

# 硅 中 位 错 运 动 速 度\*

洪 晶 叶 以 正

(哈尔滨工业大学)

## 提 要

本文用化学侵蚀法显示了硅晶体印压产生的位错。测量了在不同温度、不同切应力下“花结”上刃型(或  $60^\circ$ )位错的运动速度。设位错运动是热激活的,激活能为  $\sim 2.94$  eV。比较了  $900^\circ\text{C}$  下刃型(或  $60^\circ$ )位错及螺型位错的速度,后者较小。在不同样品上进行速度的测定,说明原生位错对形变位错运动有阻碍作用。观察到原生位错和晶界位错在外加力作用下的增殖,对位错在增殖中的速度进行了测量。讨论了本工作所用的实验方法,并分析了影响速度测量值的某些因素。

## 一、引 言

位错运动的研究是位错理论研究中最基本的问题之一,研究位错运动的速度是研究位错动力学性质的基础。Gilman 最先测定了 LiF 晶体中单个位错运动的速度<sup>[1]</sup>。近年来,在 NaCl<sup>[2]</sup>, Mg<sup>[3]</sup>, Si-Fe<sup>[4]</sup> 及半导体 Ge, Si, GaSb, InSb<sup>[5,6]</sup> 等一些材料上都有人进行过位错运动速度的实验研究;也曾有人对位错运动速度与外加应力及温度的依赖关系进行过一些理论分析<sup>[7-12]</sup>。Johnston 等人提出,在离子晶体中,阻碍位错运动的主要因素是杂质等晶格缺陷和位错割阶的作用<sup>[13,14]</sup>。但是这个结论对具有高派-纳力的晶体是不合适的。由于阻碍位错运动的各种因素十分复杂,因而很难提出一种能够指导我们正确分析各种晶体中位错运动速度实验结果的较为完善的理论。在具有高派-纳力的半导体材料 Ge, Si 中,位错运动的实验工作目前还比较少,实验数据还很不充分。关于 Ge 中位错运动速度的理论分析有一些工作可供参考<sup>[12]</sup>,而在 Si 中有关的分析尚未见到。

我们的工作是在 Si 单晶上用化学侵蚀法测量在不同温度、不同外加应力作用下位错环上位错线段的运动速度,并对得到的结果作了初步的讨论。

## 二、实 验 方 法

实验中所用矩形样品的长边为  $\langle 110 \rangle$ ,短边为  $\langle 112 \rangle$ ,印压面为  $\{111\}$  (图 1),样品尺寸约为  $1 \times 2 \times 25\text{mm}^3$ 。按上述尺寸切割出样品以后,用 304 号金刚砂研磨,用水清洗、抛光,测量样品尺寸。将金刚砂粉撒在样品的  $\{111\}$  面上,然后放入硅碳棒炉中,在  $900^\circ\text{C}$  下进行印压,以获得印压花结。为避免花结平行的星芒中位错形成稜柱形位错环,印压后在炉内立即做三点弯曲,使花结上柏格斯矢量在印压面内的第一类位错环滑移而形成不对称的星芒<sup>[15]</sup>。形变后从炉中取出样品,侵蚀显示位错,结果如图 2 所示。

\* 1965 年 1 月 18 日收到。

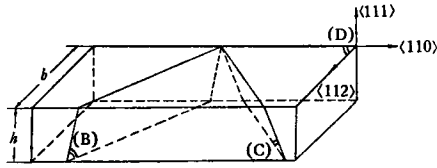


图 1 样品取向示意图  
(D) 是印压面, (B) 和 (C) 是二个等效{111}滑移面

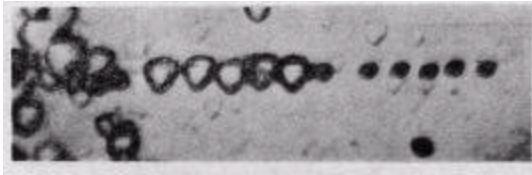


图 3 位错运动后再侵蚀的照片( $\times 383$ )  
位错的蚀斑成为三角形平底蚀斑

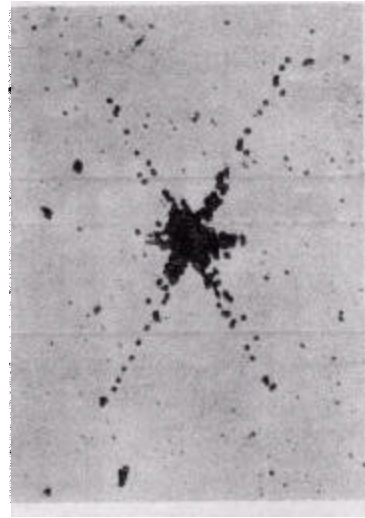


图 2 不对称的印压花结( $\times 201$ )

将经过上述处理的样品置于硅碳棒炉中,在一定温度下(700—900℃)进行三点弯曲,这样就在样品上、下两面分别造成压应力和张应力,在这种外加应力的作用下,位错线段发生运动。除去载荷后,使样品冷却,进行第二次侵蚀,结果如图 3 所示。第二次加力前位错线露头处的蚀斑在第二次侵蚀时变为较大的平底蚀斑,加力后位错线运动到新位置,在它们的露头处出现较小的位错蚀斑。

加力前后新旧蚀斑间的距离代表外加力作用下位错线段沿观察面运动的距离,用微米尺测量其数值;加外力的时间即为位错线段运动所经历的时间,用普通秒表和电秒表(同步计时器)测量。在位错运动速度和外加应力关系曲线上所标示的应力值  $\tau$  是位错环所在滑移面上的最大切应力值,即样品表面处的切应力分量:

$$\tau = 0.41 \frac{3Px}{bh^2}, \quad (1)$$

其中  $x$  是由支承刀刃到花结星芒的距离,  $P$  为外加力,  $b$  和  $h$  分别表示样品的宽度和高度。由于采用三点弯曲法,位错线段在运动过程中经过样品表面各个位置时应力值是不同的,在我们的计算中采用了从运动开始到运动终了,两蚀斑中间位置的切应力。应力和速度值的最大测量误差均在 5% 左右。

当应力较大,位错线发生增殖时,我们用领先位错的运动做为计算位错速度的依据,每条速度-应力曲线是根据 100—200 个实验数据按算术平均法画出的。曲线上的每一个点代表 5—10 个实验数据的平均值。

### 三、实验结果

1. 从我们对在集中力作用下印压花结位错几何结构的分析<sup>[12]</sup>,已经知道在{111}印压面的花结星芒上的蚀斑是第一类位错环的刃型部分或 60° 位错在印压面的露头(图 4),根据 {111} 印压面上花结星芒蚀斑的位置变化,可以得到 60° 或刃型位错的运动速度。(三点弯曲是以<112>为弯曲轴进行的。)我们测得了在 700℃ 到 900℃ 之间几个温度下位

错运动速度与外加应力的关系曲线,其中700°C和900°C下的曲线关系由图5和图6给出.由图中看出,应力与位错运动速度在双对数坐标中成直线关系.几种温度下直线的斜率见表1.

温 度	斜 率
900°C	1.00
800°C	1.12
700°C	1.11

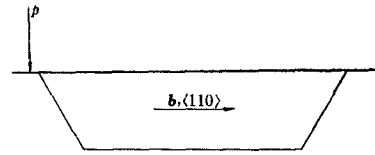


图4 第一类位错环示意图

这些结果比 Chaudhuri 等人<sup>[5]</sup>在 Si 中所得到的数据略小.

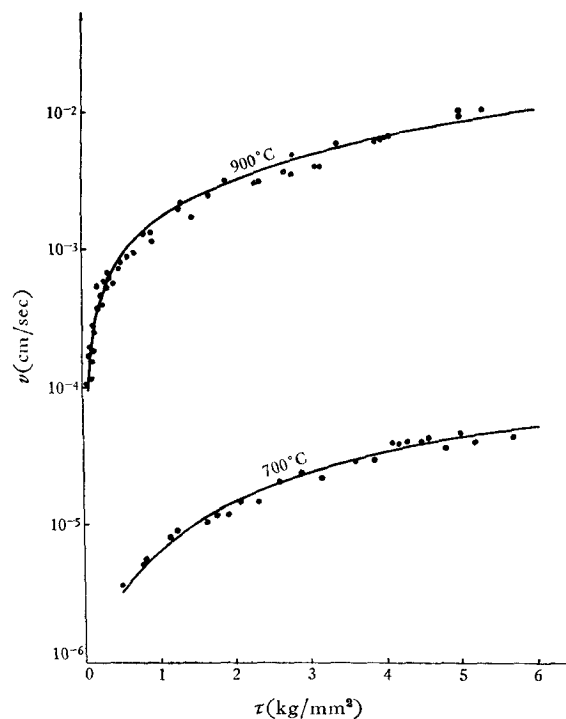


图5 速度-应力关系

当温度为900°C时,外加切应力小于 $\sim 80 \text{ g/mm}^2$ ,加力时间长达半小时,没有发现位错的运动;切应力大于 $6 \text{ kg/mm}^2$ 时,样品发生脆断.实验中发现,如晶体中原有位错密度较大,则花结中位错线发生运动的临界切应力较高,同样切应力下位错运动的速度也较小.

图7是在几种外加切应力的作用下,位错运动速度与温度的关系曲线.由图7得到位错运动的激活能 $E \approx 2.94 \text{ eV}$ ,略高于 Chaudhuri 等<sup>[5]</sup>所得到的数值.

常用下面的公式来表达位错运动速度、温度及外加应力三者之间的关系:

$$v = A\tau^n e^{-E/kT}. \quad (2)$$

在我们实验中 $n \approx 1$ , $E$ 几乎与应力无关.

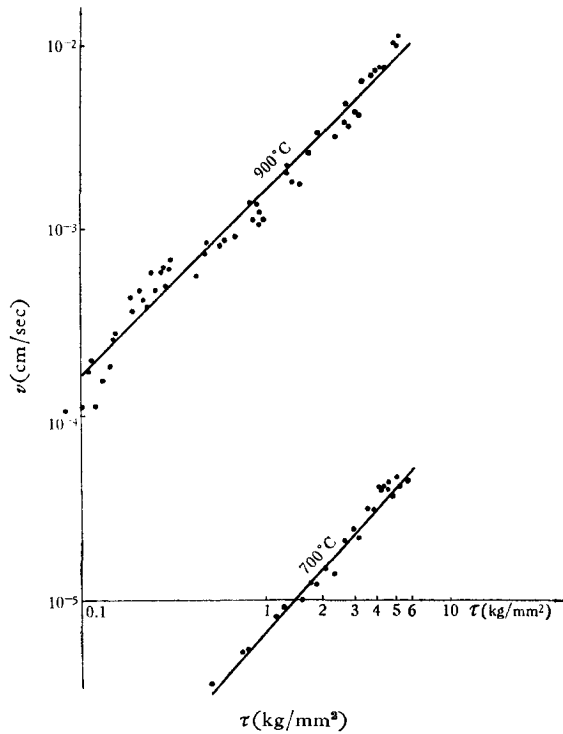


图6 速度-应力关系

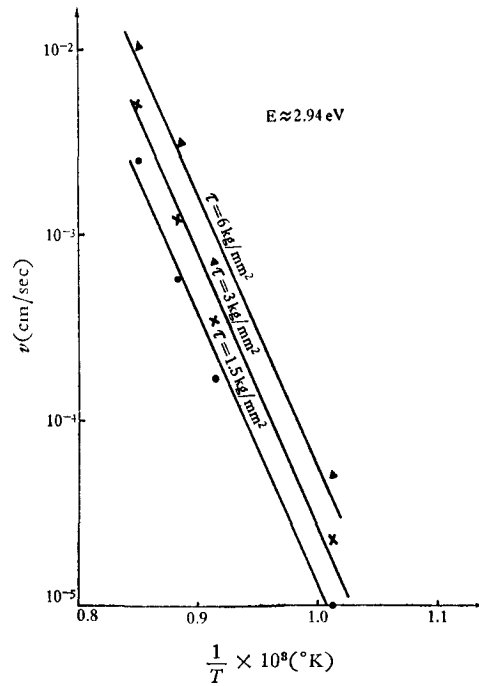


图7 速度-温度曲线

2. 我们用侵蚀-抛光-侵蚀的方法分别观察运动前后花结星芒上位错线的取向<sup>[15]</sup>, 得到以下两点结果:

(1) 位错线段在温度较低或应力较小时,即在运动较慢的情况下,运动过程中都趋向形成  $60^\circ$  位错;而在高温、高应力下,即在位错运动速度较高时,运动过程中靠近晶体表面部分的位错线段都趋向形成刃型位错,但进入晶体较深部分又都是  $60^\circ$  位错。因而可以认为在 Si 中  $60^\circ$  位错是比较稳定的,而当位错运动速度较高时形成刃型位错是由于表面阻碍位错运动的结果,图 8(a), (b) 分别表示在以上两种情况下,位错环一端的示意图。

(2) 在大小十分接近的外加切应力的作用下,比较了一些表面露头部分为  $60^\circ$  和刃型位错的运动速度,没有得到可以区别两种位错运动速度的有规律的实验数据。

3. 在  $\{111\}$  面上印压,所得到的第一类环的底部是螺型位错线段 (图 4),将样品沿  $\{112\}$  面磨去一层,直到花结上星

芒部分的中部(图9(a)),则在  $\{112\}$  面显示出此花结的蚀斑就是第一类位错环中螺型线段

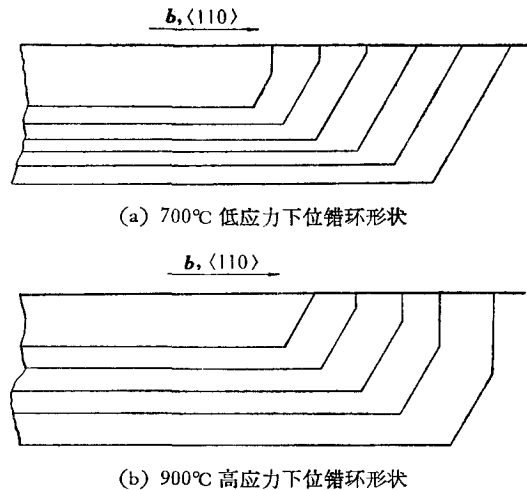


图 8

的露头(图 9(b)),测量在外力作用下螺线段运动的距离(图 9(c)),就可以得到螺型位错的运动速度(加力的弯曲轴为 $\langle 111 \rangle$ )。图 10 给出  $900^\circ\text{C}$  时螺型位错运动速度和应力的关系曲线,由图中看出,螺型位错运动速度低于  $60^\circ$  或刃型位错运动速度,这与 Kabler<sup>[6]</sup> 得

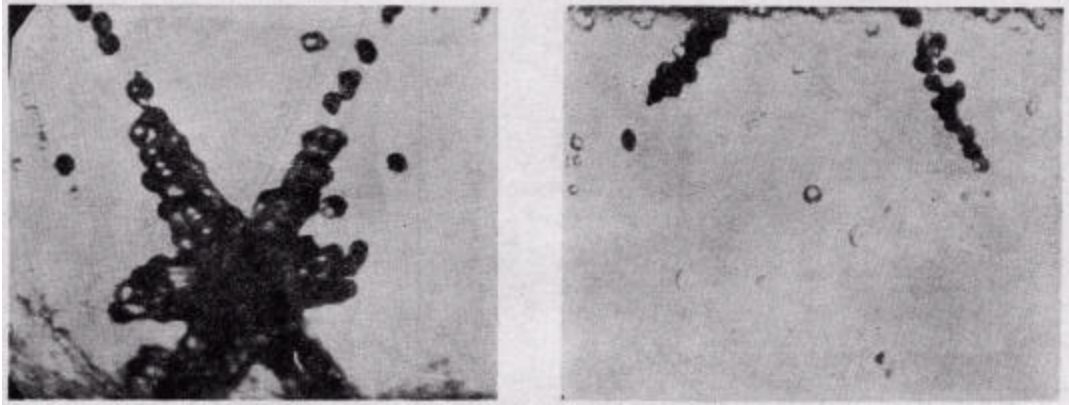
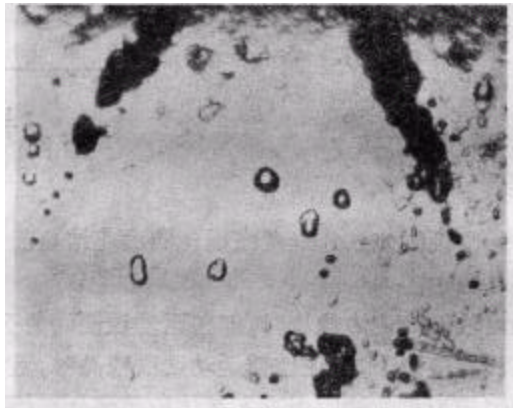
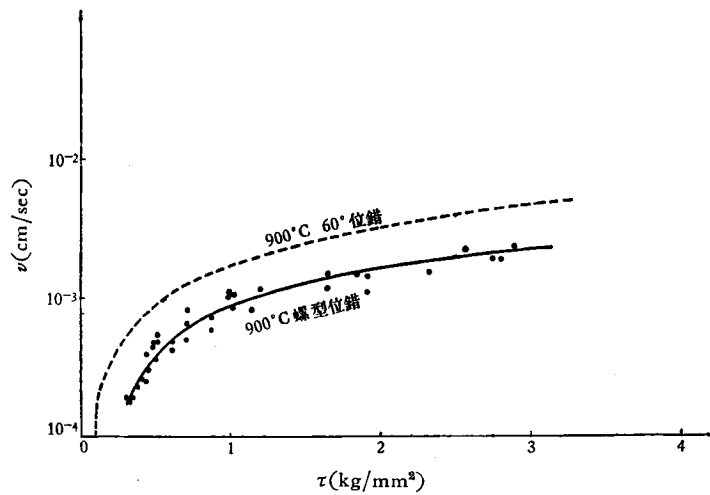
(a)  $\{111\}$  印压面花结形状( $\times 201$ )(b)  $\{112\}$  侧面花结形状( $\times 201$ )(c) 第二次侵蚀后, $\{112\}$  侧面花结形状( $\times 201$ )

图 9 用来测量螺型位错运动速度的花结

图 10 螺型位错速度-应力关系与  $60^\circ$  (或刃)位错比较

到在 Ge 中低应力下螺型位错速度大于  $60^\circ$  位错速度的结论不同,而与 Dash 等人<sup>[16]</sup>在 Si 中进行工作得到的结论相符合。

4. 以上实验都是在电阻率为  $10-20\Omega \cdot \text{cm}$ 、原生位错密度为  $10^2-10^4 \text{cm}^{-2}$  的  $p$  型 Si 单晶样品上进行的。我们还对电阻率为  $\sim 0.7\Omega \cdot \text{cm}$ 、原生位错密度为  $10^{-1}-10^{+3}\text{cm}^{-2}$  的  $n$  型 Si 单晶样品测量了  $700^\circ\text{C}$  时位错运动的速度。发现,当  $n$  型样品中原生位错密度很小 ( $\sim 10^{-1}\text{cm}^{-2}$ ) 时,印压引入的位错运动速度略高于在同一外加应力作用下  $p$  型样品中的位错运动速度(平均值)(图 11),而当  $n$  型样品中的原生位错密度与  $p$  型样品中的原生位错密度相近时,得到的位错运动速度与外加应力的关系曲线和  $p$  型样品中得到的一样。

5. 我们观察到单个原生位错和晶界位错在外加力作用下发生了增殖和运动(图 12),关于它们的增殖机构这里不作讨论。测量了  $900^\circ\text{C}$  温度下原生位错和晶界位错增殖中领先位错的运动速度(图 13)。实验结果指出,

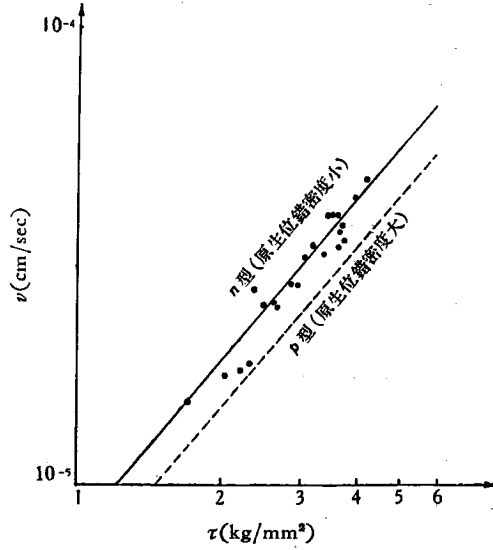
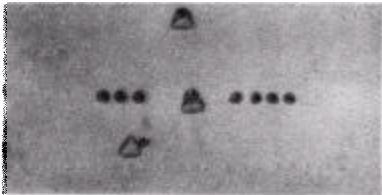


图 11 原生位错密度小与原生位错密度大的样品中印压位错速度-应力关系的比较



(a) 单个原生位错的增殖和运动( $\times 201$ )



(b) 晶界位错的增殖和运动( $\times 201$ )

图 12

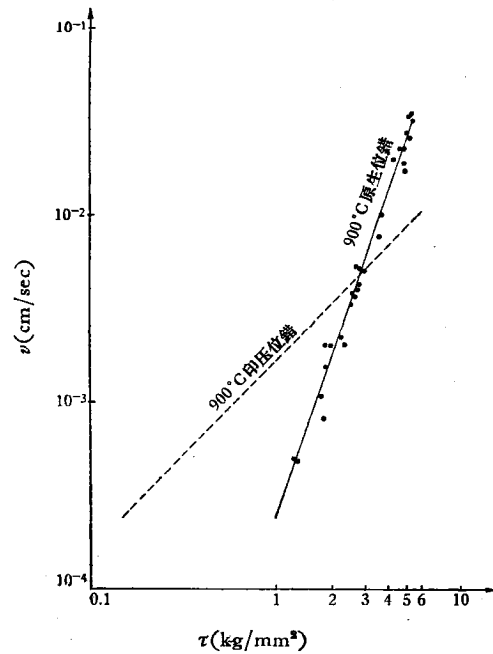


图 13 原生位错与印压位错速度-应力关系的比较

在低应力下,原生位错和晶界位错在增殖中的运动速度比印压引入的新位错环上位错线段的运动速度低,且位错开始运动的临界切应力较高,测得的速度数值分散度也较大;在高应力下,原生位错和晶界位错增殖中的运动速度比印压引入的新位错运动速度高;中等应力时,相差不多。

## 四、討 論

### 1. 关于实验方法.

Chaudhuri 等人<sup>[5]</sup>用三点弯曲法使 Si 单晶表面划痕处的位错发生运动,测量领先位错离开划痕的距离来确定位错运动的速度,由于划痕处位错密集,运动过程中领先位错受到后面同号位错的斥力,因而用这种方法测得的位错运动速度应该稍高于单个位错环中位错线段的运动速度。

根据位错的弹性理论,简单的计算表明,在大多数情况下,当星芒前端相邻位错蚀斑间距大于  $20\mu$ 、外加应力大于位错运动临界切应力时,相邻位错间的弹性作用可以忽略不计。在我们的实验中,就是选取满足上述条件的蚀斑进行测量的。

Kabler<sup>[6]</sup>测量 Ge 中位错运动速度时,采用的方法是在样品表面印压,获得花结,抛光到只留下几个位错环,再进行弯曲形变,然后测量位错速度。我们认为我们所采用的方法更为方便,而且容易确定位错类型。

2. Celli<sup>[17]</sup>等曾经对 Si 中位错运动受到的派-纳阻力进行了计算,得到派-纳能  $E_p = 0.38 \times 10^7$  eV/cm。如设派-纳势能做正弦分布,则派-纳力有如下数值:

$$p = 16 \times \frac{E_p}{a^2} \approx 3.3 \times 10^2 \text{ kg/mm}^2,$$

其中  $a$  是 Si 的晶格常数。

可见在 Si 中,晶格势垒对位错运动的阻力是很大的。Kabler 等人认为它是阻碍 Ge, Si 等具有高派-纳力晶体中位错运动的最主要因素<sup>[12]</sup>。Lothe 等人只考虑了派-纳力的阻碍作用,对位错运动速度与外加应力、温度等关系进行了分析<sup>[7]</sup>,在他们所给出的结论中可以看到:位错运动速度  $v$  正比于外加切应力值  $\tau$ ,并存在一个与应力无关的激活能。我们的实验结果(见公式(3))是与上述结论相符合的。

在我们测量位错运动速度时,发现实验数据分散度较大,在一个花结的不同支星芒上,虽然外加应力差别极小,但位错运动速度有时甚至偏差 50%—70%,这样大的分散情况大大超过了测量可能引入的误差范围。关于这种分散较大的原因,至少存在以下几种情况:

(1) 如前所述,对原生位错密度较大的  $p$  型 Si 单晶,位错运动的临界切应力大于原生位错密度较小者,且运动速度的平均值也较低;对  $n$  型样品,当原生位错密度小于  $p$  型样品时,位错运动速度的平均值较高(图 11),而当原生位错密度与  $p$  型样品的原生位错密度相近时,两者位错运动速度一样。由此可以看出,原生位错是阻碍位错运动的一个因素。这是因为位错在运动过程中,与晶体原生位错相交割,将形成割阶、空位或结点等,对位错的运动起阻碍作用。关于这种机制 Dash 等人<sup>[18]</sup>用侵蚀法进行过实验观察工作。

(2) 由于采用弯曲法加应力,在样品中形成的张、压力沿样品高度方向由表面处的最

大值直线减小到中性层处的零。因此，具有一定长度的位错线段的各部分所受的应力大小是不相同的，前面采用的标示应力值是表面处的应力值[公式(1)]，当位错环愈大时，标示的切应力值与位错线段在晶体中所受到的平均切应力值的偏差愈大。

此外，由于我们是利用位错环的一个边来测量位错的运动速度，因而在一段位错线运动时，必然伴随着位错环的长大。外加力除由于策动位错线段运动而做功外，还要因拉长位错线段而做功。由于我们用来测量速度的位错环的尺寸不完全一致，也会引起测量数值有较大的分散度。

(3) 关于杂质、空位等点缺陷对位错运动的阻碍，我们这里没有进行研究。

3. 从单个原生位错与晶界位错增殖中的运动情况来看，Si 中原生位错至少在 900°C 下受杂质的钉扎作用是不太严重的。使单个原生位错与晶界位错运动的临界切应力比由印压引入的位错环运动的临界切应力大，在低应力下位错运动速度也较小，这可能是由于存在一定的钉扎，而且同时存在运动和增殖两个过程的关系。在高应力作用下，F-R 源增殖得很快，新生的位错环沿滑移面堆积，造成对领先位错较大的推动力，这种附加的推动力可能是促使领先位错运动速度较高的原因。

汤有华同志参加了本文中有关的全部实验工作。

### 参 考 文 献

- [1] Johnston, W. G., Gilman, J. J., *J. Appl. Phys.*, **30** (1959), 129.
- [2] Гутманас, Э. Ю., Надгорный, Э. М., Степанов, А. В., *ФТТ*, **5** (1963), 1021.
- [3] Ansell, G. S., Roblin, M. J., Goodrich, R. S., *J. Metals*, **13** (1961), 662.
- [4] Stein, D. F., Low, J. R. Jr., *J. Appl. Phys.*, **31** (1960), 362.
- [5] Chaudhuri, A. R., Patel, J. R., Rubin, L. G., *J. Appl. Phys.*, **33** (1962), 2736.
- [6] Kabler, M. N., *Phys. Rev.*, **131** (1963), 54.
- [7] Lothe, J., Hirth, J. P., *Phys. Rev.*, **115** (1959), 543.
- [8] Van Bueren, H. G., *Physica*, **25** (1959), 775.
- [9] Van Bueren, H. G., *Physica*, **26** (1960), 997.
- [10] Haasen, P., *Acta. Met.*, **5** (1957), 598.
- [11] Tomoyuki, Takeuchi, *J. Phys. Soc. Japan*, **16** (1961), 1682.
- [12] Celli, V., Kabler, M., Ninomiya, T., Thomson, R., *Phys. Rev.*, **131** (1963), 58.
- [13] Johnston, W. G., *J. Appl. Phys.*, **33** (1962), 2050.
- [14] Fleischer, R. L., *J. Appl. Phys.*, **33** (1962), 3504.
- [15] 洪 晶、叶以正, *物理学报*, **21** (1965), 1475.
- [16] Dash, W. C., *Дислокации и мех. св-ва кристаллов* (Изд. иностр. литер. Москва, 1960), 60.
- [17] Celli, V., *J. Phys. Chem. Solids*, **19** (1961), 100.
- [18] Dash, W. C., *J. Appl. Phys.*, **29** (1958), 705.



## VELOCITY OF DISLOCATIONS IN SILICON CRYSTALS

HUNG CHING    YEH E-CHENG

*(Harbin University of Technology)*

### ABSTRACT

The chemical etching method is used to reveal dislocations produced by indentation on silicon single crystal specimens. Edge (or  $60^\circ$ ) dislocation velocities are measured under different shear stresses and at different temperatures (700—900°C). By assuming that the motion is thermally activated, the corresponding activation energy is obtained to be  $\sim 2.94$  eV. Velocities of edge (or  $60^\circ$ ) dislocations and screw dislocations at 900°C are compared, the latter being smaller. Measurements of dislocation velocities on different specimens show the retarding effect of as-grown dislocations. Dislocation multiplication is observed from as-grown dislocations and from grain boundaries. Dislocation velocities in process of multiplication are measured. Factors affecting the measured values of dislocation velocities are discussed.