

УДК 621:315.592

©1994

## ГЕНЕРАЦИЯ И ДВИЖЕНИЕ ДИСЛОКАЦИЙ ПРИ МЕХАНИЧЕСКИХ ПОВРЕЖДЕНИЯХ ПОВЕРХНОСТИ КАРБИДА КРЕМНИЯ

*А. С. Трегубова, Е. Н. Мохов, И. Л. Шульпина*

Исследовано распределение дислокаций в SiC, генерируемых царапинами, наносимыми алмазным резцом, при температуре отжига  $T_a = 800 \div 2000^\circ \text{C}$ . Выявлена высокая подвижность дислокаций при относительно низкой  $T_a = 1200 \div 1300^\circ \text{C}$ , сохраняющаяся, однако, в течение короткого промежутка времени ( $\tau < 1$  мин). Обнаружено, что скорость разбега дислокаций выше в эпитаксиальных слоях SiC, выращенных вакуумной сублимацией. Более подвижными являются дислокации, распространяющиеся от царапин на грани (0001) Si, чем на грани (000 $\bar{1}$ ) C. Результаты объясняются с учетом влияния на перемещение дислокаций собственных точечных дефектов.

SiC — широкозонный полупроводник с большой энергией связи, используемый для создания приборов с повышенной термической и радиационной стабильностью. Ухудшение параметров полупроводниковых структур на основе SiC нередко обусловлено дислокациями, генерируемыми при повреждении поверхности и разбегающимися при последующей термообработке [1]. Как показывают результаты электронно-микроскопических исследований [2,3], перемещение дислокаций в кристаллах SiC, подвергнутых одноосному сжатию или изгибу, наблюдается при низких температурах отжига ( $T_a < 1000^\circ \text{C}$ ). Однако при отсутствии внешних напряжений распространение дислокаций, возникающих при шлифовке [4], индентировании [5] или нанесении царапин на грани (000 $\bar{1}$ ) C [6], либо обнаруживалось вообще, либо наблюдалось только при высоких  $T \geq 1800^\circ \text{C}$ .

В настоящей работе показано, что при определенных условиях распространение дислокаций в монокристаллическом SiC, генерируемых царапинами, причем на весьма значительные расстояния ( $d \approx 0.2 \div 0.5$  мм), оказывается возможным уже при  $T_a \approx 1200 \div 1300^\circ \text{C}$ . В исследованном температурном диапазоне ( $800\text{--}2000^\circ \text{C}$ ) выявлен немонотонный характер развития дислокационной структуры с ростом температуры отжига и установлена сильная зависимость скорости движения дислокаций от продолжительности отжига и режима термообработки.

Для исследования отбирались монокристаллы SiC политипа 6H, полученные методом Лели с низкой плотностью ростовых дислокаций ( $C_D \leq 10^2 \text{ см}^{-2}$ ). Использовались также образцы 6H SiC с эпитаксиальными слоями, выращенными сублимационным «сэндвич-методом» в вакууме при температуре  $1750\text{--}1800^\circ \text{C}$  [7] с толщиной слоя 60–100 мкм.

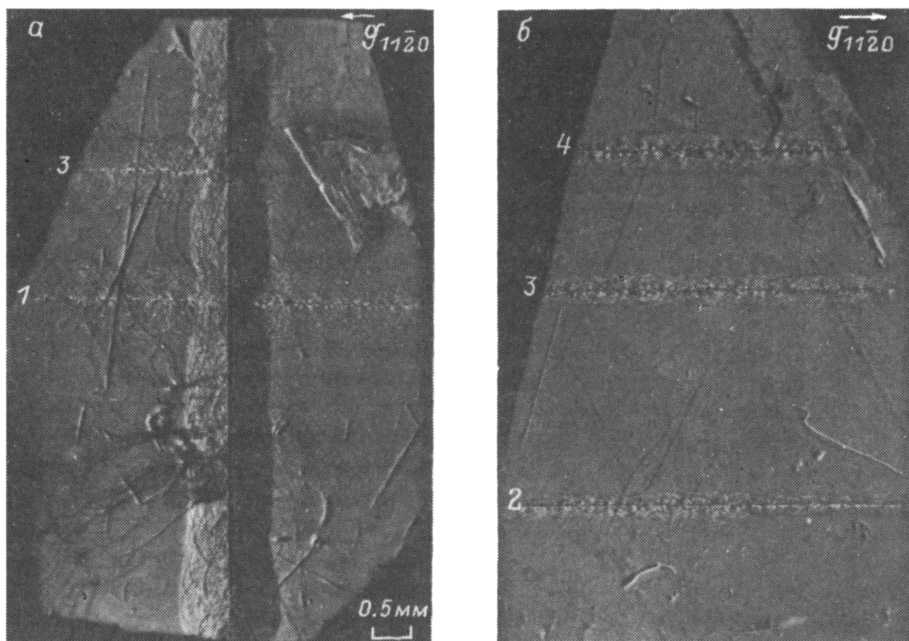


Рис. 1. Рентгеновские топограммы кристаллов SiC с царапинами а) на эпитаксиальном слое, выращенном вакуумной сублимацией (грань  $(000\bar{1})\text{C}$ ); б) на кристалле, полученном методом Лели (грань  $(0001)\text{Si}$ ) после отжига при  $T_a = 1800^\circ\text{C}$  в течение 10 мин.

Начальная температура отжига ( $^\circ\text{C}$ ): 1 — 1000, 2 — 1200, 3 — 1500, 4 — 1800. Метод АПРЛ,  $\text{Cu } K_\alpha$ -излучение. Видны дислокационные полупетли с разной длиной разбега.

Все образцы имели  $n$ -тип проводимости и были легированы азотом с концентрацией  $N_D - N_A = (0.5 \div 2) \cdot 10^{18} \text{ см}^{-3}$ .

Для генерации дислокаций на образцах создавались царапины путем скрайбирования алмазным резцом поверхности  $(000\bar{1})\text{C}$  или  $(0001)\text{Si}$  в направлении  $[11\bar{2}0]$ . Далее образцы подвергались многоступенчатому изохронному отжигу с постепенным повышением температуры от  $800$  до  $2000^\circ\text{C}$  продолжительностью 10 мин. Отжиг проводился в инертной атмосфере в среде аргона. Время вывода на режим от температуры  $T_a = 500^\circ\text{C}$  составляло 2–3 мин. Кроме того, перед отжигом при  $T_a = 1200, 1500, 1800$  и  $2000^\circ\text{C}$  на исследуемые образцы наносились дополнительные царапины, т.е. создавался набор царапин с различной начальной температурой отжига.

Выявление и изучение дислокаций после каждой стадии отжига проводилось по рентгеновским топограммам, полученным методами аномального прохождения рентгеновских лучей (АПРЛ) и Ланга в разных отражениях.

При  $T_a \leq 1100^\circ\text{C}$  на рентгеновских топограммах обычно выявлялись только деформационные нарушения в виде канавки, по обеим сторонам от которой следовала область напряжений. Однако при более высоких  $T_a$  развитие дислокационной структуры сильно зависело от величины нагрузки ( $M$ ), прикладываемой к алмазному резцу при скрайбировании. При малых нагрузках ( $M < 100 \text{ г}$ ) в полном соответствии с [6] заметный разбег дислокаций выявлялся только при

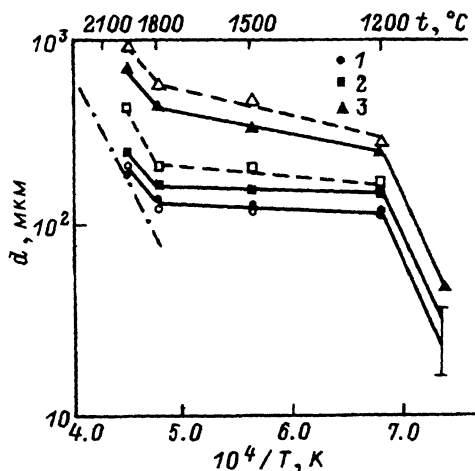


Рис. 2. Зависимость длины разбега дислокаций от температуры отжига при различных режимах (одноступенчатый — штриховые линии, многоступенчатый — сплошные кривые) в образцах, выращенных методом Лели (1, 2), и эпитаксиальных слоях (3) на гранях (000 $\bar{1}$ ) C (1, 3) и (0001) Si (2). Штрихпунктирная линия — данные [6].

$T_a \geq 1800^\circ \text{C}$ . В то же время, при более высокой  $M$  дислокационные полупетли с направлением расширения (1100) были обнаружены уже при  $T_a = 1200^\circ \text{C}$ .

Отметим, что наибольший разбег дислокаций наблюдался в эпитаксиальных слоях SiC. Обычно в таких образцах ширина дислокационной зоны была в 3–5 раз выше, чем при тех же условиях в монокристаллах, полученных методом Лели (рис. 1). От царапин, наносимых на грани (0001) Si, дислокации распространялись на большие расстояния, чем от царапин, наносимых на грани (000 $\bar{1}$ ) C, особенно при одноступенчатом режиме отжига.

С увеличением температуры от 1200 до 1800 $^\circ \text{C}$  при многоступенчатом отжиге ширина зоны дислокационных полупетель вокруг царапин изменялась сравнительно слабо. Лишь при более высоких  $T_a = 1900 \div 2200^\circ \text{C}$  дислокации вновь приобретали относительно высокую подвижность (рис. 2).

Для оценки скорости движения дислокаций при низких  $T_a \approx 1300^\circ \text{C}$  проводилась серия отжигов разной длительности от 1 до 10 мин. Как выяснилось, зависимость разбега дислокационных петель от времени отжига характеризуется быстрым насыщением за время  $\tau \leq 1$  мин, после которого распространение дислокаций резко замедлялось (рис. 3). Из этого следует, что при  $T_a = 1300^\circ \text{C}$  движение дислокаций происходит с весьма высокой скоростью ( $V_g > 2 \cdot 10^4$  см/с), но в течение короткого времени. Отметим, что эта температура близка к температуре перехода от хрупкого к пластичному состоянию в SiC ( $T_a \approx 1100^\circ \text{C}$ ) [2].

Можно было бы ожидать, что при дальнейшем увеличении  $T_a$  скорость движения будет быстро возрастать. Однако вплоть до  $T_a = 1800 \div 2000^\circ \text{C}$  ширина зоны разбега дислокаций менялась слабо (рис. 2). Такая аномальная зависимость скорости движения дислока-

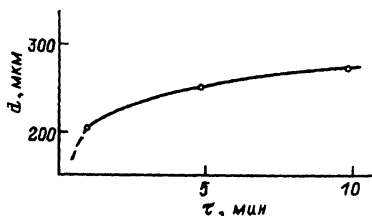


Рис. 3. Зависимость длины разбега дислокаций от времени отжига.

Грань — (0001) Si,  $T_a = 1300^\circ \text{C}$ .

ций от температуры отжига, на наш взгляд, объясняется действием сил, препятствующих перемещению дислокаций [8], величина которых изменяется от температуры и продолжительности отжига. Обычно эти силы обусловлены взаимодействием дислокаций с точечными дефектами. Такими точечными дефектами вряд ли являются примеси, поскольку диффузионная подвижность большинства примесей в SiC при  $T < 2000^\circ \text{C}$  очень низка [9]. Более вероятно, что стопорами дислокаций в данном случае служат собственные дефекты, вводимые при скрайбировании. Это подтверждается уменьшением подвижности дислокаций в кристаллах SiC с высокой концентрацией радиационных дефектов [6]. В этой связи отметим, что основная стадия отжига неравновесных собственных дефектов, введенных, например, при облучении быстрыми электронами, находится вблизи  $1100\text{--}1200^\circ \text{C}$  [10–12]. Очевидно, что их распад приводит к образованию повышенной концентрации подвижных дефектных центров, взаимодействующих с перемещающимися дислокационными петлями. Если такой процесс имеет место, то время  $\tau_a$ , в течение которого дислокации сохраняют высокую подвижность, определяется продолжительностью формирования атмосферы точечных дефектов вокруг дислокаций. С другой стороны,  $\tau_a$  сравнимо с длительностью нагрева установки до заданной температуры, что, очевидно, является причиной зависимости ширины дислокационной зоны от режима отжига. Более высокая подвижность дислокаций в образцах SiC, выращенных при пониженных температурах методом вакуумной сублимации, может быть объяснена следующими причинами.

Во-первых, в отличие от стандартных монокристаллов SiC эти образцы имеют более низкие микропрочностные характеристики [13], что связывается с наличием в них кластеров собственных дефектов, обусловленных отклонением состава от стехиометрического [14]. Во-вторых, сами кластеры могут являться геттерами для собственных дефектов, вводимых при царапании кристаллов, тем самым уменьшая их концентрацию. Различия в скорости движения дислокаций, генерируемых царапинами, создаваемыми на полярных  $\{0001\}$  гранях, могут быть объяснены разным их типом. Согласно [6], при нанесении царапины и последующей термообработке возникают в основном  $60^\circ$  дислокации. Следует ожидать (по аналогии с  $\text{A}_3\text{B}_5$ ), что от царапин на  $(0001)\text{Si}$  грани формируются преимущественно дислокации  $\alpha$ -типа, а от царапин на  $(000\bar{1})\text{C}$  грани —  $\beta$ -типа. Если это утверждение справедливо, то в  $n$ -SiC дислокации  $\alpha$ -типа являются более подвижными, чем  $\beta$ -типа. Подобная картина часто наблюдается при движении дислокаций в других полупроводниковых соединениях [8]. Отметим и то обстоятельство, что  $(0001)\text{Si}$  грань обладает более высокой поверхностной энергией, чем  $(0001)\text{C}$  грань [15], и, очевидно, повышенной способностью геттерирования неравновесных собственных дефектов из приповерхностного слоя. Это также должно способствовать большей подвижности дислокаций, разбегающихся от царапин на  $(0001)\text{Si}$  грани.

Таким образом, полученные данные об особенностях движения дислокаций в SiC могут быть объяснены (пока в качественной форме) на основе динамики собственных точечных дефектов.

В заключение авторы выражают благодарность Ю.А.Водакову за участие в обсуждении результатов, В.В.Семенову, А.Д.Роенкову за помощь в проведении экспериментов.

### Список литературы

- [1] Трегубова А.С., Мохов Е.Н., Роенков А.Д. и др. // Тез. докл. III Всес. конф. по широкозонным полупроводникам. Махачкала, 1986. С. 85-86.
- [2] Maeda K., Suzuki K., Fujita S., Ichihara M., Hyodo S. // Phil.Mag. 1988. V. 57A. N 4. P. 573-592.
- [3] Пилянкевич А.Н., Бритун В.Ф., Котко В.А. // УФЖ. 1988. Т. 33. № 7. С. 1085-1088.
- [4] Долотов Н.И., Левчук Б.И., Макаров В.В. и др. // Физика и химия обработки материалов. 1986. № 4. С. 69-71.
- [5] Францевич И.Н., Кравец В.А., Назаренко Н.В. // Порошковая металлургия. 1975. Т. 8. № 152. С. 89-93.
- [6] Трегубова А.С., Мохов Е.Н., Шульпина И.Л. // ФТТ. 1990. Т. 32. № 8. С. 2311-2315.
- [7] Vodakov Yu.A., Mokhov E.N., Ramm M.G., Roenkov A.D. // Krist. und Techn. 1979. V. 14. N 6. P. 729-741.
- [8] Мильвидский М.Г., Освенский В.Б. Структурные дефекты в монокристаллах полупроводников. М., 1984. 256 с.
- [9] Vodakov Yu.A., Mokhov E.N. // Silicon Carbide-1973. South Carolina Univ. Press, 1974. P. 508-514.
- [10] Вавилов В.С., Водаков Ю.А., Иванов А.И., Мохов В.Н. и др. ФТП. 1991. Т. 25. № 4. С. 762-766.
- [11] Гейци И.И., Нестеров А.А., Смирнов Л.М. // ФТП. 1971. Т. 5. № 3. С. 502-505.
- [12] Гирка А.И., Мокрушин А.Д., Мохов Е.Н. и др. // ЖЭТФ. 1990. Т. 97. № 2. С. 578-590.
- [13] Гаршин А.П., Лавренова Е.Л., Водаков Ю.А., Мохов Е.Н. // ФТТ. 1992. Т. 34. № 9. С. 2748-2752.
- [14] Водаков Ю.А., Ломакина Г.А., Мохов Е.Н. Широкозонные полупроводники. Махачкала, 1988. С. 23-33.
- [15] Vodakov Yu.A., Mokhov E.N., Roenkov A.D., Saidbekov D.T. // Phys. St. Sol. 1976. V. 35a. N 1. P. 37-42.

Физико-технический институт  
им. А.Ф.Иоффе РАН  
Санкт-Петербург

Поступило в Редакцию  
14 июля 1993 г.