

硅晶体中单个位错的运动* 1)

巴 图 何 怡 贞
(中国科学院金属研究所)

提 要

本文利用化学浸蚀方法,在 400—900°C 的温度范围内,在 0.35—13kg·mm⁻² 的应力条件下,测量了硅晶体中单个位错的运动速度。实验结果表明,位错运动速度 $V(\tau, T)$ 作为温度(T)和分解切应力(τ)的函数,满足如下方程:

$$V(\tau, T) = A\tau^m e^{-\frac{Q}{kT}}$$

式中 $m = 1.02-1.49, Q = 1.96-2.07\text{eV}$ 。

最后,把实验结果与扩展位错的弯结模型作了比较。

一、引 言

在固体材料中,范性流变与位错运动之间的关系如下:

$$\dot{\epsilon} = b\rho\bar{v}, \quad (1)$$

式中 $\dot{\epsilon}$ 是切应变速率; b 是柏格斯矢量; \bar{v} 是位错的平均运动速度; ρ 是可动位错的密度。(1)式把描述范性流变的宏观参量与微观的位错运动联系起来,只要单个位错的行为是已知的,便能了解与范性流变有关的许多宏观性质,其中包括屈服、加工硬化、断裂等。因此,研究晶体中单个位错的行为,特别是单个位错的运动速度,一直是位错理论研究中颇受重视的课题。

具有金刚石结构的硅单晶是用来研究位错运动速度的理想材料。硅单晶中位错的 Peierls-Nabarro 力很大,位错运动速度对外加应力不敏感,比较容易通过实验方法建立位错速度与应力,温度等参数的确切函数关系以及其它因素对这种关系的影响。由此能够了解晶体点阵对位错运动的本征阻力,位错与点缺陷的交互作用,位错之间的交互作用以及位错对材料各种性能的影响。所以,十多年来有许多人从事硅晶体中位错运动速度的研究工作^[1-2]。

本文利用 Gilman-Johnston^[3] 的方法,在比较大的温度、应力范围内测量了硅中单个位错的运动速度,并把实验结果与扩展位错的双弯结模型作了比较。

* 1979年7月16日收到。

1) 本文的实验工作是1966年4月完成的。

二、实验方法

1. 样品的制备和加载装置

实验所用的材料是无位错的 P 型硅单晶锭, 其室温电阻率为 $30\Omega \cdot \text{cm}$. 从硅锭上切割出矩形样品, 取向如图 1 所示, 长边为 $[1\bar{1}0]$, 短边为 $[11\bar{2}]$, 观察面为 (111) . 为了消除

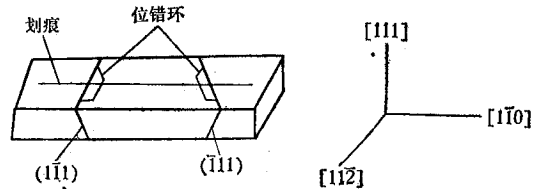


图 1 样品取向示意图和滑移面上的半位错环

表面的损伤层, 样品依次用 300 号、800 号和 3000 号金刚砂进行机械抛光, 然后在 $\text{HF}:\text{HNO}_3:\text{CH}_3\text{OOH}$ 的体积比为 1:2:1 的混合溶液中于 40°C 经过五分钟的化学抛光, 这样便能获得非常光滑的表面. 最后供实验用的样品尺寸约为 $0.7 \times 3 \times 28\text{mm}^3$. 用含有铬酸的 Sirtl^[4] 浸蚀剂显示位错, 并用红外显微镜验证了位错露头处与蚀斑的对应关系, 如图 2 所示.

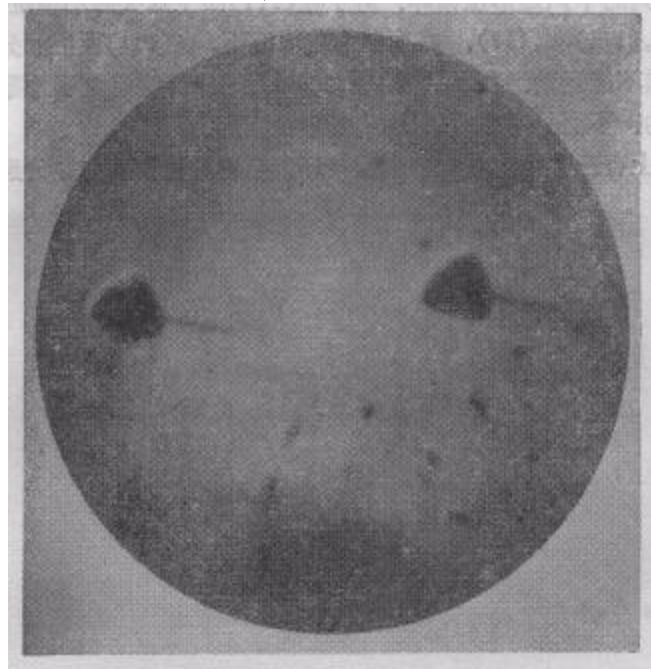


图 2 用红外显微镜观察经铜缀饰的位错与蚀斑的对应关系

采用三点弯曲方法加载, 样品的弯曲轴为 $[11\bar{2}]$, 两支点的距离为 25mm , 见图 3. 实验在氢气的保护下进行. 用两对热电偶测温, 温度控制在 $\pm 1^\circ\text{C}$. 加载时间从 0.3 秒至 100 小时不等. 利用电子毫秒计时器进行同步计时.

硅单晶中的滑移系统为 $\langle 110 \rangle / \{111\}$ 。在本实验条件下,滑移的 Schmid 因子为 0.41 或零,因此,凡是升动的滑移系统,在样品同一点上的分解切应力都是相等的。在整个实验过程中,引入晶体中的位错数目很少,样品中的范性形变非常小,可把样品作为弹性梁,利用弹性力学的有关公式计算样品中应力的分布。

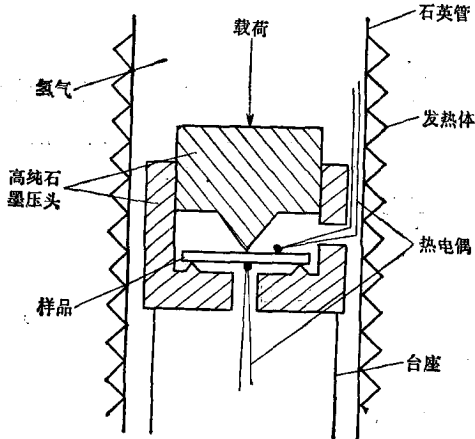


图 3 三点弯曲加载装置示意图

2. 半位错环的引入

在样品的(111)面中部,用带有金刚石尖针的划痕器沿 $[1\bar{1}0]$ 方向,在室温下划痕(载荷为20g)。把有划痕的样品放入加载装置后,升温、加载、卸载,取出样品后经精心抛光,最后沿划痕留下一系列孤立的位错环,见图4。

下面用 Kabler^[5] 和 Schäfer^[6] 曾经采用的方法分析位错环的柏格斯矢量。

在硅单晶中,全位错的柏格斯矢量为 $\frac{1}{2} a \langle 110 \rangle$, 滑移面为 $\{111\}$ 。在高温退火以前,滑移位错有着强烈沿着 $\langle 110 \rangle$ 点阵方向排列的倾向。本实验所引入的位错环是沿 $\langle 110 \rangle$ 方向在(111)面上排列的半六边形位错环。对于在(111)面上露头的小半位错环,它们的滑移面可能是 $(11\bar{1})$, $(1\bar{1}1)$ 和 $(\bar{1}11)$ 。在弯曲加载情况下,在 $(11\bar{1})$ 面上的分解切应力为零,位于此面上的位错不能运动。在 $(1\bar{1}1)$ 和 $(\bar{1}11)$ 面上的分解切应力不为零而且是对称的,这两个面是等价的。下面只考虑 $(\bar{1}11)$ 面上的半位错环。

在 $(\bar{1}11)$ 面上有三种可能的滑移半位错环,它们的柏格斯矢量分别为 $\frac{1}{2} a [110]$,

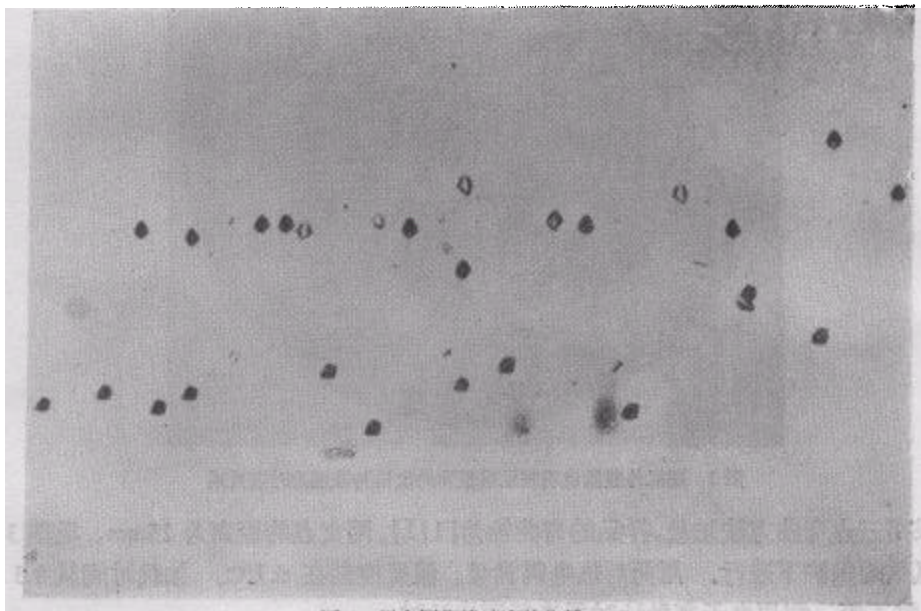


图 4 用来测位错速度的位错环

$\frac{1}{2} a[01\bar{1}]$ 和 $\frac{1}{2} a[101]$, 见图 5. $[110]$ 与样品的长边是垂直的, 在弯曲加载时, 作用在

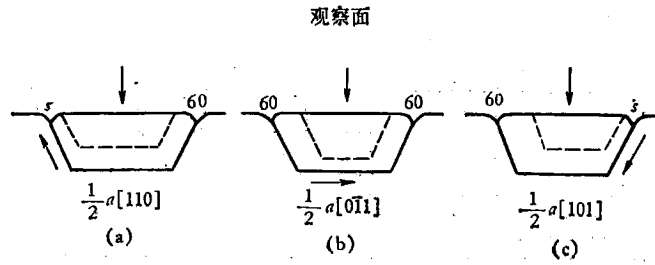


图 5 在 $\{111\}$ 面上三种可能的半位错环

此种位错上的分解切应力为零, 因此, 图 5(a) 中的位错环是不能运动的. 作用在图 5 中 (b) 和 (c) 位错环上的分解切应力是相等的. 在同样条件, 硅单晶中 60° 位错较螺位错的速度快得多^[7]. 图 5(b) 位错环两露头点的速度是相等的, 属于对称的. 而图 5(c) 中位错环的露头点, 一边是 60° 位错, 另一边是螺位错, 在运动时是非对称的. 在本实验中, 位错环全部是对称的, 如图 6 所示. 没有发现非对称的位错环. 因此, 实验中的结果全是对

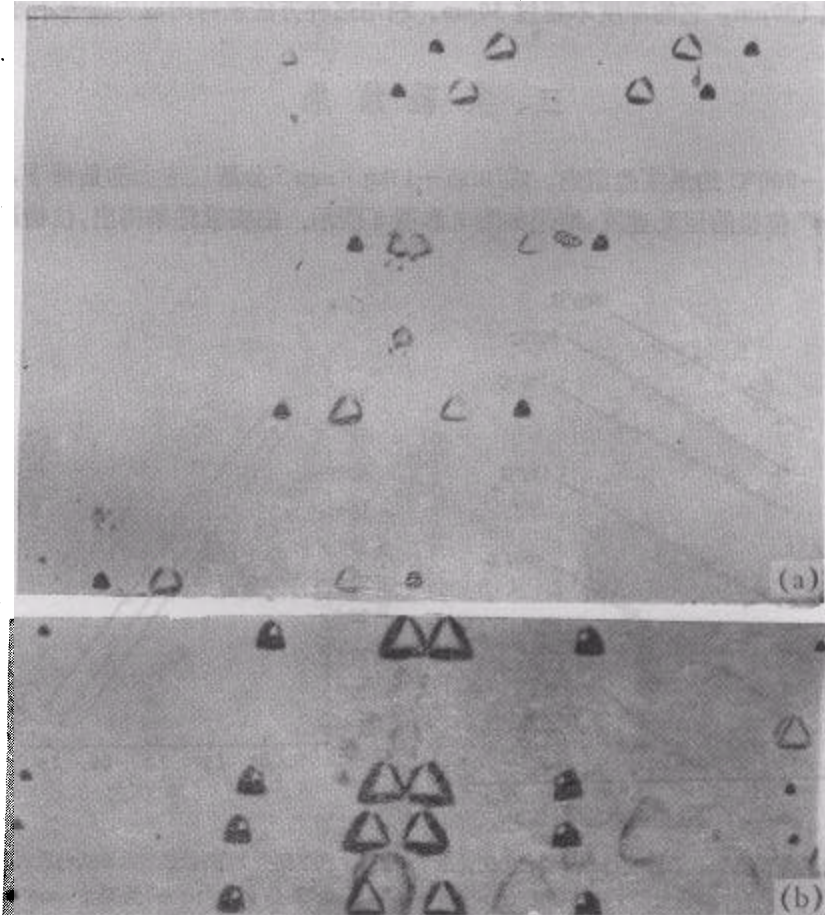


图 6 位错的滑移运动

(a) 加载一次 (b) 加载两次

60° 位错而言的。

3. 位错运动速度的测量

把包含有一系列半位错环的样品,经过第一次浸蚀后(见图 4),放在加载装置里升温到实验温度,加载一定时间,卸载,取出样品,进行第二次浸蚀,结果如图 6(a)所示。加载前位错线露头处的蚀斑在第二次浸蚀时变为较大的平底蚀斑。加载后位错线运动到新的位置,出现新的较小的尖底蚀斑。新旧蚀斑之间是一一对应的。

加载前后新旧蚀斑间的距离是在外应力作用下位错线在观察面上的运动距离。实验表明,在同一应力作用下,位错的运动距离与加载时间成正比,而这个比例常数正是单位时间内位错的运动距离,也就是位错的运动速度。

在三点弯曲加载中,应力分布对样品中心是对称的。在样品的对称部位各选半毫米宽的区域,测量这两个区域中每个位错的运动速度,通常被测位错数有 20—60 个。在此区域中,各个位错速度测量值的分散度不超过 7%。实验给出的位错运动速度就是对它们的平均值。利用弹性力学中的公式求出这个区域中的应力平均值。实验用的半位错环的宽度不超过 100 μm ,它的深度不超过 30 μm ,利用这种方法求得的应力误差不超过 5%。

三、实验结果

在 400—900°C 的温度范围内,在 0.35—13 $\text{kg}\cdot\text{mm}^{-2}$ 分解切应力的条件下,测量了硅晶体中 60° 位错的运动速度,结果如图 7 和图 8 所示。由实验结果得出,位错运动速度

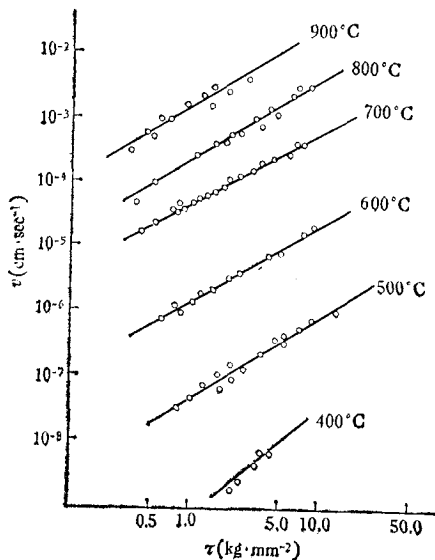


图 7 在不同温度下,位错运动速度与分解切应力的关系

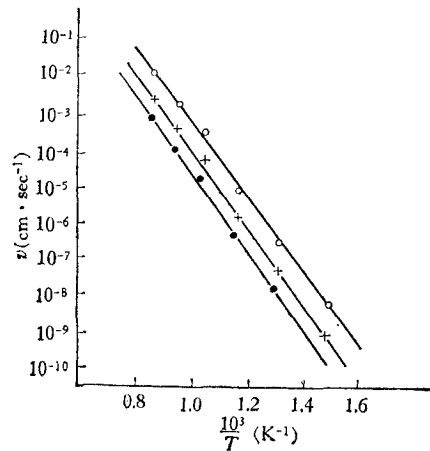


图 8 在不同应力下,位错运动速度与温度的关系

○ 为 6 $\text{kg}\cdot\text{mm}^{-2}$; + 为 3 $\text{kg}\cdot\text{mm}^{-2}$;

● 为 1.5 $\text{kg}\cdot\text{mm}^{-2}$

$V(\tau, T)$ 作为温度 (T) 和分解切应力 (τ) 的函数,遵从

$$V(\tau, T) = A\tau^m e^{-\frac{Q}{kT}} \quad (2)$$

式中 A 和 m 是与温度有关的常数, Q 是位错运动的激活能.

利用最小二乘法得出 m 和 Q , 见表 1 和表 2.

表 1

| 温 度 (°C) | m |
|----------|------|
| 900 | 1.21 |
| 800 | 1.26 |
| 700 | 1.02 |
| 600 | 1.16 |
| 500 | 1.25 |
| 400 | 1.49 |

表 2

| $\tau(\text{kg} \cdot \text{mm}^{-2})$ | $Q(\text{eV})$ |
|--|----------------|
| 0.6 | 2.07 |
| 1.0 | 2.06 |
| 1.5 | 2.01 |
| 3.0 | 1.99 |
| 6.0 | 1.96 |

四、讨 论

1. 与其它实验结果比较

从 1962—1976 年十多年的时间里, 有许多人^[7-17] 测量了硅单晶中的位错运动速度. 表 3 列出了其中的部分结果.

George 等人^[14] 利用 X 射线形貌学的方法测量了硅晶体中单个位错的运动速度. 在分解切应力为 $3\text{kg} \cdot \text{mm}^{-2}$ 时, 两种方法所得的结果相吻合, 见图 9. 这样看来, 本文利用浸蚀方法所测得的硅中位错在表面露头点的运动速度与 X 射线形貌学方法获得的晶体内部位错运动速度十分接近.

表 3

| 作 者 | 加载方式 | 观察方法 | 实 验 条 件 | $Q(\text{eV})$ | m | 备 注 |
|--|------|---------|---|----------------|-----------|---------------|
| Chaudhuri <i>et al.</i> ^[17] (1962) | 三点弯曲 | 浸 蚀 | 600—940°C 1—6 $\text{kg} \cdot \text{mm}^{-2}$ | 2.17 | 1.4 | Stain-Low 方法 |
| 洪晶 ^[8] (1965) | 三点弯曲 | 浸 蚀 | 700—900°C $\leq 6\text{kg} \cdot \text{mm}^{-2}$ | 2.94 | 1.0—1.1 | 小位错群领先位错的运动速度 |
| Ерофеев ^[13] (1971) | 四点弯曲 | 浸 蚀 | 500—800°C 1—50 $\text{kg} \cdot \text{mm}^{-2}$ | 2.11—2.25 | 1.30—1.40 | 单个位错运动速度 |
| George <i>et al.</i> ^[14] (1972) | 拉 伸 | X 射线形貌学 | 580—800°C $\leq 3\text{kg} \cdot \text{mm}^{-2}$ | 2.01—2.51 | 0.88—1.6 | 单个位错运动速度 |
| 本文的结果 | 三点弯曲 | 浸 蚀 | 400—900°C 0.35—13 $\text{kg} \cdot \text{mm}^{-2}$ | 1.96—2.07 | 1.02—1.49 | 单个位错运动速度 |

2. 与理论模型比较

在具有高 Peierls-Nabarro 力的金刚石结构中, 位错的运动是通过双弯结的形成及其沿

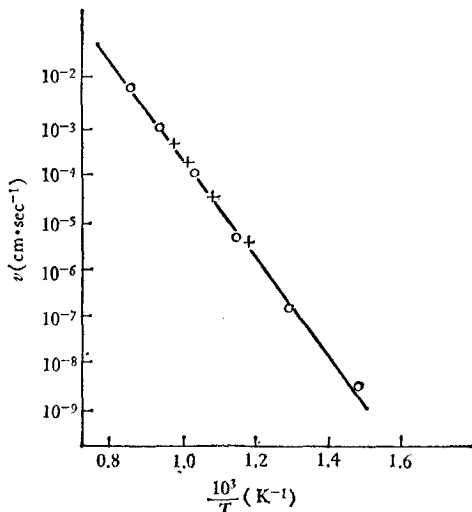


图 9

○ 为本文实验结果；+ 为 George^[14] 的实验结果

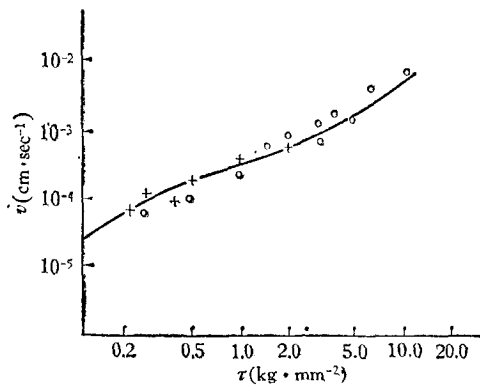


图 10 由扩展位错双弯结模型计算出的硅单晶 60° 位错在 800°C 的 $V-\tau$ 曲线与实验结果的比较

— 为 Möller 的计算结果；○ 为本文实验结果；+ 为 George *et al.*^[14] 的结果

位错线的运动来实现的。在过去一段时间里，人们一直认为金刚石结构中只有全位错，不存在扩展位错。在这个基础上，提出了几种位错运动的双弯结模型^[18,19]。近几年来，利用电子显微镜的弱光束(Weak-beam T. E. M) 技术观察到高度形变的硅和锗中存在着扩展位错。最近 Gomez 和 Hirsch^[20] 观察到硅中的位错总是以扩展位错的形式运动的。

根据电子显微镜观察到的结果，Möller^[1] 提出了扩展位错的双弯结模型。他用这个模型解释了金刚石结构中位错运动速度与应力的依赖关系，并且指出，硅晶体中位错线上有那么高密度的钉扎点是扩展位错上的缩结。

利用 Möller 所得到的公式，计算出在 800°C 时硅单晶 60° 位错的运动速度与应力的依赖关系，见图 10。从中可以看出，本实验结果与扩展位错双弯结模型符合得很好。

在扩展位错双弯结模型中， $m \propto \frac{1}{T}$ ，也就是说随温度增高 m 变小。在 700°C 以下时，本文实验结果符合这一规律，而在 800°C 以上时就不遵从这一规律了(见表 1)。 m 值在 700°C 时有反常现象。这些现象可能与位错和氢的交互作用有关。崔树范等^[21] 发现，在氢气氛中，在 660°C 左右，硅氢键完全断裂，氢聚集在位错附近形成较大尺寸的空洞。这可能影响位错在硅单晶中的运动速度，也就是对指数 m 有所影响。

五、结 论

本文利用化学浸蚀方法，在比较大的温度和应力范围内测量了硅中 60° 位错的运动速度，得出：

1. 位错运动速度 $V(\tau, T)$ ，作为应力(τ)和温度(T)的函数，遵从

$$V(\tau, T) = A\tau^m e^{-\frac{Q}{kT}}$$

2. 在和 George 等人^[14]的工作比较时得出，用化学浸蚀方法所测得的位错线在表面露头点的运动速度与 X 射线形貌学的方法所得到的晶体内部位错的运动速度比较接近。

3. 本文实验结果与扩展位错双弯结模型符合得很好。

参 考 文 献

- [1] H. J. Möller, *Acta Met.*, **26**(1978), 963.
 [2] H. Alexander and P. Haasen, *Solid State Physics*, eds. F. Seitz, D. Turnbull and H. Ehrenreich (Academic Press, New York, 1968), Vol. 22, p. 28.
 [3] W. G. Johnston and J. J. Gilman, *J. Appl. Phys.*, **30**(1959), 129.
 [4] E. Sirtl und A. Adler, *Z. Metalk.*, **52**(1961), 529.
 [5] M. N. Kabler, *Phys. Rev.*, **131**(1963), 54.
 [6] S. Schäfer, *Phys. Stat. Sol.*, **19**(1967), 297.
 [7] V. C. Kannan and J. Washburn, *J. Appl. Phys.*, **41**(1970), 3589.
 [8] 洪晶,叶以正,物理学报,**21**(1965),1968.
 [9] T. Suzuki and H. Kojima, *Acta Met.*, **14**(1966), 146.
 [10] H. L. Firsch and J. R. Patel, *Phys. Rev. Letters*, **18**(1967), 18.
 [11] V. N. Erofeev, V. I. Nikitenko and V. B. Osvenskii, *Phys. Stat. Sol.*, **35**(1969), 79.
 [12] B. H. Ерофеев, В. И. Никитенко, Ф. Т. Т., **13** (1971), 146.
 [13] B. H. Ерофеев, В. И. Никитенко, Ж. Э. Т. Ф., **60** (1971), 1780.
 [14] A. George, C. Escaravage, G. Champier and W. Schröter, *Phys. Stat. Sol.*, **B53**(1972), 483.
 [15] J. R. Patel, L. R. Testardi and P. E. Freeland, *Phys. Rev.*, **B13**(1976), 3548.
 [16] S. B. Kulkarni and W. S. Williams, *J. Appl. Phys.*, **47**(1976), 4318.
 [17] A. R. Chaudhuri, Jr., J. R. Patel and L. G. Rubin, *J. Appl. Phys.*, **33**(1962), 2736.
 [18] T. Ninomiya, R. Thomson and F. Garcia-Moliner, *J. Appl. Phys.*, **35**(1964), 3607.
 [19] V. Celli, M. Kabler, T. Ninomiya and R. Thomson, *Phys. Rev.*, **131**(1963), 58.
 [20] A. M. Gomez and P. B. Hirsch, *Phil. Mag.*, **36**(1977), 169.
 [21] 崔树范等,物理学报,**28**(1979),791.

MOTION OF ISOLATED DISLOCATIONS
IN SILICON CRYSTALS

BA TU HE YI-ZHEN

(Institute of Metal Research, Academia Sinica)

ABSTRACT

Chemical etching method was used to measure the velocity of isolated dislocations in silican crystals for temperatures in the range of 400—900°C and under stresses in the range of 0.35—13 kg·mm⁻². Dislocation Velocity $v(\tau, T)$ as a function of temperature (T) and stress (τ) satisfies the following equation

$$v(\tau, T) = A\tau^m e^{-\frac{Q}{kT}}$$

where

$$m = 1.02—1.49, \quad Q = 1.96—2.07\text{eV}.$$

Finally, the experimental results obtained on the motion of dislocations in silican single crystals were compared with those derived from the kink model of extended dislocation.