

**ПОДАВЛЕНИЕ ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ КРЕМНИЯ ПОД ИНДЕНТОРОМ
ПОСРЕДСТВОМ МАЛОДОЗОВОГО БЕТА-ОБЛУЧЕНИЯ**

**Дмитриевский А.А., Ефремова Н.Ю., Гусева Д.Г.,
Шуклинов А.В., Кирилова В.О.**

ТГУ имени Г.Р. Державина, Тамбов, Россия, E-mail: aadmitr@yandex.ru

Уникальный комплекс физико-химических свойств кремния уже многие годы служит причиной его востребованности в микроэлектронике [1]. Кремний является основным материалом для изготовления большинства микро- и нанoeлектромеханических систем (МЭМС/НЭМС). Функционал подобного рода устройств зависит не только от электрических, но и от механических свойств. Процесс изготовления и эксплуатации таких устройств сопряжен с механическими нагрузками. При сосредоточенных нагрузках в кремнии могут развиваться давления, достаточные для фазовых превращений (ФП) [2]. Изменение фазового состава и, соответственно, свойств кремния может негативно сказываться на рабочих характеристиках устройств, вплоть до их полного выхода из строя. Эта проблема может усугубляться влиянием внешних факторов, например радиационной природы. Известно, что облучение даже в малых дозах способно оказывать влияние на процесс ФП в кремнии при индентировании [3]. Такие явления важно учитывать при проектировании прецизионных элементов микросистемной техники, поскольку они могут вызвать снижение точности или даже полную утрату функциональности изделий при малодозовом и потому непрогнозируемом радиационном воздействии. С учетом этого, работа была направлена на получение количественной информации о влиянии предварительного малодозового бета-облучения на объем метастабильных фаз кремния Si-II, Si-XII, Si-III и α -Si, формируемых под индентором.

Исследуемые образцы представляли собой монокристаллы кремния (КЭФ-10), одна из поверхностей которых (111) была покрыта слоем золота толщиной ~ 150 nm, в котором был сформирован сквозной зазор шириной $d \sim 2$ μ m. В процессе внедрения и извлечения индентора синхронно регистрировали P - h -диаграммы и электрическое сопротивление образца. Более детально процедура подготовки образцов и методика измерений описаны в [4]. Для облучения образцов использовали источник на основе препарата $^{90}\text{Sr} - ^{90}\text{Y}$ со средней энергией эмитируемых бета-частиц, превышающей пороговую энергию дефектообразования в кремнии. Интенсивность потока бета-частиц имела значение $I = 1,8 \times 10^5 \text{cm}^{-2}\text{s}^{-1}$, что позволяло за 50 h облучения накапливать флюенс $F = 3,24 \times 10^{10} \text{cm}^{-2}$. Отметим, что выбранные параметры облучения соответствуют первому пику W -образного разупрочнения кремния [5].

Анализ геометрической формы области металлизированной фазы, формируемой при индентировании (пирамида Берковича), позволяет получить выражение для расчета объема металлизированной фазы кремния $V_{\text{Si-II}}$ как функции от глубины внедрения индентора h и соответствующего сопротивления R_h :

$$V_{\text{Si-II}} = \frac{2h^3(R_0 - R_h)S_{\text{Si-I}}\rho_{\text{Si-II}}(\text{tg}\alpha + \text{tg}\beta)(\cos\gamma \text{tg}\alpha)^2}{3(R_h - R_{\text{Au+Cu}})d\rho_{\text{Si-I}} \sin 2\gamma} \left(\frac{1}{h\cos\gamma \text{tg}\alpha - \frac{d}{2}} - \frac{1}{h\cos\gamma \text{tg}\alpha} \right),$$

где R_0 – исходное (до индентирования) сопротивление образца, $R_{\text{Au+Cu}}$ – сопротивление подводящих проводов и золотой пленки, d – ширина зазора между золотыми пленками, $S_{\text{Si-I}}$ – площадь поперечного сечения образца, $\rho_{\text{Si-II}}$ – удельное сопротивление металлизированной фазы, α , β и γ – известные углы пирамиды Берковича. Путем подстановки экспериментальных данных зависимости $R_h(h)$ в полученное выражение были получены численные значения объема области металлизированной фазы кремния для разных глубин внедрения индентора в исходные и предварительно облученные образцы (рис. 1, а). Видно, что в обоих образцах металлизированная фаза образуется на определенной стадии внедрения индентора (при достижении критических напряжений). Ее объем нарастает по мере дальнейшего внедрения индентора и затем, при извлечении индентора, уменьшается

до нулевого значения (фаза Si-II полностью исчезает). Из приведенных данных видно, что предварительное бета-облучение вызывает более чем полуторакратное уменьшение объема области фазы Si-II.

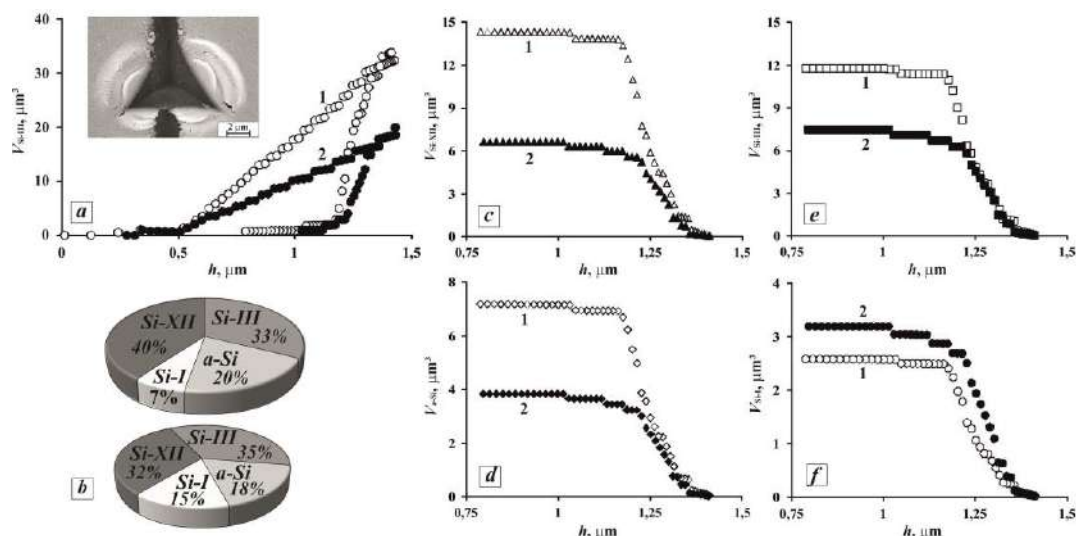


Рисунок 1 – Зависимости объемов фаз кремния Si-II (a), Si-XII (c), α -Si (d), Si-III (e) и Si-I (f), образующихся при индентировании от глубины внедрения индентора. Кривые 1 получены на исходных (необлученных) образцах, кривые 2 – на предварительно облученных образцах. На рис. (b) представлены круговые диаграммы соотношения относительных объемных долей фаз Si-XII, Si-III, α -Si и Si-I. На врезке к рис. а представлено СЭМ-изображение участка образца с зазором в золотой пленке и отпечатком индентора

Анализ рамановских спектров (зарегистрированных в центральных областях отпечатков, сформированных в исходных и предварительно облученных образцах [3]) позволил установить соотношения относительных объемных долей фаз Si-XII, Si-III, α -Si и Si-I (рис. 1, b). В процессе ФП Si-II \rightarrow Si-XII/Si-III/ α -Si/Si-I происходит увеличение объема материала, обусловленное различием плотностей упаковок формируемых под индентором фаз [2]. Совокупность данных о соотношении удельных объемов формируемых фаз и их относительных объемных долей позволила выразить объемы каждой из фаз V_{Si-XII} , V_{Si-III} , $V_{\alpha-Si}$ и V_{Si-I} через объем металлизированной фазы V_{Si-II} . Таким образом, с использованием части зависимости $V_{Si-II}(h)$, соответствующей стадии разгрузки индентора, построены зависимости $V_{Si-XII}(h)$, $V_{Si-III}(h)$, $V_{\alpha-Si}(h)$ и $V_{Si-I}(h)$ для исходных и предварительно облученных образцов (рис. 1, c - f).

Из приведенных данных видно, что предварительное бета-облучение вызывает значительное (от полутора до двух с половиной раз) уменьшение содержания фаз Si-XII, Si-III и α -Si. Содержание же алмазоподобной структуры Si-I в области под отпечатком индентора в облученных кристаллах, напротив, увеличено по сравнению с необлученными.

Наблюдаемое явление может быть обусловлено локальными искажениями кристаллической решетки в окрестности сложных комплексов вторичных радиационных дефектов. В [6] было показано, что в подобных условиях облучения в приповерхностных слоях кремния накапливаются вторичные радиационные дефекты V_2 -O-C (содержащие 2 вакансии, атом кислорода и атом углерода). Накопление подобных дефектов, увеличивая свободную энергию кристалла, по-видимому, препятствует формированию под индентором более плотно упакованной металлизированной фазы Si-II. Бета-индуцированное уменьшение содержания металлизированной фазы (на стадии нагрузки) приводит к соответствующему снижению содержания фаз Si-XII, Si-III и α -Si под отпечатком индентора (после разгрузки). Таким образом, генерация незначительного (по сравнению с исходным содержанием дефектов) количества вторичных радиационных дефектов (в условиях низкоинтенсивного малодозового бета-облучения) вызывает подавление ФП под индентором, или, другими словами, стабилизирует алмазоподобную кристаллическую

решетку кремния. Сделанный вывод, по-видимому, можно распространить на более общий случай сосредоточенных нагрузок, сопровождающихся ФП кремния.

Таким образом, предложенный метод позволяет производить количественную оценку степени препятствия малодозового бета-облучения фазовым превращениям Si-I \rightarrow Si-II при нагружении индентора и Si-II \rightarrow Si-XII/Si-III/ α -Si при разгрузке индентора. Полученные данные свидетельствуют о перспективах использования малодозового бета-облучения как способа стабилизации алмазоподобной кристаллической решетки кремния при механической обработке в процессе изготовления элементов микросистемной техники.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 15-02-04797 а.

Список литературы:

1. Chollet F., Devices based on co-integrated MEMS actuators and optical waveguide: a review // *Micromachines*. -2016. -V. 7. -P. 18.
2. Domnich V., Gogotsi Y., Phase transformations in silicon under contact loading // *Rev. Adv. Mater. Sci.* -2002. -№ 3. -P. 1–36.
3. Головин Ю.И., Дмитриевский А.А., Шуклинов А.В., Косырев П.А., Ловцов А.Р., Влияние низкоинтенсивного бета-облучения на фазовые превращения в кремнии при микроиндентировании // *Известия ВУЗов. Серия Физика*. -2011. -Т. 54, №8. -С. 73-76.
4. Дмитриевский А.А., Гусева Д.Г., Ефремова Н.Ю., Регистрация *insitu* фазовых превращений Si-I – Si-II при микроиндентировании // *Деформация и разрушение материалов*. -2016. -№ 2. -С. 31-34.
5. А.А. Дмитриевский, Ю.И. Головин, В.М. Васюков, Н.Ю. Сучкова. Влияние электрических полей на динамику изменений микротвердости кремния, индуцируемых низкоинтенсивным бета-облучением // *Известия РАН. Серия Физическая*. -2008. -Т. 72, № 7. -С. 988.
6. Бадылевич М.В., Блохин И.В., Головин Ю.И., Дмитриевский А.А., Карцев С.В., Сучкова Н.Ю., Толотаев М.Ю., Немонотонные изменения концентрации радиационных дефектов донорного и акцепторного типов в кремнии, индуцируемые слабоинтенсивным бета-облучением // *ФТП*. -2006. -Т. 40, № 12. -С. 1409-1411.