

М. Г. МИЛЬВИДСКИЙ, В. Б. ОСВЕНСКИЙ,
член-корреспондент АН СССР Б. А. САХАРОВ, С. С. ШИФРИН

ОБРАЗОВАНИЕ ДИСЛОКАЦИЙ В СОВЕРШЕННЫХ МОНОКРИСТАЛЛАХ ПОД ДЕЙСТВИЕМ НАПРЯЖЕНИЙ

Получение монокристаллов с заданной дислокационной структурой, в том числе бездислокационных, требует установления в достаточно общем виде связи между особенностями их дислокационной структуры и условиями роста. Основной причиной образования дислокаций в объемных монокристаллах, выращиваемых из расплава, в большинстве случаев являются термические напряжения (¹⁻³). Задачу о связи дислокационной структуры монокристалла с условиями выращивания в этом случае можно разбить на две части: определение поля термических напряжений в кристалле и изучение закономерностей формирования дислокационной структуры под действием этих напряжений.

Недавно нами предложен расчетный метод определения поля термических напряжений в кристалле по температурному полю в нем в процессе выращивания, определяемому экспериментально-расчетным методом (⁴). В данной статье мы остановимся на второй задаче — о связи дислокационной структуры с напряжениями в кристалле. В настоящее время теоретического решения этой задачи не существует, поскольку отсутствуют надежные данные об источниках и механизмах образования и размножения дислокаций в высокосовершенных монокристаллах (т. е. при плотности дислокаций менее 10^4 см⁻²). До сих пор основное внимание уделялось вопросам развития дислокационной структуры в монокристаллах, деформированных до значительных степеней пластической деформации (обычно не менее 0,5%), когда плотность дислокаций превышает 10^5 см⁻². В последнее время появились данные, касающиеся образования и размножения дислокаций в совершенных монокристаллах на ранних стадиях пластической деформации (⁵⁻¹⁰), однако идентифицировать источники дислокаций в этих работах не удалось. Тем не менее, можно, не задаваясь конкретным механизмом образования и размножения дислокаций, сделать некоторые общие выводы.

1) Дислокации в монокристаллах, в том числе и в первоначально бездислокационных, появляются при напряжениях значительно более низких (на несколько порядков величины), чем напряжения, необходимые для гомогенного зарождения дислокаций ($G/30$) (¹¹).

2) При изучении формирования дислокационной структуры необходимо различать размножение дислокаций, присутствующих в кристалле, и образование дислокаций в бездислокационной матрице.

3) Факт выращивания объемных бездислокационных монокристаллов германия и кремния говорит о существовании некоторого порогового напряжения гетерогенного зарождения дислокаций, превышение которого необходимо для образования дислокаций в кристалле.

Обычно дислокационную структуру, сформировавшуюся в кристалле, связывают со степенью пластической деформации, однако при плотности дислокаций менее 10^4 — 10^5 см⁻² пластическая деформация очень мала. В этом случае дислокационную структуру удобнее сопоставлять не со степенью, а с условиями пластической деформации (напряжением, температурой и продолжительностью действия напряжения).

С целью изучения развития дислокационной структуры под действием напряжений в высокосовершенных монокристаллах в широком диапазоне температур вплоть до $T_{пл}$ нами было проведено исследование образования дислокаций в бездислокационном германии (концентрация носителей заряда $\sim 2 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-3}$) в условиях одноосного статического сжатия. Продолжительность выдержки под нагрузкой при заданной температуре, исходя из типичного режима охлаждения слитка, была выбрана равной 5 мин. Образцы имели форму параллелепипеда размерами $3 \times 3 \times 15 \text{ мм}^3$, длинная ось имела направление $\langle 123 \rangle$, а две боковые плоскости были $\{111\}$. Поверхность образцов тщательно обрабатывалась с использованием механической шлифовки и химической полировки. Дислокации выявлялись на боковых плоскостях $\{111\}$ методом селективного травления.

Исследование распределения образовавшихся дислокаций по длине образца показало, что скопления дислокаций вблизи торцов, образовавшиеся

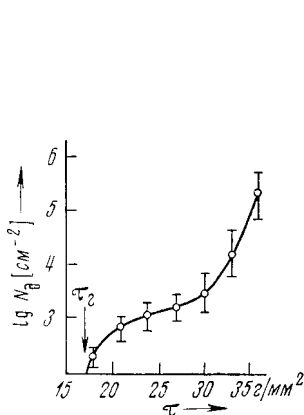


Рис. 1

Рис. 1. Зависимость плотности дислокаций N_d в бездислокационном Ge от величины сдвиговых напряжений τ при температуре 900°C и выдержке 5 мин.

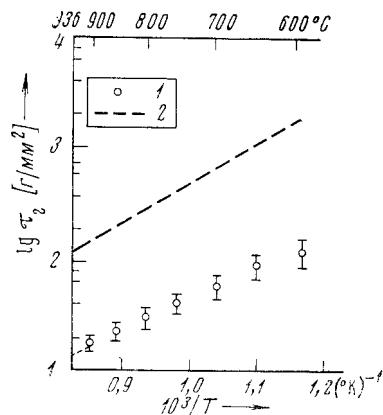


Рис. 2

Рис. 2. Зависимость от температуры критического напряжения гетерогенного зарождения τ_c дислокаций в Ge (1) и напряжения верхнего предела текучести в бездислокационном Ge (2) (¹³)

в результате действия концентраторов напряжения, как правило, ограничивались областью протяженностью 3 мм. Подсчет дислокаций и анализ их распределения проводился для средней части образцов. При исследовании распределения дислокаций по продольным и косым сечениям $\{111\}$, в том числе и методом рентгеновской топографии, не обнаружено существенного увеличения плотности дислокаций у поверхности образцов при температуре испытаний $\geq 800^\circ \text{C}$. Поэтому можно предположить, что при температурах вблизи $T_{пл}$ основная часть дислокаций обусловлена работой объемных источников, хотя природу источников дислокаций установить не удалось.

На рис. 1 представлена зависимость плотности образовавшихся дислокаций от величины приведенных сдвиговых напряжений при температуре 900°C . Наиболее важным результатом является то, что для образования дислокаций в средней части образца требуется напряжение, превосходящее некоторую «критическую» величину, причем величина этого критического напряжения при увеличении продолжительности выдержки в пределах одного часа изменяется слабо. Таким образом, можно ввести понятие «критического напряжения гетерогенного зарождения дислокаций» τ_c , превышение которого приводит к появлению дислокаций в образце. Критичность этого напряжения следует понимать в том смысле, что при напряжениях, превышающих эту величину, резко возрастает вероятность образования дислокаций в единицу времени.

Быстрое увеличение плотности дислокаций при более высоких напряжениях, начиная примерно с 30 г/мм^2 , связано с размножением образовавшихся дислокаций, по-видимому, в процессе их движения (динамическое размножение ⁽¹²⁾). Это подтверждается особенностями распределения дислокаций в зависимости от величины действующих сдвиговых напряжений. При напряжениях, меньших 30 г/мм^2 , дислокации распределяются в объеме образца равномерно, изолированно или группами из нескольких дислокаций, а при более высоких напряжениях в большом количестве появляются линии скольжения.

Зависимость τ_r от температуры приведена на рис. 2, там же изображена зависимость от температуры напряжения верхнего предела текучести $\tau_{\text{вт}}$ для бездислокационного германия ⁽¹³⁾. Во всем диапазоне температур τ_r меньше $\tau_{\text{вт}}$ в 8–10 раз. Экстраполяция τ_r к температуре плавления дает величину $\sim 15 \text{ г/мм}^2$. Есть все основания полагать, что полученные закономерности характерны не только для германия, а вообще для процесса зарождения и размножения дислокаций в совершенных монокристаллах.

Отметим, что оценка τ_r для алюминия и меди по данным ^(9, 10) дает ~ 2 и $\sim 5 \text{ г/мм}^2$ соответственно (при комнатной температуре). Однако эти величины для металлов с температурой меняются слабо, тогда как для германия τ_r существенно повышается с понижением температуры. По-видимому, именно такое различие в зависимости τ_r от температуры обуславливает трудность получения совершенных монокристаллов металлов по сравнению с полупроводниками ⁽¹⁴⁾.

До сих пор в качестве критерия предельно допустимой величины термических напряжений при выращивании бездислокационных кристаллов использовались напряжения не ниже $\tau_{\text{вт}}$ ^(14, 15). Такой выбор критерия нельзя признать обоснованным, поскольку $\tau_{\text{вт}}$ характеризует процесс размножения дислокаций при достаточно высоких плотностях (10^6 – 10^7 см^2) ⁽¹²⁾. τ_r является более подходящим критерием таких предельно допустимых напряжений. Определенное таким образом для бездислокационного германия τ_r достаточно хорошо согласуется с результатами расчета термических напряжений в кристаллах германия, выращиваемых бездислокационными и дислокационными ⁽¹⁶⁾.

Таким образом, полученные данные по количественным закономерностям формирования дислокационной структуры под действием малых напряжений в области высоких температур могут быть использованы для решения задачи о связи дислокационной структуры монокристалла с тепловыми условиями его выращивания. Предлагаемый подход к изучению формирования дислокационной структуры кристаллов, легированных различными примесями, подвергнутых термообработке, имеющих отклонение от стехиометрии (в случае кристаллов соединений типа Al_mV_n) может оказаться весьма полезным для выяснения природы источников дислокаций и механизмов их действия.

Поступило
31 V 1972

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

- ¹ В. Л. Идепбюм, В. И. Никитенко, Сборн. Напряжения и дислокации в полупроводниках, Изд. АН СССР, 1962, стр. 8, 34. ² P. Penning, Phil. Res. Rep., 13, 79 (1958). ³ М. Г. Мильвидский, В. Б. Освенский, Сборн. Современные проблемы кристаллографии, «Наука», 1972. ⁴ Н. А. Авдонин, С. С. Вахромеев и др., ДАН, 200, № 2 (1971). ⁵ F. Meier, Zs. Phys., 168, 10 (1962). ⁶ R. Waga-tsuma, K. Kojima, K. Sumino, J. Appl. Phys., 42, 867 (1971). ⁷ T. Suzuki, K. Kojima, Acta Met., 14, 33 (1967). ⁸ V. Cannan, J. Washburn, J. Appl. Phys., 41, 3589 (1970). ⁹ B. Nøst, E. Nes, Acta Met., 17, 13 (1969). ¹⁰ F. W. Young, F. A. Sherill, J. Appl. Phys., 42, 230 (1971). ¹¹ Д. Халл, Введение в дислокации, М., 1968, стр. 164. ¹² Н. Alexander, P. Haasen, Solid State Phys., 22, 27 (1968). ¹³ J. R. Patel, P. E. Freeland, J. Appl. Phys., 38, 3087 (1967). ¹⁴ Б. М. Туровский, Физ. и хим. обработки матер., 6, 40 (1970). ¹⁵ О. В. Цивинский, Физ. мат. и металловед., 25, 1013 (1968). ¹⁶ М. Г. Мильвидский, В. Б. Освенский и др., Механизм и кинетика кристаллизации, тез., Минск, 1971, стр. 97.