

ИЗМЕНЕНИЕ ЭЛЕКТРОСОПРОТИВЛЕНИЯ КРЕМНИЯ ПРИ ЦИКЛИЧЕСКОМ НАНОИНДЕНТИРОВАНИИ

Е.Е. Харя

Институт прикладной физики АНМ,
ул. Академией, 5, г. Кишинев, MD-2028, Республика Молдова, evg2000@mail.md

Введение

Метод динамического индентирования позволяет определить довольно широкий спектр механических свойств материалов, таких как твердость, модуль Юнга, вязкость, предел текучести и др. [1]. Довольно оригинальное применение метода предложили авторы работы [2], где исследовано изменение сопротивления кремния в процессе наноиндентирования. В этой, а также в ряде других работ [3, 4] изменение сопротивления кремния во время индентирования связывают главным образом с фазовыми переходами под индентором, которые имеют место на стадии нагрузки-разгрузки последнего. Во время фазовых превращений верхний контакт, подверженный индентированию, резко переходит из контакта Шоттки в Омический, тем самым уменьшая сопротивление образца. Однако при этом остаются невыясненными следующие вопросы:

Каким образом изменение контакта в нанобъеме может кардинально изменить сопротивление массивного образца?

Почему после полной разгрузки образца сопротивление возвращается к исходной величине, хотя в соответствии с работами [2–4] фазовые превращения в отпечатке остаются?

В то же время широко известны пьезорезистивные свойства кремния, описанные Смитом еще в 1954 г. [5].

В связи с вышеизложенным в данной работе изучен вклад фазовых превращений в зоне под отпечатком в общую картину изменения сопротивления кремния при индентировании.

Эксперимент

Структуры $n^+ITO-SiO_2-nSi$ являются перспективными преобразователями солнечной энергии в электрическую [6]. Данные структуры были получены методом пиролитического распыления спиртового раствора хлорида индия и олова ($InCl_3: SnCl_4$) на разогретую подложку кремния [7]. В результате на кремнии, имеющем на своей поверхности тонкий слой окисла SiO_2 порядка 10 нм, образовывалась поликристаллическая пленка $In_2O_3-SnO_2$ (ITO) толщиной 350-400 нм и удельным электрическим сопротивлением $1,1 \cdot 10^{-3}$ Ом·см. Ширина запрещенной зоны составляла $\sim 3,9$ эВ. В качестве подложки использовались кремниевые пластины, легированные фосфором, с кристаллографической ориентацией (100), удельным электрическим сопротивлением $\rho = 4,5$ Ом·см, концентрацией носителей $N = 10^{15} \text{ см}^{-3}$, подвижностью электронов $\mu = 1250 \text{ см}^2/(\text{В} \cdot \text{с})$ и электропроводностью $\sigma = 0,2 \text{ Ом}^{-1} \cdot \text{см}^{-1}$.

Принципиальная схема эксперимента показана на рис. 1 и является идентичной схеме, использованной в работе [2]. Индентирование образца производилось на нанотестере NHT CSM Instruments SA в циклическом режиме нагружения от 0 до 50 мН с длительностью нагружения 30 с, выдержкой под нагрузкой 20 с и разгрузкой 30 с.

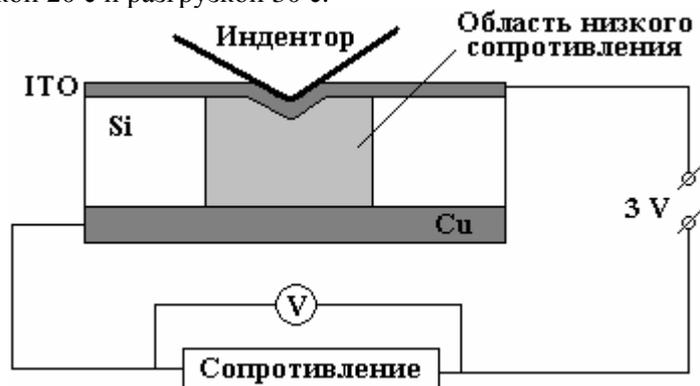


Рис. 1. Схема эксперимента

На образец подавалось постоянное напряжение 3 В. Для повышения чувствительности эксперимента в цепь последовательно подключали сопротивление 10 кОм, с которого цифровой вольтметр снимал показания с периодичностью 2 раза в секунду. Электрическое напряжение на контрольном резисторе возрастало во время индентирования, следовательно, пропорционально увеличивался ток, проходящий через образец. Индентирование проводилось при освещении, недостаточном для появления фототока в образцах.

Результат

В каждом эксперименте осуществлялось 6 циклов индентирования. На рис. 2 представлены результаты одного эксперимента. Изменение электрического напряжения на контрольном сопротивлении при индентировании образца показано на рис. 2,а. Особенно выделяется первый максимум, который соответствует первому циклу индентирования, где понижение электросопротивления образца обусловлено как улучшением верхнего контакта [2–4], так и пьезорезистивным эффектом кремния [5, 8]. Все последующие циклы показывают максимальное увеличение электропроводности структуры ITO/Si в среднем на 30% меньше. Анализ поверхности отпечатка показал разрушения и отслаивание пленки ITO уже после первого цикла (рис. 3), что позволяет говорить о незначительном вкладе фазовых переходов в кремнии, локализованных в непосредственной близости (300–400 нм [9]) под поверхностью отпечатка, в общую сопротивляемость структуры при втором и последующих циклах индентирования. О разрушениях пленки свидетельствует и диаграмма нагружения-перемещения индентора (рис. 2,б). Кривая, соответствующая первому циклу индентирования, указывает на глубокий провал индентора (около 120 нм) во время выдержки под нагрузкой, что практически отсутствует при последующих циклах.

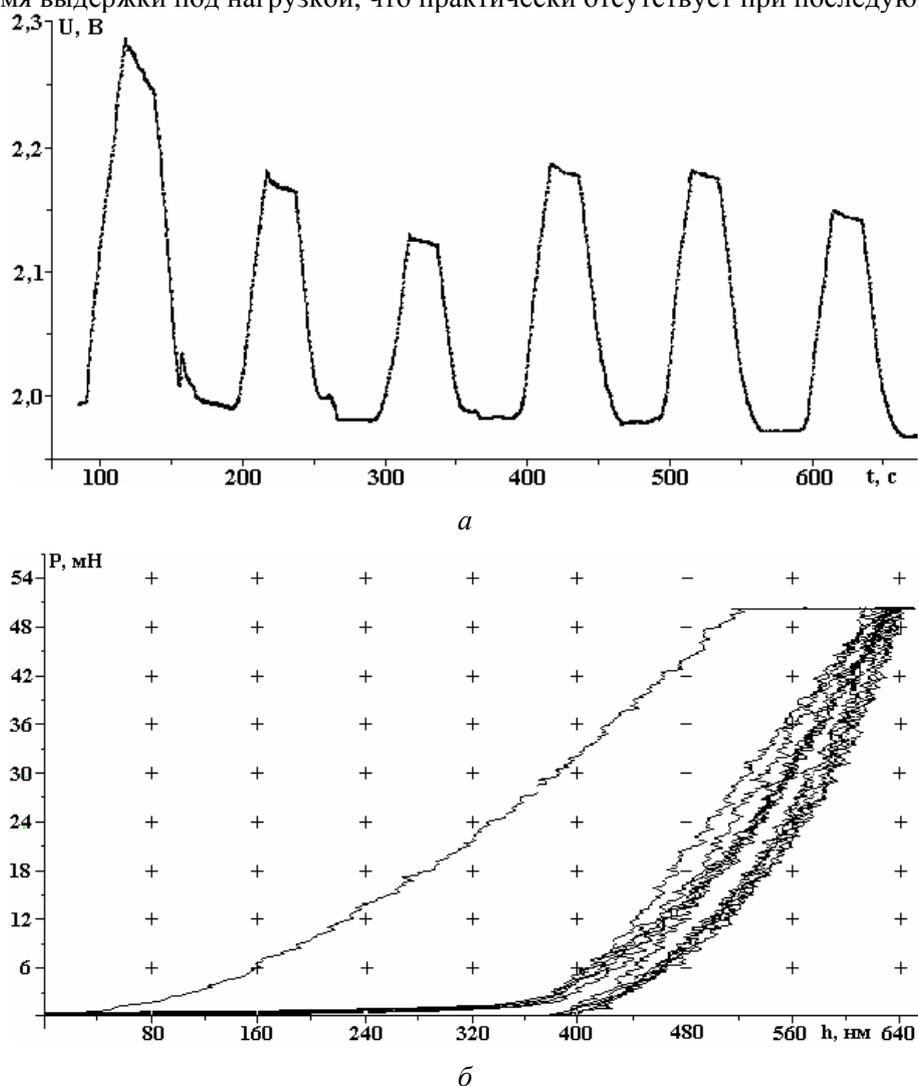


Рис. 2. Изменение электрического напряжения на контрольном сопротивлении в зависимости от времени (а), зависимость перемещения индентора от нагрузки (б)

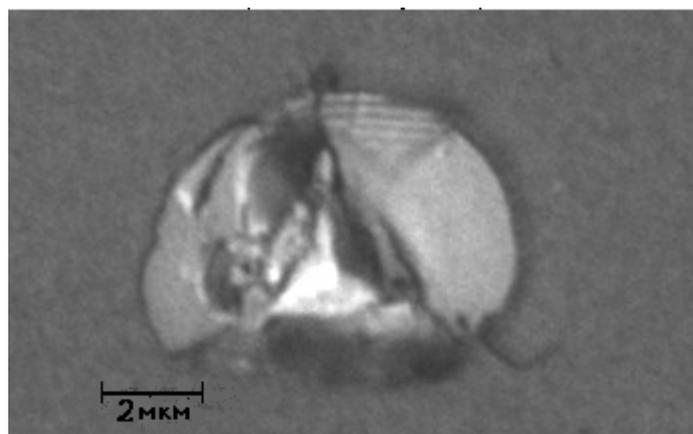


Рис. 3. Отпечаток на ITO/Si после первого цикла индентирования

Исходя из вышеизложенного можно предложить следующую модель поведения электросопротивления кремния при циклическом наноиндентировании: во время нагрузки индентора в течение первого цикла сопротивление структуры $n^+ITO-SiO_2-nSi$ падает за счет фазовых изменений и улучшения контакта в области индентирования, в то же время давление, оказанное на атомную решетку, меняет ширину запрещенной зоны полупроводника, энергию ионизации доноров или акцепторов, изменяя при этом энергетический спектр носителей заряда. Все это приводит к изменению концентрации и подвижности носителей в области намного большей, чем область фазовых переходов, которая достигает глубины, равной расстоянию между контактами. Во время выдержки под нагрузкой пленка ITO разрушается, а при разгрузке частично отслаивается, оставляя область фазовых превращений без непосредственного контакта с ITO. Также при разгрузке решетка упруго восстанавливается, приводя сопротивление образца к исходному значению. В последующих циклах индентирования сопротивление образца меняется в основном за счет пьезорезистивного эффекта.

Выводы

Использование хрупкого контакта (ITO) на кремнии позволило определить вклад фазовых переходов (~30%) и пьезорезистивного эффекта (~70%) в изменение проводимости монокристаллического Si.

Метод циклического индентирования представил уникальную возможность наглядно продемонстрировать непостоянство пьезорезистивности кремния при действии циклической нагрузки (рис. 2,а) и, по-видимому, ее зависимость от механических процессов, происходящих в кристалле.

Автор выражает благодарность проф. И. Самарасу, проф. Е. Айфантису, д-ру П. Лиамадису (Университет им. Аристотеля, г. Салоники, Греция) за оказанную помощь в проведении экспериментальных работ.

ЛИТЕРАТУРА

1. Головин Ю. Наноиндентирование и механические свойства твердых тел в субмикророботах, тонких приповерхностных слоях и пленках. *ФТТ*. 2008, **50**(12), 2113–2142.
2. Bradby J.E., Williams J.S. and Swain M.V. *In situ* electrical characterization of phase transformations in Si during indentation. *Phys. Rev. B*. 2003, **67**, 085205.
3. Clarke D.R., Lroll M.C., Kirchner P.D. and Cook R.F. Amorphization and Conductivity of Silicon and Germanium Induced by Indentation. *Physical Rev. Letters*. 1988, **60**(21), 2156–2159.
4. Ruffell S.J., Bradby E., Fujisawa N. and Williams J.S. Identification of nanoindentation-induced phase changes in silicon by in situ electrical characterization. *Journal of Applied Physics*. 2007, **101**, 083531.
5. Smith C. S. Piezoresistance in germanium and silicon. *Phys. Rev.* 1954, **94**, 42.
6. Simashkevich A., Serban D., Bruc L. et al. Spray Deposited ITO-nSi Solar Cells with Enlarged Area. *Abstracts of 2nd Intern. Conf. MSCMP*. Chisinau, 2004, p.138.
7. Bersirova O.L., Bruk L.I., Dikusar A.I., Karaman M.I., Sidel'nikova S.P., Simashkevich A.V., Sherban D.A. and Yapontseva Yu.S. Thin films of titanium and tin oxides and semiconductor structures on their basis obtained by pyrolytic pulverization: Preparation, characterization, and corrosion properties. *Surface Engineering and Applied Electrochemistry*. 2007, **43**(6), 443–452.

8. Вир Г. Л., Пикус Г. Е. *Симметрия и деформационные эффекты в полупроводниках*. М.: 1972.
9. Zarudi I., Zhang L.C. Microstructure Evolution in Monocrystalline Silicon during Cyclic Microindentations. *Journal of Materials Research*. 2003, **18**, 758–761.

Поступила 05.01.11

Summary

Change of electrical resistance of the structure n + ITO-SiO₂-nSi subject to external mechanical stress created by the cyclic indentation was studied in the present work. The consideration was taken of the two factors contributing to this phenomenon, as well as the contribution of each of them in the change of conductivity during indentation. It was found out that the first factor, i.e. phase transformations under indenter, is responsible for only one third of the total change of conductivity of silicon. While the bigger part of the change of silicon conductivity, is, most probably, due to the second factor, i.e. the effect of the change of silicon piezoresistance in the process of loading-unloading of the sample during nanoindentation.
