

ელექტრონებით დასხივების გავლენა სტრუქტურულ ფაზურ გარდაქმნებზე n-Si-ის მიკროინდენტირების პროცესში

გიორგი დარსაველიძე, ავთანდილ სიჭინავა, კახაბერ შამათავა, მარინა ქადარია, რომან აბრამიშვილი

სოხუმის ილია ვეკუას ფიზიკა-ტექნიკის ინსტიტუტი, თბილისი, საქართველო

ანოტაცია.

შესწავლილია მაღალენერგეტიკული ელექტრონებით დასხივების გავლენა (111) ორიენტაციის n-Si-ის სტრუქტურულ ცვლილებებზე ვიკერსის მეთოდით მიკროინდენტირების პროცესში. ნაჩვენებია, რომ $1 \cdot 10^{13}$ სმ⁻² ფლუენსის ელექტრონებით დასხივება იწვევს დრეკადობის მოდულისა და პლასტიკური დეფორმაციის გამომწვევი საშუალო საკონტაქტო წნევის სუსტად ზრდას. ინდენტორის დატვირთვა-გადაადგილების ფუნქციონალურ დამოკიდებულებების განტვირთვის უბანზე ერთდროულად გამოვლენილია ბაქანი და დახრილობის თანდათანობითი ცვლილება. აღნიშნული ცვლილებები დამახასიათებელია ნაწილობრივი ამორფიზაციისა და სტრუქტურული გარდაქმნებისათვის სილიციუმის მეტასტაბილურ ფაზებში. ელექტრონებით დასხივება ავლენს ფაზური გარდაქმნების კრიტიკული წნევების ამაღლების ტენდენციას საშუალო საკონტაქტო წნევის 4-5,5 გპა დიაპაზონში.

საკვანძო სიტყვები: მონოკრისტალური სილიციუმი, ვიკერსის ინდენტორი, ელექტრონებით დასხივება, საკონტაქტო წნევა, დრეკადობის მოდული

შესავალი

უკანასკნელი 10-15 წლის განმავლობაში მიმდინარეობს ნახევარგამტარულ სილიციუმზე დაფუძნებული მასალების ინტენსიური კვლევა, რაც განპირობებულია მათი მაღალი მექანიკური, ელექტროფიზიკური და ფიზიკურ-ქიმიური თვისებების გამოვლინებით ძლიერად ლოკალიზებული ზემოდალი მექანიკური ძაბვების მოქმედების პირობებში. ჰიდროსტატიკური წნევების 9-16 გპა დიაპაზონში მონოკრისტალური სილიციუმი განიცდის ფაზურ გარდაქმნებს. ალმასის ტიპის Si-I ფაზა გარდაიქმნება მაღალი სიმკვრივის β-Si ტიპის მეტალურ Si-II (Si-I → Si-II ფაზური გარდაქმნა იწვევს მოცულობის ~20% ით შემცირებას)

ფაზად [1,2]. ჰიდროსტატიკური წნევებით განხორციელებული Si-I → Si-II ფაზური გარდაქმნა არ არის შექცევადი ხასიათის [3,4]. Si-II ფაზა შესაძლებელია გარდაიქმნას Si-I-საგან განსხვავებულ ფაზად, რომლის სტრუქტურული მდგომარეობა მნიშვნელოვნადაა დამოკიდებული თავდაპირველი მაღალი წნევის შემცირების სიჩქარეზე. მონოკრისტალურ სილიციუმზე მოქმედი 10-16 გპა დიაპაზონის წნევის დაბალი სიჩქარით შემცირების პროცესში 12-10 გპა ინტერვალში Si-II ფაზა გარდაიქმნება Si-XII ანუ r8 რომბოედრულ ფაზად. Si-II ---- Si-XII ფაზური გარდაქმნა ხასიათდება მოცულობის $\sim 9\%$ -ით შემცირებით. წნევების შემცირების მაღალი სიჩქარეების შემთხვევაში უპირატესად ფორმირდება a-Si ამორფული ფაზა [5]. გარეშე მაღალი წნევებისა და Si-I ფაზის რეალურ სტრუქტურებში ლოკალიზებული ძაბვების ერთდროული რეგულირებით მოსალოდნელია სხვადასხვა მოდიფიკაციის მეტასტაბილური ფაზის წარმოქმნა [6].

აღსანიშნავია, რომ წნევისაგან განტვირთულ მდგომარეობაში ნორმალური წნევისა და ოთახის ტემპერატურის პირობებში Si-XII და ამორფული a-Si-ის ფაზები სტრუქტურულად მდგრადია [7].

მიკროინდენტირების პროცესებში ძლიერად ლოკალიზებული წნევების ზემოქმედებით სილიციუმის სტრუქტურაში დაიმზირება ფაზური გარდაქმნები, რაც მნიშვნელოვნად არის დამოკიდებული ინდენტორზე მიყენებული წნევების სიდიდეებსა და შემდგომში დატვირთვა-განტვირთვის სიჩქარეზე. დადგენილია [8,9], რომ ინდენტორის სწრაფი განტვირთვის პროცესში უმთავრესად Si-II ფაზიდან წარმოიქმნება ამორფული მდგენელი a-Si, ხოლო შენელებული სიჩქარით განტვირთვისას შესაძლებელია ინდენტორის ქვეშ ჩაისახოს Si-III და Si-XII ფაზების ნარევი. Si-III ფაზური მდგენელი წარმოადგენს bcc მოცულობით ცენტრირებულ კუბურ სტრუქტურას.

ამჟამად არსებული მონოკრისტალური სილიციუმის ნაწილი ინდენტირებისადმი მიძღვნილი მრავალრიცხოვანი სამეცნიერო შრომების ანალიზი ცხადყოფს, რომ პრაქტიკულად შეუსწავლელია ლეგირებისა და თერმული, მექანიკური და რადიაციული ზემოქმედების გავლენა ფაზური გარდაქმნებისა და სტრუქტურული დეფექტების ქვესისტემის ცვლილებებთან დაკავშირებულ დეფორმაციის მექანიზმებსა და მათი წვლილზე ფიზიკური თვისებების მოდიფიცირებაში.

წინამდებარე ნაშრომში წარმოდგენილია საწყისი და მაღალენერგეტიკული ელექტრონებით დასხივებული n-Si-ის დატვირთვა-განტვირთვის რეჟიმში ინდენტირების ფაზური მდგომარეობებისა და მექანიკური თვისებების მახასიათებლების ექსპერიმენტული კვლევის შედეგები.

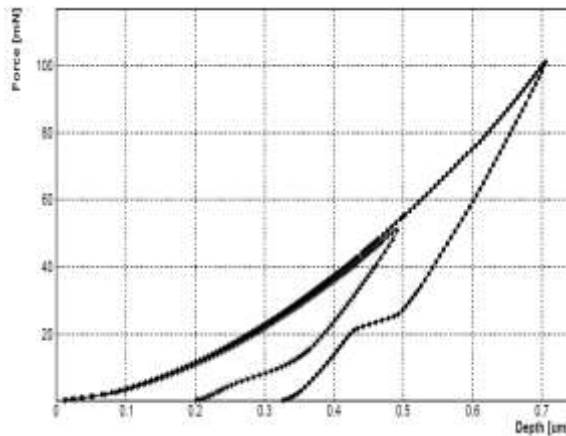
კვლევის ობიექტი და მეთოდოლოგია

კვლევის ობიექტს წარმოადგენს ჩოხრალსკის მეთოდით მიღებული ფოსფორით ($\approx 10^{13} \text{სმ}^{-3}$) დოპირებული მონოკრისტალური სილიციუმის (111) ორიენტაციის ორმხრივ პოლირებული ფირფიტები სისქით ≈ 500 მკმ. სტანდარტული მექანიკური და ფიზიკურ-ქიმიური მეთოდებით. პოლირებული ნიმუშების (111) ორიენტაციის ზედაპირების სიმქისე შეადგენს 5-

ნმ-ს. საცდელი ნიმუშების დასხივება მაღალენერგეტიკული (12მეგ) ელექტრონებით განხორციელდა Varian-ის სისტემის clinac 2100iX დანადგარზე. დასხივების ფლუენსი $\approx 8 \cdot 10^{13} \text{ სმ}^{-2}$ -ია. ინდენტირება სრულდებოდა ჰაერზე ოთახის ტემპერატურაზე Shimadzu DUH-211S დინამიურ ულტრა მიკროსისალის ტესტერზე დატვირთვა-განტვირთვის რეჟიმში ვიკერსის მეთოდით. ინდენტორზე დატვირთვისა და კრისტალში შეღწევის სიღრმის სიდიდეების რეგისტრაცია ტარდებოდა დატვირთვა-განტვირთვის პროცესებში. ყოველ მაქსიმალურ დატვირთვაზე დაყოვნების დრო შეადგენდა 10წმ, ხოლო განტვირთვის ბოლო სტადიაზე დაყოვნება შეადგენდა 5წმ. ინდენტირების ფიქსირებულ მაქსიმალურ დატვირთვებზე დინამიურ რეჟიმში განხორციელებულ დატვირთვა-შეღწევის სრული ციკლის გრაფიკებზე ვლინდება სტრუქტურულ ცვლილებებთან დაკავშირებული ე.წ. Pop-in და Pop-out შემთხვევები ფუნქციის წყვეტის, ღუნვის ან პლატოს ფორმით. მათი შესაბამისი საშუალო საკონტაქტო წნევა ერთ-ერთი მნიშვნელოვანი პარამეტრია ინდენტირებით ფორმირებული ფაზების ანალიზში. საშუალო საკონტაქტო წნევა ინდენტორსა და საცდელ ნიმუშს შორის განისაზღვრება ფორმულით $\sigma_i = \frac{P_i}{A_i}$, P_i არის ინდენტორზე დატვირთვა, ხოლო A_i არის შესაბამისი პროექცირებული კონტაქტის ფართობი. ვიკერსის ინდენტორისათვის $A_i \approx 24.5 (h_c)_i^2$, სადაც $(h_c)_i = h_i - (h_s)_i$, h_i - ინდენტორის გაზომვის რომელიღაც i წერტილში. ამავე წერტილში დრეკადი გადახრა $(h_s)_i$ განისაზღვრება როგორც $(h_s)_i = (h_s)_{\max} \sqrt{\frac{P_i}{P_{\max}}}$, სადაც $(h_s)_{\max} = \varepsilon \frac{P_{\max}}{S}$; $\varepsilon = 0.75$, P_{\max} - მაქსიმალური დატვირთვა საცდელ ნიმუშზე, S არის სიხისტე, ის განისაზღვრება ნიმუშზე განტვირთვის დასაწყისში [10]. ექსპერიმენტულად განსაზღვრული ინდენტორი-ნიმუშის სისტემის ეფექტური E_r მოდულით განისაზღვრება S სიდიდე: $S = \frac{2 E_r A_c^{0.5}}{\pi^{0.5}}$, სადაც $\frac{1}{E_r} = (1-\nu^2) / E_{it} + (1-\nu_i^2) / E_i$ [11], E_{it} , ν და E_i , ν_i აღმასის ინდენტორისა და ნიმუშის დრეკადობის მოდულისა და პუასონის კოეფიციენტის სიდიდეებია. ზემოთ აღწერილი თანმიმდევრობა დამუშავებული იქნა პროგრამულად საკონტაქტო წნევების გამომანგარიშებისათვის, სადაც გამოყენებულია შემდეგი რიცხვითი მნიშვნელობები ინდენტორისათვის $E_{it} = 1140$ გპა, $\nu = 0.07$. სილიციუმისათვის $E_i = 130$ გპა, $\nu_i = 0.28$ (100) ორიენტაციისათვის [12].

მაღალი ხარისხით პოლირებული სილიციუმის (100) ზედაპირებზე დისლოკაციების განაწილების ხასიათისა და სიმკვრივის კვლევა შესრულდა ოპტიკურ მიკროსკოპზე NMM-80RF/TRT. ოთახის ტემპერატურაზე ელექტროფიზიკური მახასიათებლები იზომებოდა ჰოლის ეფექტის რეგისტრაციით 0.5 ტესლა ინდუქციის მუდმივ მაგნიტურ ველში ვან დერ პაუს მეთოდით HMS-3000 სისტემის ხელსაწყოზე. საწყის მდგომარეობაში ნიმუშები ხასიათდებიან დისლოკაციების სიმკვრივით $\sim 10^4 \text{ სმ}^{-2}$ და კუთრი ელექტროწინალობით 4.5 ომი სმ.

ექსპერიმენტული შედეგები და განსჯა



ნახ. 1. მონიკრისტალური n-Si-ის ინდენტორების დატვირთვა-გადაადგილების დამოკიდებულებები.

----●---- მაქსიმალური დატვირთვა 100მნ.

----*---- მაქსიმალური დატვირთვა 50მნ

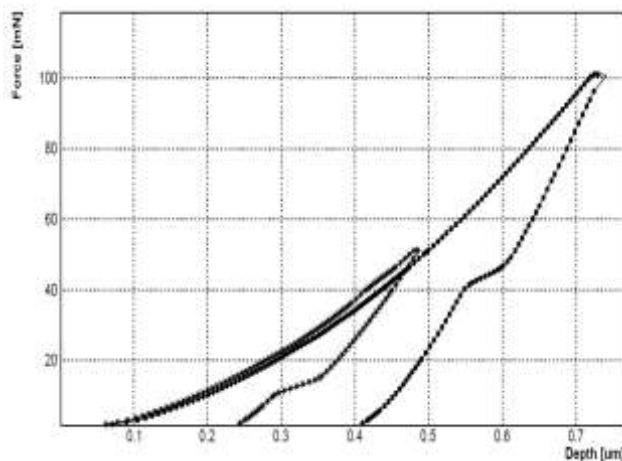
ნახ. 1-ზე ნაჩვენებია ინდენტორის დატვირთვა შეღწევის გრაფიკული წარმოდგენა ინდენტორზე მაქსიმალური დატვირთვის 50 მნ და 100 მნ პირობებში. ინდენტორის ნიმუშის სიღრმეში შეღწევისა და უკუსვლის ეტაპებზე გრაფიკის შტოების ცვლილებები ერთმანეთისაგან განსხვავებული კანონზომიერებით ხასიათდებიან. რაც მიუთითებს დატვირთვა-განტვირთვის სრულ ციკლში დრეკად და არადრეკად დეფორმაციაზე საცდელი ნიმუშის ინდენტორის ქვეშ არსებულ ზონაში. ინდენტორზე მოდებული მაქსიმალური დატვირთვის გაზრდით 100 მნ-მდე იზრდება კრისტალში შეღწევის სიდიდე, ასევე მალდება ინდენტორის განტვირთვის შემდეგ ნარჩენი სიღრმე. უწყვეტი დატვირთვის ზრდის პროცესში შესაბამისი გრაფიკის ფორმა დამოკიდებული არ არის ინდენტორზე მოდებული მაქსიმალური დატვირთვაზე. ამავე უბანზე გრაფიკებზე არ ფიქსირდება რაიმე თავისებურება (წყვეტა, დახრილობის ცვლილება, ღუნვა, პლატო), ეს მიანიშნებს ინდენტორზე განვითარებული მაღალი წნევის გავლენით მოსალოდნელ ფაზურ გარდაქმნებზე საცდელი n-Si-ის ალმასის ტიპის სტრუქტურაში.

ლიტერატურული წყაროების თანახმად [13,14] ვიკერსის ინდენტორზე დატვირთვის ზრდის პირობებში ფაზური გარდაქმნების გამოვლენა შესაძლებელია მხოლოდ იშვიათად, ინდენტორზე დატვირთვის დროში ცვლილების სიჩქარის მეტად დაბალი მნიშვნელობებისათვის.

განტვირთვის საწყის ეტაპზე გრაფიკებზე შეინიშნება მაჩვენებლიანი ფუნქციის ანალოგიური ცვლილებები, რაც ადასტურებს განტვირთვის დეფორმაციის დრეკად ბუნებას. ინდენტორზე მოდებული 100მნ მაქსიმალური დატვირთვისას დატვირთვა- განტვირთვის გრაფიკის უკუსვლის შტოზე 25 მნ სიდიდის განტვირთვის მახლობლობაში გამოვლინდა პლატო, რაც მიუთითებს დეფორმაციის არადრეკადი მდგენელის განვითარებას. თანახმად

ლიტერატურული მონაცემებისა [15] განტვირთვა-უკუსვლის, გრაფიკზე პლატო მიეწერება ფაზურ გარდაქმნებთან დაკავშირებულ პლასტიკურ დეფორმაციას, ინდენტორის ქვეშ განვითარებული მაღალი წნევის გავლენით. დეფორმაციის შესახებ ინფორმაციის მიღების მიზნით გაანალიზებულია 50 მნ და 100 მნ დატვირთვებით წარმოქმნილი ინდენტორების ანაბეჭდების ოპტიკური მეტალოგრაფიული გამოსახულებები. ორივე შემთხვევაში ოპტიკურ გამოსახულებებზე არ ფიქსირდება ბზარწარმოქმნა და დეფორმაცია მსხვრევით. პრაქტიკულად არ იქნა გამოვლენილი დისლოკაციური სრიალის ნაკვალევი. მაშასადამე შესაძლებელია ვივარაუდოთ, რომ განტვირთვა-უკუსვლის შტოზე არსებული პლატო განპირობებულია ფაზური გარდაქმნებით ძლიერ ლოკალიზებულ არეში ინდენტორის წვეროს ქვეშ.

~ 10^{14} ფლუენსის მაღალენერგეტიკული ელექტრონებით დასხივება, რომლის შედეგად n-Si-ს კრისტალურ მესერში ფორმირდება წერტილოვანი რადიაციული დეფექტები, იწვევს დატვირთვა-შელწევის გრაფიკების დახრილობის სუსტ ცვლილებას დატვირთვის ზრდის ეტაპზე. განტვირთვის ეტაპზე ვლინდება გაგანიერებული ბაქანი და შემდგომში გრაფიკის სიმრუდის ცვლილება. ელექტრონებით დასხივებულ ნიმუშებში მკაფიოდ იზრდება ინდენტორზე მოდებული დატვირთვის სიდიდე ბაქანის მახლობლობაში 100მნ მაქსიმალურ დატვირთვაზე. [ნახ 2].

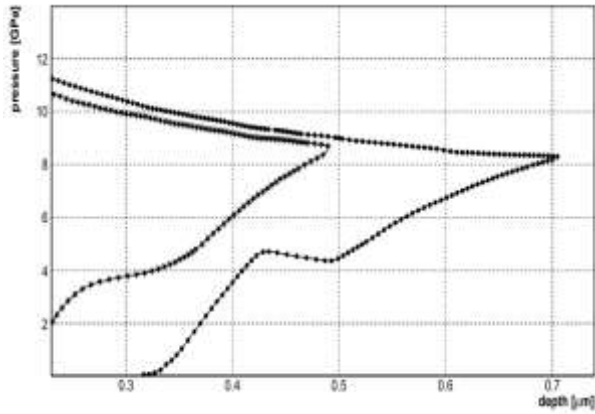


ნახ.2. 12 მევ ენერჯის ელექტრონებით დასხივებული მონოკრისტალური n-Si-ის ინდენტორების დატვირთვა-გადაადგილების დამოკიდებულებები.

----●---- მაქსიმალური დატვირთვა 100მნ.

----*---- მაქსიმალური დატვირთვა 50მნ.

ინდენტორებით ინდუცირებული ფაზების იდენტიფიკაციაში უმთავრესად იყენებენ საშუალო საკონტაქტო წნევის მნიშვნელობებს, რომელიც უმნიშვნელოდ იცვლება დატვირთვის სიდიდისა და ცვლილების სიჩქარის ფართო დიაპაზონებში.

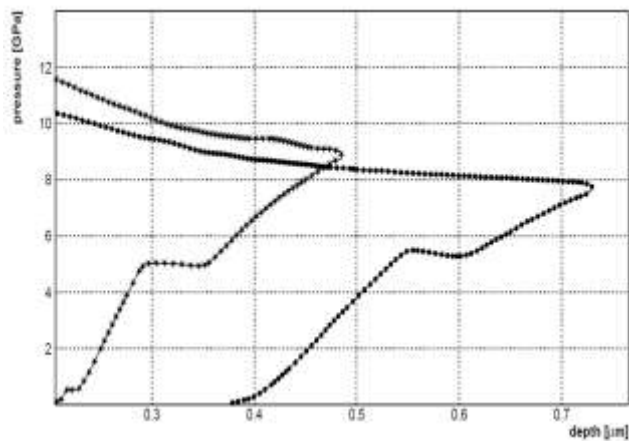


ნახ 3. მონოკრისტალური n-Si-ის საშუალო საკონტაქტო წნევის კონტაქტის სიღრმეზე დამოკიდებულებები.

----●---- მაქსიმალური დატვირთვა 100მნ.

----*---- მაქსიმალური დატვირთვა 50მნ.

ნახ 3-ზე წარმოდგენილია საშუალო საკონტაქტო წნევებისა და ინდენტორის კრისტალში გადაადგილების გრაფიკები მაქსიმალური დატვირთვის 50მნ და 100მნ მნიშვნელობებისათვის. ჩანს, რომ განტვირთვის დროს გამოვლენილი გადახრები დაიმზირებიან საშუალო წნევის 5-5.5 გპა შუალედში. $\sim 10^{14}$ სმ⁻² ფლუენსის მაღალენერგეტიკული ელექტრონებით დასხივება პრაქტიკულად არ იწვევს არსებით ცვლილებებს ინდენტორზე დატვირთვა-განტვირთვის ფუნქციონალურ დამოკიდებულებებში. დაუსხივებელ მდგომარეობასთან შედარებით შეიმჩნევა საშუალო საკონტაქტო წნევის სუსტი მატება (ნახ.4).



ნახ 4. 12 მევ ენერგიის ელექტრონებით დასხივებული მონოკრისტალური n-Si-ის ინდენტორების პროცესში საშუალო საკონტაქტო წნევის კონტაქტის სიღრმეზე დამოკიდებულებები.

----●---- მაქსიმალური დატვირთვა 100მნ.

----*---- მაქსიმალური დატვირთვა 50მნ.

საწყისი ნიმუშის დრეკადობის მოდულის (E) გამომანგარიშებით მიღებულია შემდეგი მნიშვნელობები: 50 მნ მაქსიმალური დატვირთვის შემთხვევაში $E=186.0$ გპა, ხოლო 100 მნ მაქსიმალურ დატვირთვაზე $E=185.8$ გპა. $\sim 10^{13}\text{სმ}^{-2}$ ფლუენსით მაღალენერგეტიკული ელექტრონებით დასხივება იწვევს დრეკადობის მოდულის სუსტად ზრდას მაქსიმალური დატვირთვის ორივე მნიშვნელობაზე. როდესაც მაქსიმალური დატვირთვა არის 50 მნ, მაშინ $E=201.4$ გპა, ხოლო მაქსიმალურ 100 მნ დატვირთვაზე ის შეადგენს 190.2 გპა. დრეკადობის მოდულის ცვლილებებში რადიაციული განმტკიცების სუსტად გამოვლინება განპირობებულია მაღალენერგეტიკული ელექტრონების დაბალი ფლუენსით.

ექსპერიმენტულად დადგენილი ელექტროფიზიკური და დინამიური მექანიკური თვისებების სპეციფიკური ცვლილებები გამოწვეული ელექტრონების რადიაციისა და განსაკუთრებით, ინდენტირების პროცესებში განვითარებული სტრუქტურული გარდაქმნებით, მათი იდენტიფიკაციისას და შესაბამისად სტრუქტურულად მგრძნობიარე თვისებების ცვლილებათა მექანიზმების დასადგენად, აუცილებელია ფაზური შედგენილობისა და მდგრადობის კვლევა ელექტრონული დიფრაქციისა და რამანის სპექტროსკოპიის მეთოდებით.

ლიტერატურა

1. J.C Jamieson J.Science, 139 (1963), 762-766.
2. J.Z.Hu, L.D.Merkle, C.S.Menoni and J.L.Spain. J.Phys. Rev., B34 U.T(1986), 4679-4683.
3. J.Crain, G.J.Ackland, J.R.Maclean, R.O.Piltz, P.D.Hatton and G.S.Pawley J.Phys Rev., B50 (1994), 1304313047.
4. R.O.Piltz, J.R.Macklean, S.J.Clark, G.J.Ackland, P.D.Hatton and J.Grain J.Phys. Rev., B52 (1995), 4072-4076.
5. A.Kailer, Y.G.Gogotsi and K.G.Nickel. I.Appl. Phys., 81 (1997), 3057-3064.
6. U.T.Yin and U.L.Cohen.I.Phys.Rev., B26 (1982), 5668-5674.
7. I.S.Kasper and S.H.Richards. I.Acta Crystall., 17 (1964), 752-757.
8. V.Domnich and Y.Gogotsi. I.Rev.Adv.Mater.Sci., 3 (2002), 1-36.
9. A.D.Sidiropoulos, E.Harea, A.A.Konstantinidis and E.C.Aifantis I.Mech. Behau Mater., 26(1-2),(2017), 65-71.
10. T.Juliano, Y.Gogotsi, and V.Domnich. J.Mater.Res., Vol.18,N5,2003, 1192-1201.
11. U.Zelenak, J.Valesek, S.Hloch.I.Metallurgiya, 51,3,2012, 309-312.

12. C.R.Das,S.Dhara, Yeau-Ren Jeng, H.C.Hsu, K.H.Chen. I.Appl. Phys.Letters, 96,2010, 253113-1-253113-3.
13. Li Chang, Liangehi Zhang. J.Materials Science and Engineering A506, 2009, 125-129.
14. R.Abram, D.Chrobak and R.Now-ar. J.Phys. Rev. Letters, 118, 2017, 095502-1-095502-5.
15. Z.Zeng, Lin Wang, K.Ma, and Deren Yang. I.Scripta Materialla, 64, 2014, 832-835.

Influence of electron irradiation on structural phase transformations during microindentation of n-Si

Giorgi Darsavelidze, Avtandil Sichinava, Kakhaber Shamatava, Marina Kadaria, Roman Abramishvili

Ilia Vekua Sukhumi Institute of Physics and Technology, Tbilisi, Georgia

Abstract

Influence of electron irradiation on structural changes in the process of microindentation by the Vickers method in (111) oriented n-Si has been studied. It is shown, that electron irradiation with $1 \cdot 10^{13} \text{ cm}^{-2}$ fluence causes weak increase of elastic modulus and average contact pressure causing plastic deformation. In the area of unloading of the functional dependences of the indenter load-displacement, a plateau and a gradual change in the slope are simultaneously revealed. The mentioned changes are characteristic of partial amorphization and structural transformations in the metastable phases of silicon. Electron irradiation reveals a tendency to increase the critical pressures of phase transformations in the range of 4-5.5 GPa of average contact pressure.

Keywords: *monocrystalline silicon, Vickers indenter, electron irradiation, contact pressure, elastic modulus*