

锑化铟单晶中 α 位错的运动速度*

俞振中 金 刚 陈新强 马可军 曹菊英 许 平
(上海技术物理研究所)

提 要

采用二次腐蚀技术研究了纯净及掺杂晶体内的 α 位错的运动速度与浓度及应力的关系。实验表明, InSb 晶体内的位错运动速度具有明显的热激活性质。与纯样品相比, N 型掺杂晶体的激活能较小, 位错速度相应增加, 而在 P 型掺杂晶体中, 激活能值明显增加, 位错速度显著减小。依据 α 位错受主性质, 对实验现象进行了解释。

一、引言

在半导体器件的制作过程中, 往往需要采用一些加热及会使晶片内产生应力的工艺。此时, 晶体表面上偶然引起的损伤或其他固有缺陷很可能将成为一个位错源, 增殖出大量的新位错, 影响器件的质量。因此, 掌握晶体位错的产生和运动规律, 及其与晶体结构, 其他缺陷和杂质的关系, 不但对于晶体原子运动本质与各种电子能态的深入了解, 对于位错理论的进一步发展具有很大意义, 而且对于器件工艺的定向设计也有相当的实际价值。

自吉尔曼等首次采用腐蚀坑法测定了 LiF 晶体内单个位错的速度以来^[1], 已对许多半导体材料内的位错运动速度进行了大量的实验研究与理论探讨。近年来, 电活性杂质对位错速度的影响已为大家所重视^[2,3]。实验指出, 对于 Ge、Si 等半导体晶体, N 型、P 型与中性杂质对于位错速度具有截然不同的影响^[4,5], 表明杂质与位错本身的电学性质是影响位错运动速度的重要因素。与 Ge、Si 晶体相比较, InSb 晶体内存在着较低的派-纳力^[6], 因此, 杂质对位错运动速度将具有较大的影响。深入地研究这一问题, 显然有助于对位错运动机制的进一步了解。为此, 我们测量了各种温度与应力下 InSb 晶体中 α 位错运动速度与掺杂类型和浓度之间的关系。为便于比较, 也提供了不掺杂样品内 α 位错运动的速度数据。

二、实验方法

1. 样品制备与位错源的产生

试验样品取自于直拉法制备的 InSb 单晶锭条, 砧晶取向为 [111], 所需杂质亦在拉制单晶时掺入。样品切成 $15 \times 25 \times 2$ 毫米的长方体, 各晶面的取向如图 1 所示。为获得

* 1980年2月28日收到。

位错源，在(111)晶面中部用不锈钢针尖沿[110]取向划一道深约50 μm的刻痕，随后在300℃温度下，用三点弯曲法在图1的箭头A处，以1kg左右的负荷加压数分钟。取出后用HNO₃:HF=1:1的溶液腐蚀，即可在刻痕一边看到一片离源远达数百μm以上的二次位错蚀坑，如图2所示。借助于这些位错蚀坑，即可进行各种温度与应力条件下位错速度的测定。

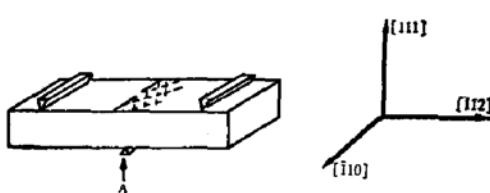


图1 样品取向与三点法受压

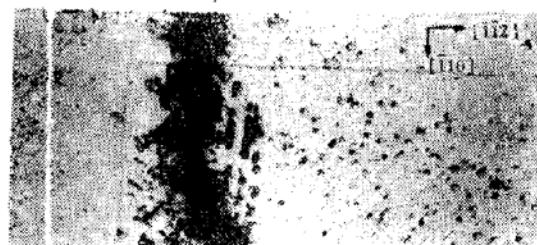
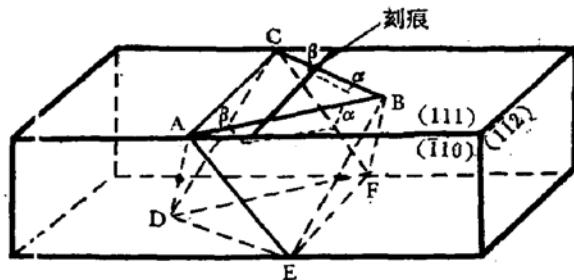


图2 (111)晶面上以刻痕为源的二次位错蚀坑(×80)

2. 位错类型的确定

图3简明地指出了位错半环的形成过程。长方体的晶轴取向同图1，夹在长方晶体内的ABCDEF为一个由{111}晶面构成的八面体。显然，在如图1所示的三点法弯曲应力作用下，由CBF表示的一组晶面(111)-(111)及由ABE表示的一组晶面(111)-(111)为主滑移面。由于晶体上表面ABC受到的为拉伸力，因此，以V族原子Sb组成的晶面(111)和(111)将向左移动，而以III族原子In组成的晶面(111)和(111)将向右移动，形成如图3所示的位错半环形式。显然， α 位错出现在伤痕右边，并不断向右运动，而 β 位错出现在刻痕左边，并在张力下不断向左运动。位错半环中与(111)晶面平行的一段为螺型位错。不过，它有时也可能为 α 或 β 位错，这取决于柏格斯矢量的指向。然而，不难证明，在我们的实验条件下， α 位错永远不会出现在刻痕的左边，同时 β 位错也不会出现在刻痕的右边。图2表明，一般情况下，配方为HNO₃:HF=1:1的溶液仅能显示 α 位错蚀坑。

图3 InSb 晶体内 α 、 β 位错的确定

3. 滑移面上分解切应力的计算

在我们的实验条件下，可采用通常的纯弯曲正应力公式计算滑移面上的分解切应力

$$\tau = \frac{3PI}{2bh^2} \cos \Phi \cos \gamma \quad (1)$$

其中，P为三点弯曲时所加的负荷，I为伸张面上二支点间距，h与b分别为样品厚度和宽度，Φ、γ分别为拉伸张力方向[112]与位错滑移方向[011]、[101]及滑移面法向[111]、[111]之间的夹角，算得 $\cos \Phi \cos \gamma \approx 0.41$ 。

由于被测量的位错往往不处于样品中心，该处所受的分解切应力将小于由上式得到的计算值。为减小由此所引入的误差，尽可能把I值取大一些，并使被测量的位错部位尽

可能对准加压的劈刀。

4. 背应力值的估算

实验表明，在不加外应力的情况下，由于背应力的存在，位错半环有一种向内收缩的趋势。为估计背应力的数值，对各种样品，测量了不加应力时位错向源后退的平均速度与

温度的关系，如图 4 所示。实验表明，除 Te 掺杂样品外，背应力值与温度有关。与外应力作用下的位错速度数据相比较，可以断定，随着温度的升高，背应力值将迅速减小。而对于各种样品，估计得 200℃ 时的背应力数值约为 150—200 g/mm²，与斯弟哈特的数据相近^[7]。图 5 为 $T = 197^\circ\text{C}$ 时，在二种外应力的作用下，纯样品内的位错速度与该位错离源距离的关系。图中，纵坐标的正值表示在外应力的作用下向远离源的方向运动。而负值则表示，由于背应力起主要作用，位错作向源的后退运动。由图可见，背应力的数值也与位错半环的大小有关。当位错离源 1 mm（滑移距离）以上时，背应力的影响可以忽略。

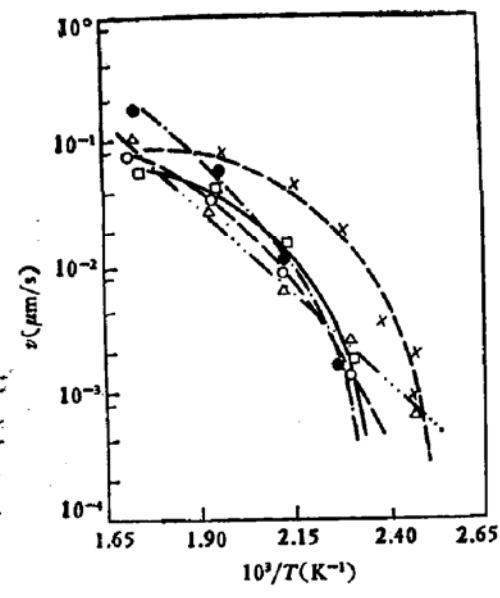


图 4 不加外应力时，位错后退速度与温度的关系

..... 纯样品
- - - - 掺 Se $1 \times 10^{18}/\text{cm}^3$
— 掺 Cd
- - - - - 掺 Zn $2 \times 10^{18}/\text{cm}^3$
- - - - - - 掺 Te

5. 位错速度的测量

单个位错的速度由二次腐蚀法测定，将已引入二次位错并经上述腐蚀剂腐蚀后的样品，继续在一定的温度与应力下用三点法加压一段时间 Δt 。取出腐蚀后，发现原来的位错蚀坑已变成平底，趋于消失，而在原蚀坑的前方出现了一个新的对应的位错蚀坑，如图 6 所示。设新旧蚀坑之间的距离为 Δx ，那么，某个位错在该温度与应力作用下的平均运动速度可由下式求得

$$V_i = \frac{\Delta x_i}{\Delta t} \quad (2)$$

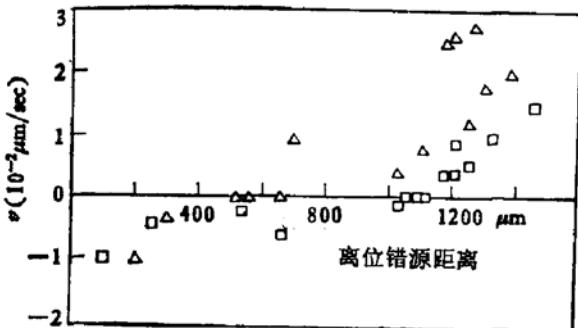


图 5 位错运动速度与离源距离的关系
□ 100 g/mm² △ 150 g/mm²

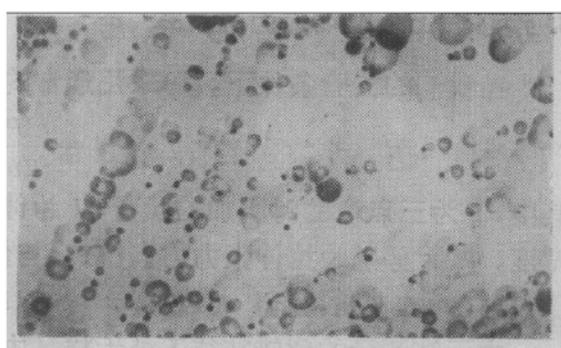


图 6 腐蚀坑法显示的位错运动($\times 200$)

由于多种原因的影响，实验发现，在相同的温度与应力作用下，同一样品上不同位错的速度差别很大，我们在下节测得的速度为大量数据(N 等于几十乃至几百)的平均值

$$V = \frac{\sum_{i=1}^N \Delta x_i}{N \Delta t} \quad (3)$$

为减小低应力情况下背应力对位错速度值的影响，被测位错应选得离源尽量的远。

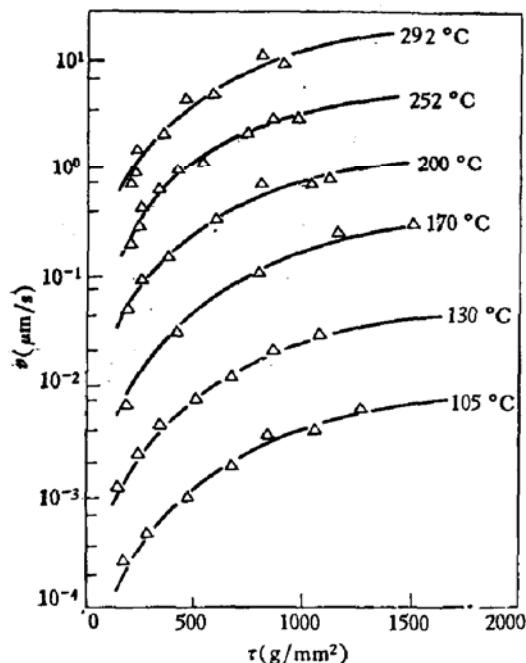


图7 位错速度与外应力的关系

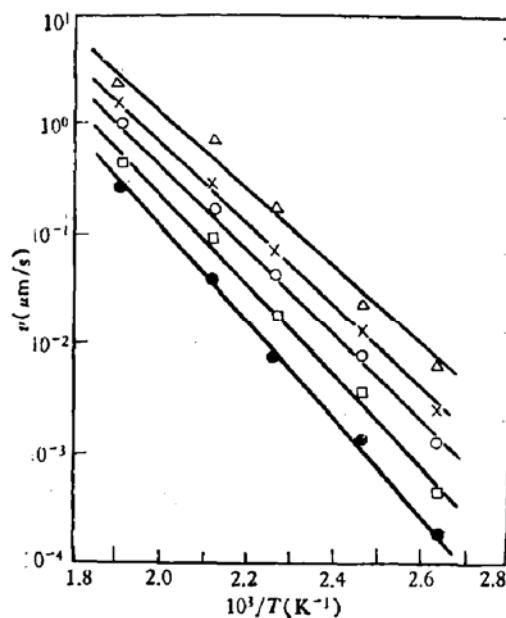


图8 位错速度与 $1/T$ 的关系

τ (g)	Q (eV)
△ 1100	0.69
× 700	0.73
○ 500	0.78
□ 300	0.81
● 150	0.89

三、实验结果

1. 纯样品内的位错运动速度

纯样品由提纯材料直接拉得，电子浓度为 $1-5 \times 10^{14}/\text{cm}^3$ ，迁移率为 $3-5 \times 10^5 \text{ cm}^2/\text{sec} \cdot \text{V}$ 。

实验测得纯样品内位错速度与温度及分解切应力的关系如图7、图8所示。由图可见，位错运动速度具有热激活的性质，随着温度的升高，速度值迅速增大。对于相同的温度，在小应力区域，位错速度随应力的增大迅速增大。而当应力足够大时，速度值的上升趋势渐渐变慢，甚至趋于平直。相应于同一个分解切应力， $\ln v$ 与 $1/T$ 具有很好的线性关系，这说明位错运动具有一个确定的热激活能 Q 。实验还表明， Q 值与外加的分解切应力之间似乎满足如下的双曲函数表式：

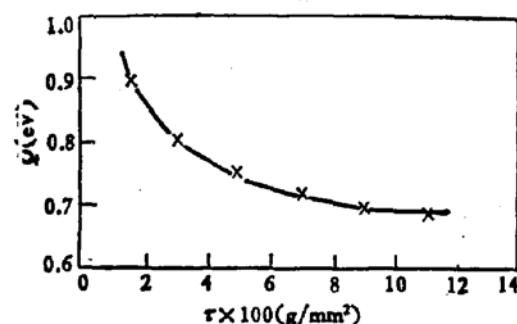
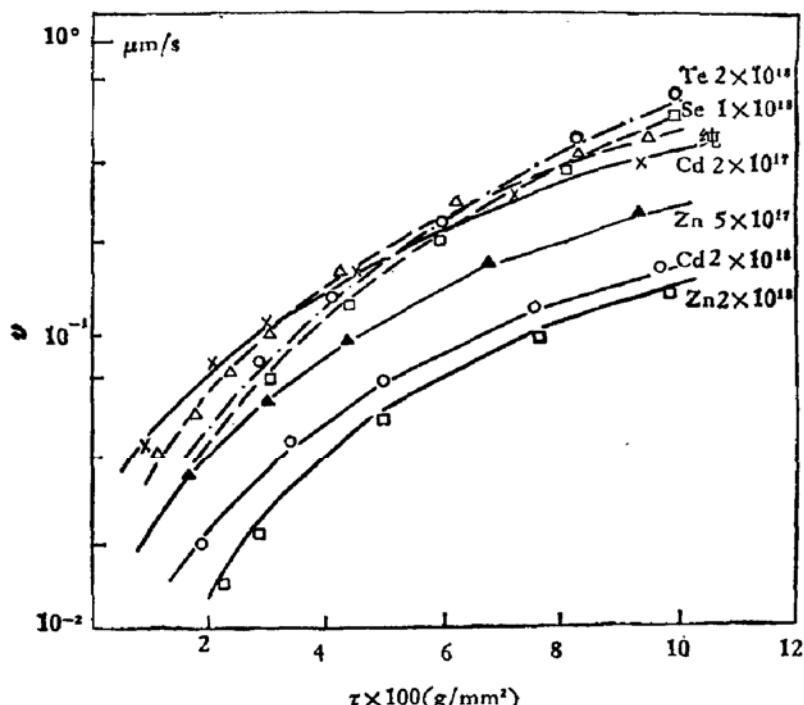


图9 激活能随应力的变化

图 10 摳杂晶体内位错速度与外应力的关系 $T = 200^\circ\text{C}$

$$Q = Q_0 + \frac{A}{\tau} \quad (4)$$

如图 9 所示, 当应力增大时, $Q \rightarrow Q_0$, $Q_0 \approx 0.68 \text{ eV}$, 而当应力减小时, Q 值迅速变大。

2. 摳杂样品内的位错速度

图 10、图 11 分别为撃杂晶体内的位错速度与应力及温度的关系曲线。显然, 它们的形状与纯样品相似。然而, 对于相同的温度与应力, 摳有 Zn, Cd 的 P 型样品的位错运动速度已显著减小。对于 P 型撃杂晶体, 比纯试样具有较大的位错运动激活能, 且随撃杂浓度增加而逐渐增大, 速度相应减小。然而, 在撆 Zn、撆 Cd 晶体内, 未发现激活能值与外应力的明显关系。

对于撆 Te 样品, 一般来说位错运动速度要明显地高于纯样品的数值, 激活能较低。然而在外加的应力比较小时, 撆 Te 样品的速度却又比纯样品小, 这说明 Te 摳杂样品中使位错开始运动的临界应力较大。并且, 在撆 Te 晶体内, 位错运动速度与应力具有较大的依赖关系, 速度随外加应力上升得较快。

在 Se 摳杂晶体内, 位错运动的速度数据较为复杂, 如图 12 所示。实验表明, 当 Se 摳杂浓度较低时, 位错速度与纯样品接近, 激活能亦变化不大, 并随切应力的增加有增大的趋势。然而当撃杂浓度进一步增至近 $5 \times 10^{18}/\text{cm}^3$ 以上时, 位错速度将明显降低, 开始运动的临界应力大大增加。激活能也相应地变得很大, 并随应力的减小迅速增大。显然, 这时杂质 Se 对位错的钉扎效应已变得十分明显。

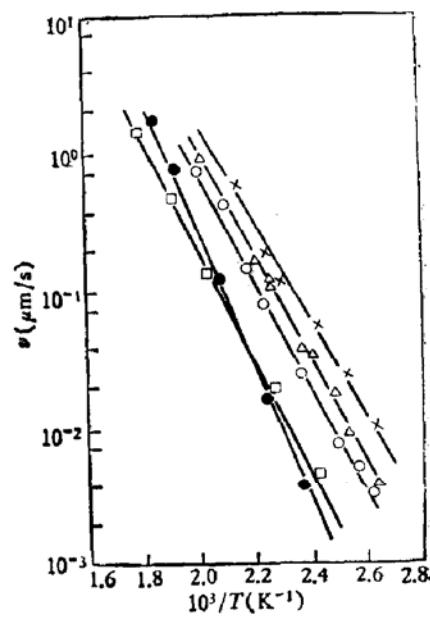


图 11 摳杂晶体内位错速度与温度的关系

	$Q(\text{eV})$
△ 纯样品	0.70
○ 掺 Zn 5 × 10^17	0.76
× 掺 Te 2 × 10^18	0.68
● 掺 Cd 2 × 10^18	1.1
□ 掺 Zn 2 × 10^18	0.84

$\tau = 900 \text{ g/mm}^2$

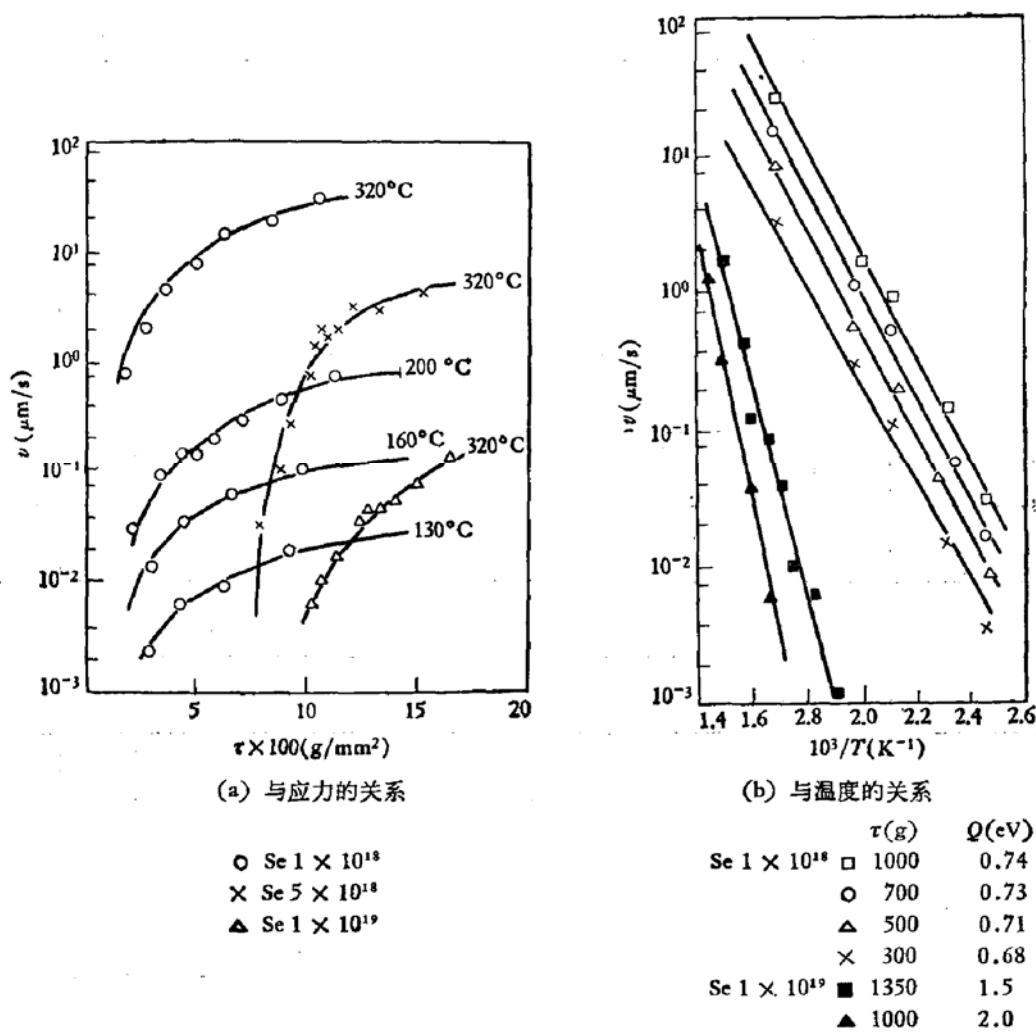


图 12 掺 Se 晶体内的位错运动速度

四、实验结果的分析与讨论

实验表明, InSb 晶体中 α 位错的运动速度具有明显的热激活性质。 $\ln V \sim \frac{1}{T}$ 关系的良好线性表明,无论对于掺杂或未掺杂样品,位错速度与温度之间恒满足关系式:

$$V(T, \tau) = V_r \exp\left(-\frac{Q(\tau)}{kT}\right) \quad (5)$$

其中, $Q(\tau)$ 为位错运动的热激活能。根据位错运动理论, Q 主要反映了位错线双扭折的形成能。而 V_r 主要表征了双扭折形成后沿位错线运动的速度与距离。

由 $\ln V \sim \frac{1}{T}$ 的实验曲线,计算得 V_r 值列于表 1。对于未掺杂样品,当所加的应力不太大时, V_r 值随 τ 的增加而减小,近似满足关系式 $V_r \approx \frac{A}{\tau^m}$;而对于 Zn、Cd 掺杂样品,情况正好相反, V_r 随 τ 的增加而增加,满足关系式 $V_r \approx B\tau^n$ (这里 A 、 B 、 m 、 n 均为某

个确定的常数)。这表明,虽然在未掺杂与掺杂晶体中,位错速度随切应力增加的曲线十分相似,但二者的机制却很不一致。前者主要是由于热激活能的减小,而后者主要表现在 V_r 值的增加。

表 1 V_r 值与外应力和掺杂的关系

V_r cm/sec	τ g/mm ²	150	220	300	350	500	600	700	900	1000	1100	1300	1350
样 品													
不掺杂 2×10^{18}		9.64×10^3		3.37×10^3		1.85×10^3		1.51×10^3	1.17×10^3		1.16×10^3		
掺 Zn 2×10^{18}		6.62×10^3	10.6×10^3		23.3×10^3			46.1×10^3	77.7×10^3			118×10^3	
掺 Cd 2×10^{18}					8.05×10^3	14.0×10^3	20.3×10^3		29.8×10^3			42.3×10^3	
掺 Se	1×10^{18}				1.58×10^2	9.30×10^2		29.0×10^2		134×10^2			
	1×10^{19}									3.60×10^{10}		4.10×10^7	
掺 Te 2×10^{18}									1.05×10^3				

N型杂质使 InSb 晶体内位错速度增加, P型杂质使位错速度降低,这一实验结果似乎进一步支持了 Frisch 和 Patel 所提出的假设^[6],即位错双扭折的形成与运动主要发生在带电的受主(或施主)型位错段上。实验证明, InSb 晶体中, α 位错呈受主性质, N型掺杂将使位错受主离化增加,而 P型掺杂减小离化。由文献[5]

$$\frac{V_D}{V_I} = \frac{\exp\left(\frac{E_s - E_{FI}}{kT}\right) + 1}{\exp\left(\frac{E_s - E_{FD}}{kT}\right) + 1} \quad (6)$$

其中, V_I 、 V_D 分别为掺杂前后的位错运动速度, E_s 为位错能级位置, E_{FI} 、 E_{FD} 为掺杂前后费米能级位置。在高温情况下,不掺杂及 N型掺杂 InSb 晶体均处于导带简并状态, 费米能级处于导带内。对于不掺杂及 N型样品, E_F 与温度 T 分别满足关系式:

$$N_c \mathcal{F}_{\frac{1}{2}}(\eta) = N_v \exp(-\varepsilon_g - \eta) \quad (7)$$

$$N_c \mathcal{F}_{\frac{1}{2}}(\eta') = N_d + N_v \exp(-\varepsilon_g - \eta') \quad (8)$$

其中, N_c 、 N_v 为导带及价带的状态密度, N_d 为杂质浓度,

$$\varepsilon_g = \frac{E_g}{kT}, \quad \eta = \frac{E_{FI} - E_c}{kT}, \quad \eta' = \frac{E_{FD} - E_c}{kT}.$$

对应于 403 K 的温度,计算得纯 InSb 晶体内的费米能级位置为: $E_{FI} - E_c = 0.032 \text{ eV}$, 在 403K 时, $E_g \approx 0.152 \text{ eV}$ 。设 InSb 晶体内 α 位错能级 $E_c = 0.14 \text{ eV}$ ^[9], 并设它与温度无关, 则得 $E_s - E_{FI} = -0.044 \text{ eV}$ 。当 N型杂质浓度 $N_d = 2 \times 10^{18}/\text{cm}^3$ 时, 如不计及导带的非抛物线性,则 $E_{FD} - E_c \gg kT$ 。因此,对于 N型掺杂样品,由(5)式算得, $V_D = 1.29 V_I$ 。

根据公式(4),假定位错速度的变化是 V_r 及 $Q(\tau)$ 的变化所引起,那么以Te掺杂晶体为例,对应于900 g/mm²的分解切应力,由表1已知, $V_{rTe} \approx 0.9V_{rI}$ 。所以,速度的增加,主要是由于激活能的减小。不难算得,掺Te后,激活能减小0.013 eV,这与图11内的实验值甚为接近。

对于P型掺杂样品,费米能级将下降,掺杂浓度越高,温度越低,下降得越显著。设 $N_A = 2 \times 10^{18}/\text{cm}^3$, $T = 403\text{K}$, 可由式

$$N_A = \frac{N_v}{\exp(\eta + \epsilon_v) + 1} \quad (9)$$

算得: $E_F - E_v = 0.073\text{ eV}$, 代入式(5)得 $V_D = 0.163V_I$ 。由上述,对于掺Zn样品,已知 $V_{rZn} = 6.6V_{rI}$, 计算得激活能的增量 $\Delta Q = 0.13\text{ eV}$ 。对于掺Cd晶体,已知 $V_{rCd} = 2547V_{rI}$, 计算得激活能增量 $\Delta Q = 0.34\text{ eV}$, 其结果也与实验值符合得很好。

至于掺Se晶体,在掺杂浓度不甚高时,速度关系似乎也可用上面的理论进行描述,但当Se浓度进一步增高时,由于杂质对位错运动的钉扎作用,导致激活能数值的显著增加。

关于InSb晶体中 α 位错运动的热激活能与应力的关系,Osipyan和Mihara从不同的角度进行了解释^[10,11]。然而根据我们的实验结果,二者之间似乎存在着更为复杂的关系。对于不掺杂样品,由(3)式可知,杂质或缺陷对位错运动的钉扎效应似乎较为明显^[12]。但矛盾的是,对于掺杂样品,激活能显现得与应力无关,甚至有随应力增加的趋势,因此尚待考虑其他机制。然而,当掺杂浓度明显增高时(如高浓度掺Se样品),杂质(或其络合物)的钉扎作用又变得突出起来,致使激活能随应力的增大迅速减小。

感谢汤定元先生与袁诗鑫同志对本文的热情指教与修改。

参 考 文 献

- [1] W. G. Johnston, and J. J., Gilman, *J. Appl. Phys.*, **30**, 129 (1959).
- [2] W. Schröter, R. Labusch and P. Hassen, *Phys. Rev.*, **B15**, 4121 (1977).
- [3] J. R. Patel and L. R., Testard, *Phys. Rev.*, **B15**, 4124 (1977).
- [4] J. R. Patel, and A. R. Chandhuri, *Phys. Rev.*, **143** 601 (1966).
- [5] J. R., Patel, L. R. Testardi, and P. E., Freeland, *Phys. Rev.*, **B13**, 3548 (1976).
- [6] C. A. Ерофеева, Ю. А. Осипьян, Ф.Т.Т., **5**, 772 (973).
- [7] H. Steinhardt, and Schäfer, *Acta Metall.*, **19**, 65 (1971).
- [8] H. L. Frisch, and J. R. Patel. *Phys. Rev. Lett.*, **18**, 784 (1967).
- [9] K. F. Hulme, and J. B. Mullin, *Solid-State Electronics*, **5**, 211 (1962).
- [10] Ю. А. Осипьян, С. А. Ерофеева, Ф.Т.Т., **11**, 944 (1969).
- [11] M. Mihara, and T. Ninomiya, *Phys. Stat. Sol.*, (a), **32**, 43 (1975).
- [12] J. J. Gilman, *J. Appl. Phys.*, **36**, 3195 (1965).

Velocity of Motion of α -Dislocations in Indium Antimonide

Yu Zhenzhong, Jin Gang, Chen Xinqiang,

Ma Kejun, Cao Juying and Xu Ping

(Shanghai Institute of Technical Physics)

Abstract

The relations between motion of the α -dislocations in undoped and doped InSb Crystals and temperature as well as stress are studied by double etching method. Experiments indicate that the velocity of the dislocations in InSb crystals has explicitly a thermal activation characteristics. N-type impurities make the value of activation energy lower than that of undoped samples, the velocity of dislocations is increased correspondingly; on the other hand, P-type impurities greatly increase the value of activation energy, and decrease the dislocation velocities correspondingly. Experimental phenomena are discussed according to the acceptor model of α -dislocations.