×200)



(b)　交叉滑移(×400)



(c)　内部成核源(×400)

图 17　淬火引起的位错增殖成核

淬火温度1 350℃ 到室温，淬火介质为水。

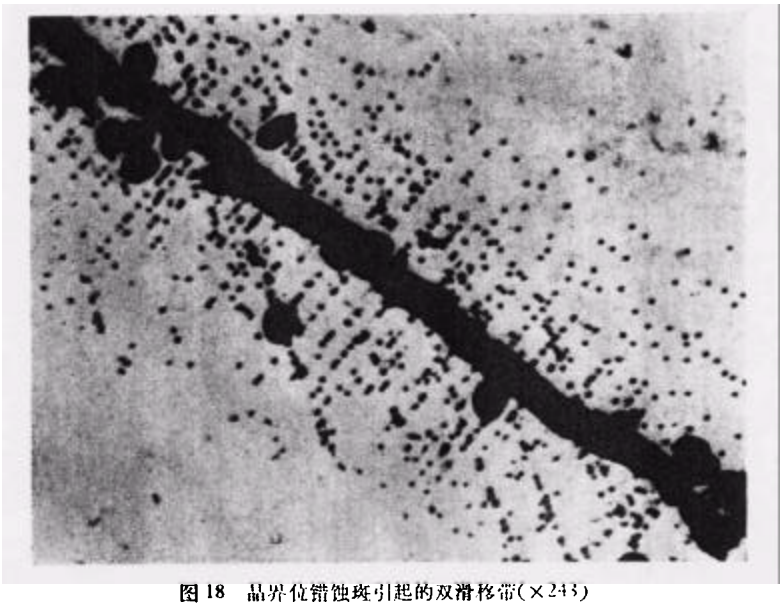


图 18 晶界位错蚀斑引起的双滑移带(×243)
形变温度 900℃,加负载时间 3 秒,分切应力范围 2.5±0.5 千克/毫米².

图 19 新引入位错半环运动,而未产生新位错(×600)
形变温度 800℃,加负载时间 15 秒,分切应力约为 2.0±0.5 千克/毫米².

图 20 新引入位错半环运动,并发生增殖,原位错半环两蚀斑之中间区域没有位错蚀斑(×400)
形变温度 850℃,加负载时间 15 秒,分切应力约为 5.0±0.5 千克/毫米².

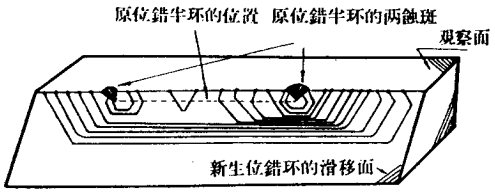
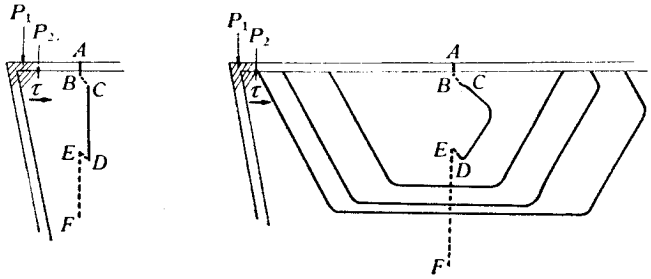


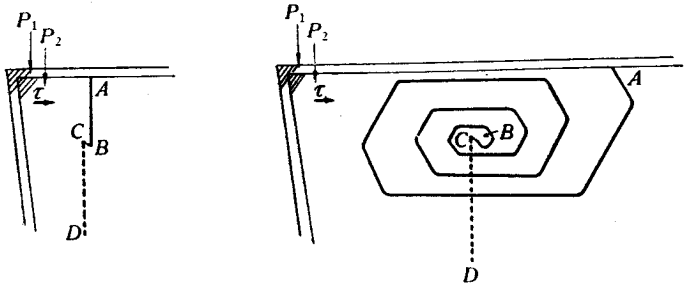
图 21　新引入位错半环蚀斑引起的应力集中使位错成核，产生位错半环列(图 11 的示意图)



(a)　增殖前的情况　　(b)　增殖后的情况

图 22　晶界中位错的两端 Frank-Read 源增殖的示意图

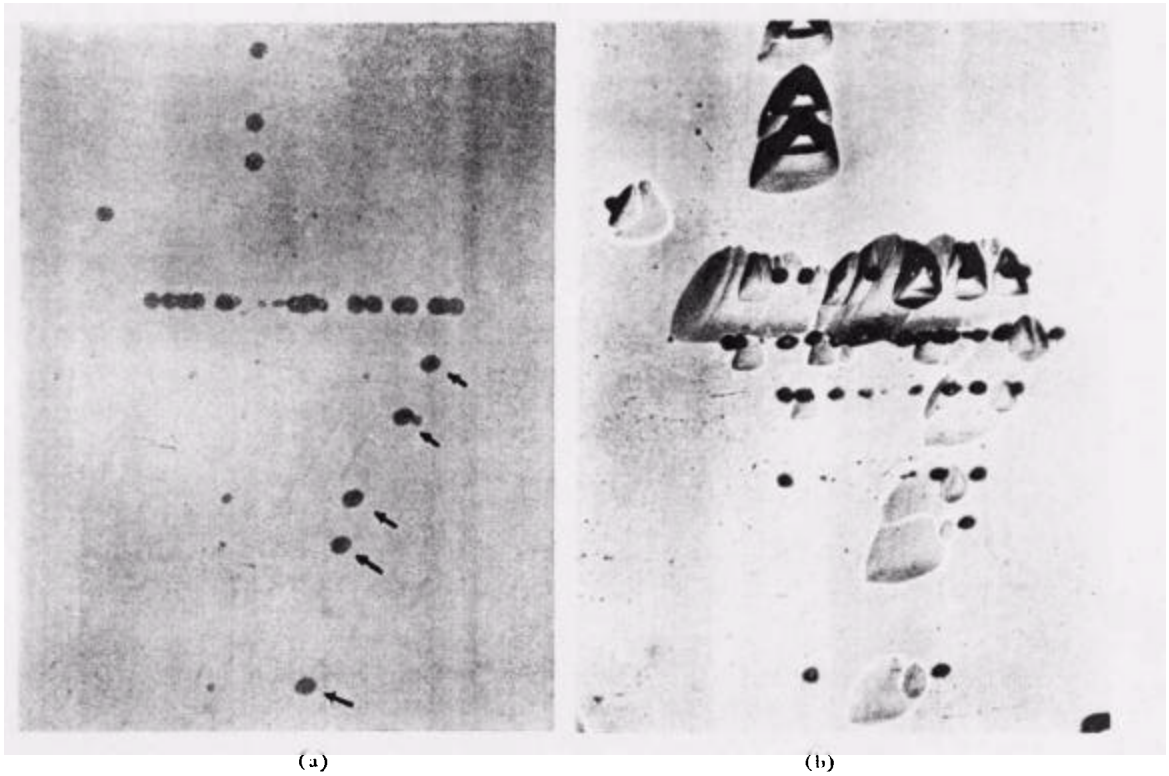
P_1 和 P_2 是垂直晶界平面的两个滑移面[1]；$ABCDEF$ 为晶界中具有双扭折 $BCDE$ 的位错线；CD 长为 L；$BD = DE$ 称为 H.



(a)　增殖前的情况　　(b)　增殖后的情况

图 23　晶界中位错的单端 Frank-Read 源，增殖的示意图

P_1 和 P_2 是垂直晶界平面的两个滑移面．$ABCD$ 为晶界中具有单扭折 ABC 的位错线．AB 之长称为 $L/2$；CB 称为 H.



(a) (b)

图 24 晶界中具有单端 Frank-Read 源位错的增殖(×400)

(a) 图中箭头所指的各位错蚀斑标示着单端源增殖后的位置，与图 23 (b)中 A 处相对应. 它们的第三次侵蚀结果如图(b)所示.形变温度 750 ℃,加负载时间 50 秒,应力范围 3.0±0.5 千克/毫米².

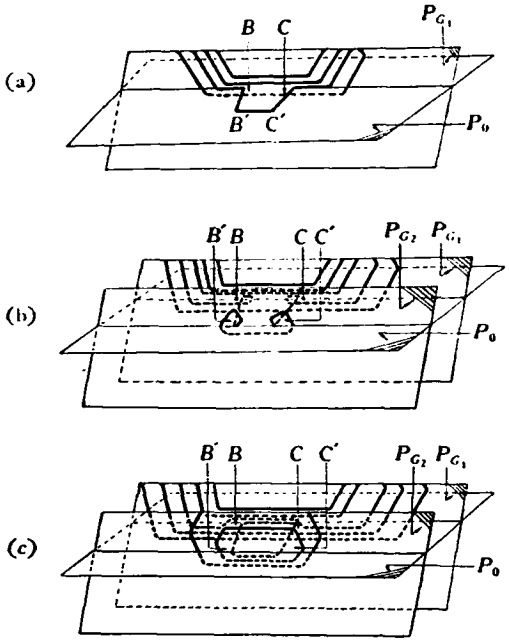


图25 交 叉 滑 移 示 意 图

生了应力集中，并在足以使位错成核的应力下，引起晶体内部局部区域的滑动，产生了位错环和位错环列．Booker 和 Stickle[22]观察到的硅中杂质颗粒，Patel[23]观察到的氧的沉淀物可能是属于这一类位错成核源．由于这种源的尺寸较小，在抛光的过程中可能被抛去而观察不到，仅能观察到由它产生的位错环列，图 15 就是这种情况．

(2) Frank-Read 位错增殖机制

图 3 中观察到，晶界中位错发生增殖的是少数，产生新位错的晶界中位错仍然在原始的晶界内．从位错结构的分析，认为是位错线上的扭折起了 Frank-Read 源的作用，增殖出新的位错环列．在我们实验中所观察到的小角度倾斜晶界不是理想完整的：位错间距不全相同，位错不是严格地在一个晶界平面上[1]．这就说明这种晶界还没有达到最稳定的分布，仍处在形成的过程中，即位错还在进行攀移和滑移运动时晶体被冷却下来．在位错的攀移运动过程中，会形成一些双扭折，当冷却时，它们就被“冻结”在位错线上．如图 22 (a)中 BCDE 所示．但是在制备样品过程中，也有可能把双扭拆切开，产生单扭折．这种单扭折和双扭折会起 Frank-Read 源作用．对于双扭折，可产生如图 22 (b) 所示的结果．对起 Frank-Read 源作用的双扭折的要求是

$$L = \frac{2\mu b}{\tau}, \tag{1}$$

L 是双扭折的长度，即图 22 中 CD 之长；τ 是使它开动的临界分切应力；μ 是硅的切变模量；b 是位错柏格斯矢量的数值．另一个要求是

$$H \geqslant \frac{\mu b}{8\pi(1-\nu)\tau}, \tag{2}$$

H 是双扭折的高度，即图 22 中的 BC (或 DE)；ν 是泊松比．因为对高度 H 满足式(2)的双扭折，增殖的新位错才能在晶界中位错之上(或下)通过；同时要双扭折非常接近表面，否则，图 22 (a) 中在 P_1 面上的 AB 一段会起单端源作用．在 900℃，使晶界中位错增殖的分切应力取 1.5 千克/毫米^2，μ 取 1.05×10^{12} 达因/厘米^2，ν 取 0.32，L 约为 4 微米，最大的 H 约为 0.15 微米，比晶界中位错间距小很多．用侵蚀法和金相显微镜，一般很难判断蚀斑的 0.15 微米的偏离．由近表面层中双扭折产生的位错结构在表面上用侵蚀法观察将得到如图 3 所示的情况．

对于单扭折，位错源的长度，在同样切应力条件下，将减半，即 $\frac{L}{2}$；或与双扭折长度 L 相同，但使它开动的分切应力将减半．单扭折起 Frank-Read 源作用时，由它产生的位错分布如图 23 所示．图 24(a)及(b)也是晶界位错增殖的情况．(a)是增殖后第一次侵蚀的结果，箭头所指的位错是晶界位错发生移动后的结果；再侵蚀下去时，与每个蚀斑对应出现新的蚀斑，或一列蚀斑．蚀斑数目不同，主要是由于各自的源的长度 $\frac{L}{2}$ 不同．(b)是第三次侵蚀的结果．再侵蚀下去时，晶界中仅留下一个位错蚀斑．这种位错结构，与图 23 所示的情况相同，因此这是单扭折起单端 Frank-Read 源作用的结果．图 4 中所示的晶界中位错的增殖，就是起 Frank-Read 源作用的单扭折和双扭折增殖的结果．

---

1) 由于小角度晶界其斜角 θ 很小，晶界中位错间距对原子间距大得很多，故可把晶界中位错的滑移面看成平面．

由于原生位错线空间取向的自由度较大，正如已发表过的结果[2-4]所指出的那样，它们可能是通过单端或双端 Frank-Read 源发生增殖。由于表面层内弯曲形变时应力分布的特点，位错极易发生增殖[24]，所以单端源可能性更大些。图 9 中所示的情况，就是单端 Frank-Read 源增殖的结果。

(3) 位错交叉滑移增殖

新增殖出来的位错半环是平底的，在样品表面下比较浅的表面层内。在我们的弯曲形变条件下，在观察面{111}上露头的部分是 60° 位错，或者是刃型位错；而在晶体内与表面平行的部分是 60° 位错或者是螺型位错。具有螺型"底"的位错半环，在运动过程中，容易发生交叉滑移。在$(1\bar{1}1)$面内运动的螺型位错的一段 BC，见图 25 (a)，当进入晶体内一定深度时，由于受到(111)面上的切应力作用，以及螺型位错间的排斥力作用[15,25]，将离开它的滑移面 P_{G1}，而在(111)面内做滑移运动；这时产生 $B'C'$ 一段位错。当 $B'C'$ 和 BB' (或 CC')分别满足(1)及(2)式时，$B'C'$ 位错将起 Frank-Read 源作用，在 P_{G2} 面内产生新的位错环，如图 25 (b)和(c)所示。当切应力继续存在时，在滑移面 P_{G1} 上的源继续增殖，产生一个滑移带；在 P_{G2} 面上的新源也会继续增殖，形成一个滑移带，并将同样的发生交叉滑移过程，再产生新的滑移带。这个过程不断地延续下去，就会产生一系列的集中的滑移带，在实验上就观察到如图 12 所示的情况。对图 13 的位错空间结构分析，帮助我们得出上述的交叉滑移增殖模型。

上面全部关于增殖机制的讨论，是建立在我们的实验观察和分析的基础之上的，对我们的实验结果提供最可能的增殖机制的说明。

四、結 束 語

我们对硅中位错增殖的研究还是初步的。由于我们所采用的化学侵蚀法虽有其优越性，但也存在一定的局限性，从而对增殖机制的讨论也受到一定的限制，故对增殖机制的进一步深入研究还要和其它方法很好配合起来，如红外透视，X 射线衍衬，电子显微镜等，才能得出更为确切的结论。

汤有华、刘玉梅、李宗海等同志参加了与本文有关的实验工作。

参 考 文 献

[1] Freidel, J., Electron microscopy and strength of crystals (1962), p. 605.
[2] Dash, W. C., Dislocations and mechanical properties of crystals (Wiley, New York, 1957), p. 57.
[3] Gerold, V., Direct observation of imperfections in crystals (Wiley, New York, 1962), p. 509.
[4] Authier, A. and Long, A. R., *J. Appl. Phys.*, **35** (1964), 1956.
[5] Meieran, E. S., *J. Appl. Phys.*, **36** (1965), 1497.
[6] Westmacott, R. H., Barnes, R. S. and Smallman, R. E., *Phil. Mag.*, **7** (1962), 1585.
[7] Embury, J. D. and Nichalson, R. B., *Acta Met.*, **11** (1963), 343.
[8] Matsuura, K. and Koda, S., *J. Phys. Soc. Japan*, **20** (1965), 251.
[9] Low, J. R. and Guard, R. W., *Acta Met.*, **7** (1959), 171.
[10] Gilman, J. J. and Johnston, W. G., Solid State Physics, vol. 13, p. 116.
[11] Marsh, D. M., *Phil. Mag.*, **5** (1960), 1197.
[12] Jones, D. A. and Mitchell, J. W., *Phil. Mag.*, **3** (1958), 1.
[13] Barber, D. J., Haruer, K. B. and Mitchell, J. W., *Phil. Mag.*, **2** (1957), 704.

[14] Dash, W. C., *Phys. Rev. Lett.*, **1** (1958), 400.
[15] Li, J. C. M., Electron microscopy and strength of crystals (Wiley, New York, 1962), p. 713.
[16] Peason, G. L., Rear, Jr., W. T. and Feldman, W. L., *Acta Met.*, **5** (1957), 181.
[17] Sylwestrowitz, W. D., *Phil. Mag.*, **7** (1962), 1825.
[18] Van Bueren, H. G., Imperfections in crystals (N-H Publishing Co., Amsterdam, 1960), p. 625.
[19] Gallagher, C. J., *Phys. Rev.*, **88** (1952), 721.
[20] Seitz, F., *Phys. Rev.*, **88** (1952), 722.
[21] Gilman, J. J., Dislocations and mechanical properties of crystals (Wiley, New York, 1957), p. 116.
[22] Booker, G. R. and Stickle, R., *J. Electrochem. Soc.*, **111** (1964), 1011.
[23] Patel, J. R. and Chaudhuri, A. R., *J. Appl. Phys.*, **33** (1962), 2223.
[24] Sumino, K., *J. Phys. Soc. Japan*, **17** (1962), 454.
[25] Argon, A. S., *Acta Met.*, **10** (1962), 574.

THE EXPERIMENTAL OBSERVATION OF DISLOCATION MULTIPLICATION IN SILICON CRYSTALS

Liu Chen-mao Wang Kwei-hua Hung Ching Yeh I-cheng

Abstract

The multiplication and inhomogeneous nucleation of dislocations in silicon crystals have been studied under the actions of mechanical and thermal stresses by the chemical etching method. The experimental results indicate that for the production of multiplication and inhomogeneous nucleation of dislocations, thermal stress is equivalent to mechanical stress. Small-angle grain boundary dislocations, as well as individual as-grown dislocations, can act as dislocation sources. The stress concentration at the defects in the interior of the crystal and at the etch pits on the surface of the crystal can induce dislocation nucleation. Multiplication of screw dislocations may occur in the form of cross-glide. Studies of the spacial geometry of the newly-produced dislocation loops show that the Frank-Read mechanism is probably the primary form for dislocation multiplication.

Whether a dislocation multiplies or not depends on the value of the resolved stress component acting on the dislocation source, the temperature and the structure characteristics of the dislocation itself, etc.