

硅单晶中孪生界面的结构和缺陷

许顺生 杨传铮 姜小龙

(中国科学院上海冶金研究所)

1981年5月25日收到

提 要

用X射线衍射貌相术研究了硅单晶中孪生界面区域的结构和缺陷。观察表明，除存在由完整的同一原子平面组成的孪生界面外，我们还发现存在位错和/或层错的不完整的孪生界面，经测定其中的位错是 $b = \frac{1}{6} \langle 112 \rangle$ 的Shockley不全位错，而层错矢量垂直于孪生面， $R = \pm \frac{1}{3} \langle 111 \rangle$ 。除描述台阶状孪生界面结构外，我们还提出一种孪生-层错模型，并借以解释所观察到的一些实验现象。

一、引言

Klassen-Neklyudova^[1]把孪生界面分为共格孪生界面和非共格孪生界面两种，后者呈台阶状结构。1978年，Erlings 和 Schapink^[2]发表了含{111}孪晶界面的无位错高完整度金双晶的透射电子显微镜的研究结果，观察到完整晶体薄膜在电子束作用下，由于热应力的影响而发生孪生界面的弛豫现象，在某些区域孪晶界面能以次级位错的形成或再结晶方式弛豫，形成台阶状孪晶界面，依据前人的理论工作认为(111)孪生界面的次级位错网络由Shockley不全位错组成^[3]，在位错之间呈现强的层错衬度^[2]。

我们过去在用X射线衍射貌相方法观察包含孪晶界面的硅单晶缺陷时，发现孪生界面象中存在位错^[4]。本文描述这种位错的组态以及层错的实验分析，讨论了只有位错和同时具有位错、层错的孪生界面结构。

二、实验手续

所研究的晶体是用Czochralski方法生长的[111]取向硅单晶。晶体在生长过程中出现生长棱转动180°的现象，经X射线劳厄照相和貌相分析判定其为垂直[111]生长轴的一次孪生，孪生面为(111)。这种晶体的主晶和孪晶可以都是无位错晶体，或者都是具有位错、层错等缺陷的晶体，为了观测研究后者孪生界面的结构，晶片按图1(a)所示方位切割，把平行于生长轴的(112)晶片称为I号试样，此时孪生界面(111)与晶片表面垂直。在拍摄其一系列的投影貌相之后，从I号试样孪生面两侧各切一刀，得到由(111)和(112)面为侧面组成的条状II号试样。III号试样是在切割过(112)晶片的原晶体旁边

切割的(111)晶片，(111)孪生面夹在晶片中央。所有晶片经磨抛加工后用化学浸蚀法蚀去表面损伤层，利用 $Mok\alpha_1$ 辐射拍摄一系列投影貌相图，以进行缺陷分析。

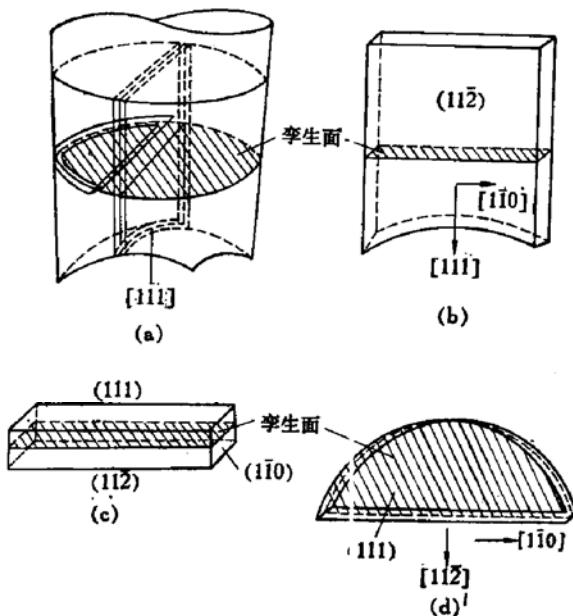


图1 包含(111)孪生面试样晶片的切割方法

(a) 晶片切割方位示意图 (b) 纵切(112)晶片 I (c) 从(b)切下的包含(111)孪生面的条状试样 II (d) 包含孪生面的弓形(111)晶片 III

三、缺陷的实验分析

图2*示出一完整孪生面的貌相图(a)及孪生面在晶片中的位置(b)，可见当拍摄 $(11\bar{1})_m$ 或 $(11\bar{1})_t$ 貌相图时，在孪生面处的尖劈形(主晶或孪晶)试样都能给出等厚衍射干涉条纹，但在拍摄主晶孪晶共面的那些晶面的貌相图时，孪生界面不给出衬度，表示出晶体的高度完整性。如果孪生界面不完整，前述貌相图中的等厚衍射干涉条纹消失。

包含不完整孪生界面晶体的I号试样的典型貌相图示如图3中，在孪晶T中显示层错象，它在 $(2\bar{2}0)$ 、 (111) 貌相图中有强的衬度，但在 $(\bar{2}\bar{0}2)$ 、 (333) 貌相图中消象，表明其层错矢量为 $\pm \frac{1}{3}[1\bar{1}\bar{1}]$ 。图中明显可见直线状孪生界面的象。为了观测与晶片表面垂直的孪生界面区域中的缺陷，可以采用两种方法，其一是在拍摄 $(2\bar{2}0)$ 貌相图时(此时孪生面为水平面)，将晶片绕衍射矢量旋转一较大角度；其二是在孪生面处于铅垂位置时，摄取 (111) 孪晶面的三级[即 (333)]衍射貌相图。两种方法均使孪生界面投影象展宽，以便研究该界面上的缺陷组态。后一种方法所获得的貌相图和其中部分的进一步放大分别示如图3(b)、(c)，在其中可清楚看到孪生面象中的位错网络。根据衍射几何及投影关系(示如图4(a)中)得知衍射线近乎平行于 $[11\bar{1}]$ ，而底片垂直于衍射线，即投影面接近为 $(11\bar{1})$ 面，因此在 (333) 貌相图中所观察到孪生面中的位错象应为 (111) 面上的位错在

* 本文中图2、3、6、7见图版I、II。

(111)面上的投影,根据图4(b)的极图分析,两组位错的走向分别为 $[10\bar{1}]$ 和 $[01\bar{1}]$,其投影象的夹角为 60° ,且被 $[1\bar{1}0]$ 方向平分,这与观测结果相符。

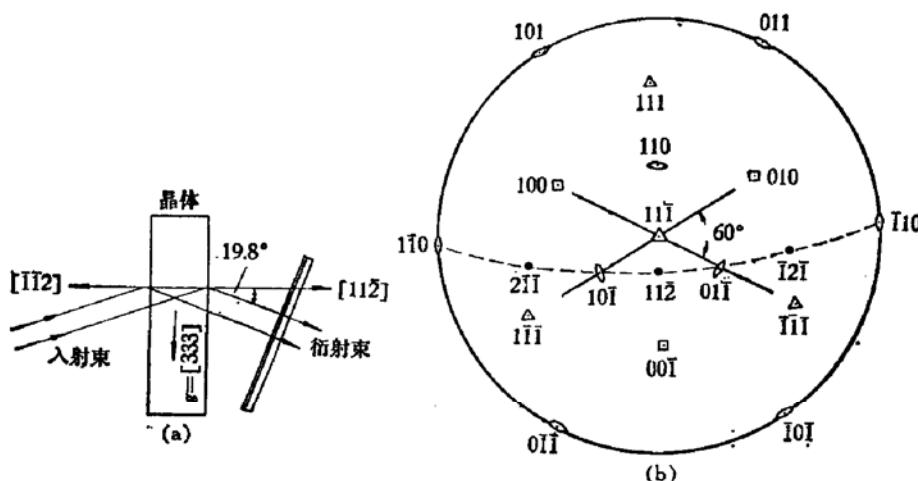


图4 (a) (112)晶片, (333)貌相图的衍射几何 (b) (111)面上的位错
在(111)面上投影象的极图分析

在II号试样的 $(\bar{2}20)$ 貌相图(见图5(a))中可看见走向为 $[10\bar{1}]$ 和 $[01\bar{1}]$ 两组位错的象,这进一步证明前两组位错的分析结果是可信的。在 $(\bar{2}02)$ 貌相图中, $[10\bar{1}]$ 一组位错消象,表明它的柏氏矢量可能为 $\frac{1}{6}[1\bar{2}1]$,两组位错均为刃型 Shockley 不全位错,所以在(333)貌相图中,虽然 $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$,但 $|\mathbf{g} \times \mathbf{L}| \neq 0$,故位错象仍然可见(其中 $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$ 和 \mathbf{L} 分别为衍射矢量、位错线的柏格矢量和位错线的走向矢量)。

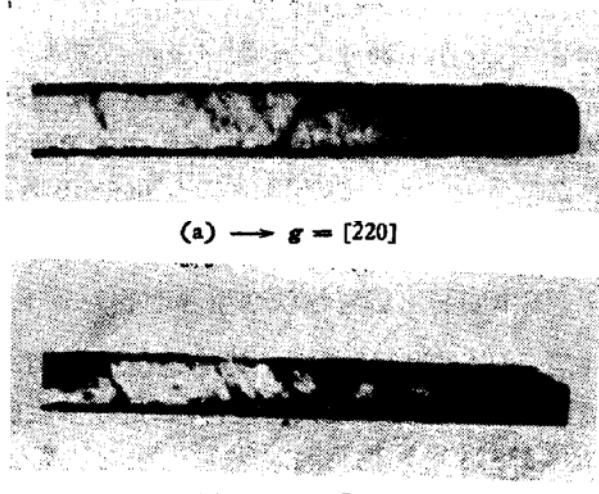


图5 II号试样的X射线投影貌相图 $\times 6$

为了进一步研究这种缺陷,我们仔细分析了试样III的X射线貌相图。由图6给出的对称衍射几何的貌相图可知, $[\bar{1}10]$ 、 $[01\bar{1}]$ 和 $[\bar{1}01]$ 走向的位错线分别在 $(\bar{2}20)$ 、 $(02\bar{2})$ 和 $(\bar{2}02)$ 貌相图中消象,其中 $[\bar{1}10]$ 一组又在 $(\bar{1}31)$ 貌相图中消象,表明走向为 $[\bar{1}10]$ 的位错的柏格矢量平行于 $[11\bar{2}]$,类似地分析得出,走向为 $[01\bar{1}]$ 和 $[\bar{1}01]$ 位错的柏格矢量

分别平行于 $[\bar{2}11]$ 和 $[1\bar{2}1]$ 。这和前人预言的孪生界面上次级位错网络由 Shockley 不全位错组成一致。值得注意的是种位错投影象的宽度有时比其它位错象宽些。

图 6 中的对称透射几何的貌相图只显示位错线的象，层错象则消失。非对称透射几何的貌相图示如图 7 中。在 $(11\bar{1})_c$ 貌相图中观察到与前相应的边界为 $[01\bar{1}]$ 和 $[\bar{1}01]$ 走向的不全位错组成的层错象，而在 $(11\bar{1})_m$ 貌相图中的相应区域既无层错衬度，也无相应位错的象，且 $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} \neq 0$ ，这表明其仅与孪晶部分有关。然而，在 $(11\bar{1})_m$ 貌相图的右边部分仍可见到 $[\bar{1}10]$ 和 $[\bar{1}01]$ 走向的两组位错，但无层错衬度，在 $(11\bar{1})_c$ 貌相图的相应区域无这种位错象，且 $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} \neq 0$ ，表明其与主晶部分相关。层错在 $(333)_c$ 貌相图中消象，表明层错矢量为 $\frac{1}{3}[111]$ 或 $-\frac{1}{3}[111]$ 。

图 7(e) 是晶片经 1200℃退火 6 小时后所拍摄的 $(11\bar{1})_c$ 貌相图，比较(a)、(e)以及将它们进一步放大后仔细观察，未发现明显的层错组态和衬度的变化，表明这种结构在加热过程中是相当稳定的。

四、孪生界面的结构和缺陷

前面实验分析的缺陷处于孪生界面象中，图 3 孪生界面象中位错的投影长度与衍射几何及晶片厚度相符合，全部非孪生界面区域中均未观察到这种组态的位错和 (111) 面上的层错，因此我们认为这种缺陷处于孪生面近邻处的孪生界面区域。

具有金刚石立方结构的硅晶体的原子堆垛模型在 $\{110\}$ 面上的投影示如图 8(a) 中，如果发生了整个原子平面的一次孪生(见图 8(b))，在这样的孪生面上不可能存在位错之类的缺陷，因此它是完整的同一原子平面。如果在孪生时，同一原子面上孪生位移不均匀，即某些区域孪生，而一些区域不发生孪生位移，却在其邻近的平行原子面上孪生，这样就可能出现如图 8(c) 所示的台阶状孪生界面结构，这种共格孪生界面的一个台阶就是一个 Shockley 不全位错^[1,5]。可能的两种台阶结构示如图 9 中，其一是由四组 $\{111\}$ 面组成的三棱台，另一种是由三组 $\{111\}$ 面组成的平行六面体，台阶的高度为 $\frac{1}{3}d_{111}$ ，每种台阶都包含若干根 Shockley 位错。根据所观察的这种位错线的投影宽度明显比弯曲的生长位错宽的事实，我们可以推断，前节分析的与层错无关的位错可能是台阶中位错束的象。如果台阶高度不是 $\frac{1}{3}d_{111}$ ，而是 $\frac{n}{3}d_{111}$ ，n 为相当大的整数，那么可出现孪生区与非孪生区的界面和孪生面不相一致的非共格孪生界面，它是由一系列不全位错构成的界壁^[1,5]，前节分析的与层错无关的位错可能是这种非共格孪生界面上不全位错的投影，不过，包含非共格孪生界面的台阶的形成所需要的能量比共格孪生的要大得很多。

前面所讨论的孪生界面位错未涉及到层错，因此是图 6、7 右边部分所观察到的情况，这不能解释图 6、7 左边部分具有层错衬度的情况。如果整个原子面发生孪生时，在与孪生面平行的相邻近 (111) 原子面的部分区域发生插入型或抽出型的层错，形成不完整的孪生界面的孪生-层错结构，分别示如图 10 中，层错的边界为 Shockley 不全位错，这正是图 6、7 中左边部分所观察到的情形。如果发生插入型和抽出型层错的重叠，根据层错重

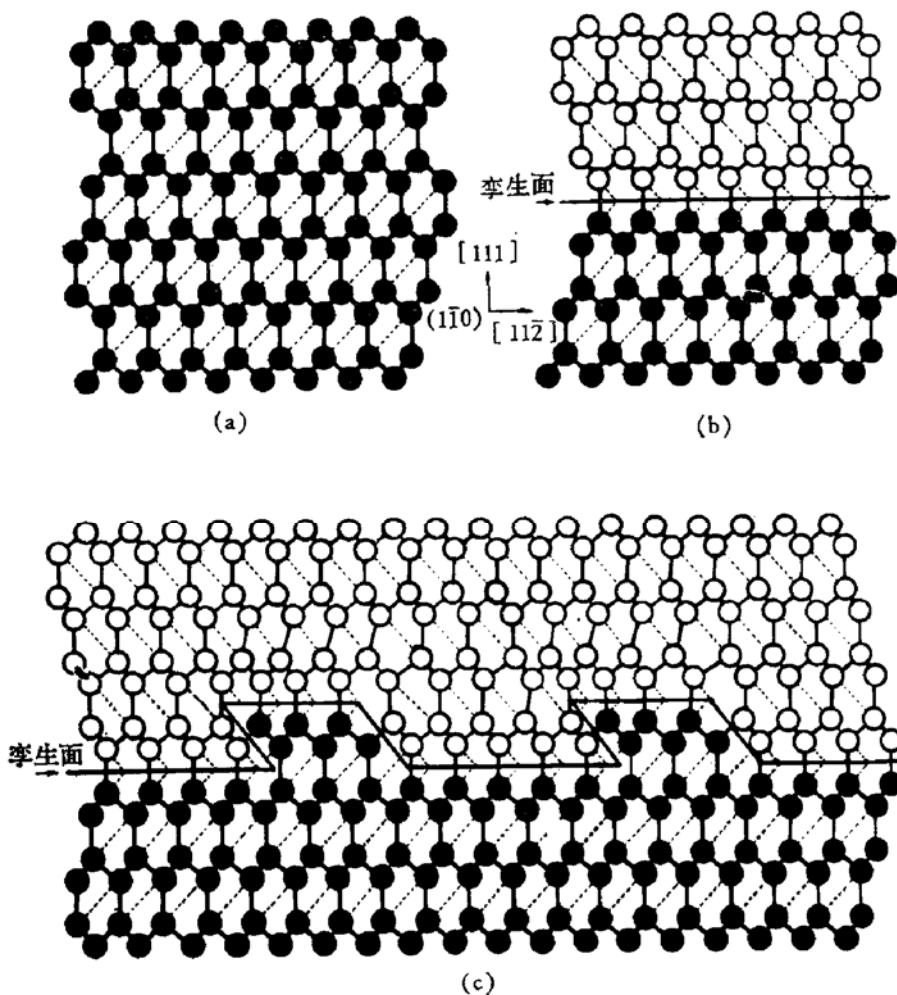


图 8 金刚石立方结构的李生原子模型

(a) 硅单晶原子堆垛模型在(110)面上的投影 (b) 在(111)面上沿[112]方向发生整个原子平面的一次李生 (c) 在(111)上[112̄]方向由于不均匀位移发生台阶状的一次李生, 台阶高度为 $\frac{1}{3} d_{111}$.

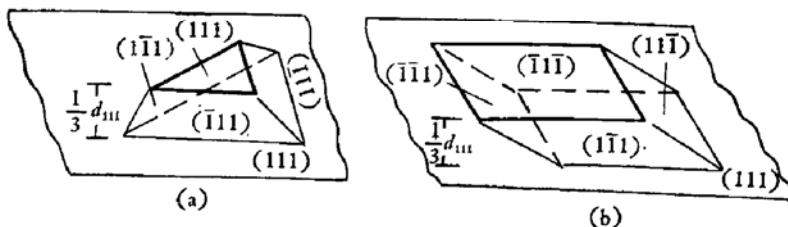
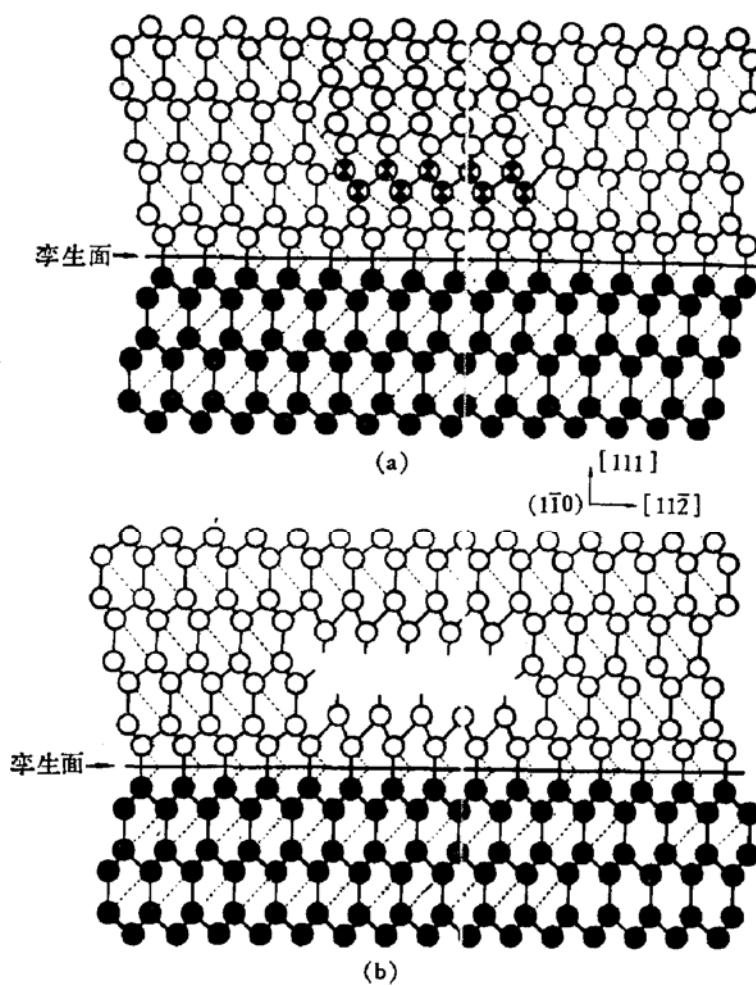


图 9 共格李生界面的台阶结构

叠的衬度变化规律^[6,7]它也不给出层错衬度, 因此未观察到层错衬度的李生界面位错也可能与此相关。

如前所述, 李生界面的台阶结构可能在发生李生后由于电子束轰击热激活使李生面弛豫而产生^[2], 但在我们的实验中, 虽在 1200℃ 高温下退火 6 小时, 仍未发现试样中李生界面结构有明显的变化, 这说明这种李生界面结构是在结晶及随后的冷却过程中已经形成, 并达到相当稳定的状态, 在高温退火过程中没有发生新的弛豫。



(a) 孪生-插入型层错 (b) 孪生-抽出型层错

图 10 不完整孪生界面的孪生-层错模型

五、结 论

用 X 射线投影貌相术观察到硅单晶孪生界面象中的位错和层错，实验测定位错的柏格矢量为躺在该孪生面上的 $\frac{1}{6}\langle 11\bar{2} \rangle$ ，它们是一些 Shockley 不全位错；层错矢量是与孪生面垂直的 $\pm \frac{1}{3}\langle 111 \rangle$ 。根据实验观察结果，我们认为，存在这类缺陷的孪生界面结构与完整光滑的孪生面不同，它或呈台阶状孪生结构，或呈孪生面和层错相重叠的孪生-层错结构，这种结构在加热过程中相当稳定。

参 考 文 献

- [1] M. V. Klassen-Neklyudova, "Mechanical Twinning of Crystal", Consultants Bureau/New York, 1964, p. 155.
- [2] J. G. Erlings, F. W. Schapink, *Phys. Status Solidi*, **A46**, 653 (1978).
- [3] D. A. Smith and R. C. Pond, *Internat. Met. Rev.*, **205**, 61 (1976).
- [4] 许顺生、杨传铮、徐景阳、姜小龙, 物理, **9**, 434 (1980).
- [5] 冯端、王业宁、丘第荣, 《金属物理》上册, 科学出版社, 1964, p. 294.

[6] E. S. Meieran, I. A. Blech, *J. Appl. Phys.*, **38**, 3495 (1967).

[7] 杨传铮、姜小龙、许顺生, 物理学报, **29**, 342 (1980).

The Structure of and the Defects in the Twin Interface of Silicon Single Crystal

Xu Shunsheng, Yang Chuanzheng and Jiang Xiaolong

(Shanghai Institute of Metallurgy, Academia Sinica)

Abstract

The structure of twin interface region in a silicon single crystal and the defects existing in it have been investigated by means of X-ray topography. Imperfect twin interface with dislocations and /or stacking faults, in addition to the twin interface composed by a perfect atomic plane, was observed. The dislocations have been determined to be Shockley partial dislocations with Burgers vector $b=1/6 \langle 11\bar{2} \rangle$. The fault vector $R = \pm 1/3 \langle 111 \rangle$ is perpendicular to the twinning plane. A step structure of twin interface has been described. Besides, a twin-fault model has been proposed to explain the experimental phenomena observed.