

УДК 621 : 315.592

© 1990

ДВИЖЕНИЕ ДИСЛОКАЦИЙ В КРИСТАЛЛАХ КАРБИДА КРЕМНИЯ, ВВОДИМЫХ МЕХАНИЧЕСКИМИ ПОВРЕЖДЕНИЯМИ ПОВЕРХНОСТИ

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

Исследовано движение дислокаций в термообработанных монокристаллах α -SiC, генерируемых при нанесении царапин алмазным резцом на поверхности (0001) С. Установлено, что заметный разбег дислокаций происходит лишь при температурах отжига $T_0 \geq 1800^\circ\text{C}$, осуществляется преимущественно скольжением и зависит от кристаллографической ориентации царапин и плотности, а также распределения исходных ростовых дислокаций. Обнаружено уменьшение подвижности дислокаций в кристаллах, облученных большими дозами реакторных нейтронов ($\Phi = 10^{20} \text{ см}^{-2}$). Торможение дислокаций при $T < 1800^\circ\text{C}$, а также после облучения нейтронами связывается с атмосферой неравновесных точечных дефектов.

Деформация решетки, возникающая при механических повреждениях поверхности кристалла, часто приводит к генерации в нем дислокаций. Следует ожидать, что в ковалентном кристалле с большой энергией связи, как SiC, распространение этих дислокаций будет существенно затруднено [1]. Вероятно, вследствие этого в SiC в отличие, например, от Si не наблюдалось зоны с повышенной плотностью дислокаций как при механической обработке поверхности образивом [2], так и при диффузии примесей [3]. Не отмечалось также заметного разбега дислокаций и при введении в монокристалл SiC локальных напряжений, инициируемых уколом алмазного индектора даже после термообработки при $T_a \approx 2000 \div 2400^\circ\text{C}$ [4]. Наконец, изучение высокотемпературной ползучести SiC (как моно [5], так и поликристаллического [6, 7]) не выявило существенной роли дислокаций в этом процессе, а сама пластическая деформация объяснялась диффузионным течением вещества, лимитируемого самодиффузией (объемный или по границам зерен). Этим выводам, однако, противоречили результаты, полученные методом просвечивающей электронной микроскопии [8-12], свидетельствующие о том, что генерация и движение дислокаций вблизи повреждений, создаваемых индентированием [8] или царапанием поверхности [9], возможны даже при весьма низких температурах, близких к комнатной, причем перемещение дислокаций осуществляется преимущественно скольжением. Такое расхождение результатов требовало дополнительного рассмотрения этого вопроса.

В настоящей работе методами рентгеновской топографии исследованы особенности движения дислокаций в монокристаллах SiC политипа 6H, возникающих при механическом повреждении поверхности кристалла и последующей термообработки.

Использовались пластинчатые кристаллы SiC с базисными гранями {0001}, выращенные методом Лели. Образцы были легированы азотом с концентрацией некомпенсированных доноров $(N_D - N_A) \approx (1 \div 3) \times 10^{18} \text{ см}^{-3}$ и имели исходную плотность дислокаций $C_d \leq 10^3 \text{ см}^{-2}$. Некоторые образцы облучались реакторными нейтронами (флюэнс $\Phi = 10^{20} \text{ см}^{-2}$).

Методика эксперимента была следующей: на поверхность (0001) С путем скрайбирования алмазным резцом при $T_{\text{комн}}$ наносились царапины в направлениях $[11\bar{2}0]$ и $[1\bar{1}00]$. Далее образец подвергался многостадийному изохронному отжигу ($t=10$ мин) с последующим ступенчатым повышением температуры от 1000 до 2600 °С с интервалом 100 °С. После каждой стадии, используя методы рентгеновской топографии: аномального прохождения рентгеновских лучей (АПРЛ), Ланга [11] и стопкадров [12], оценивалась ширина деформационной области, а также изучался процесс генерации и развития дислокационной структуры

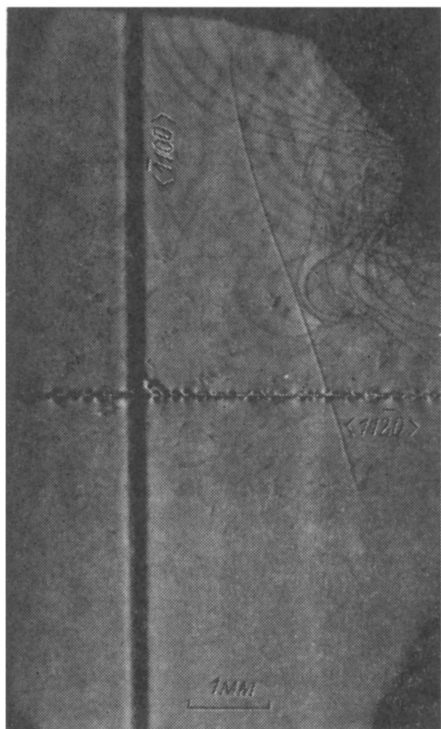


Рис. 1. Рентгеновская топограмма кристалла SiC-6H с царапинами на поверхности (0001). Метод АПРЛ, $\text{CuK}\alpha$ -излучение, отражение $11\bar{2}0$.



Рис. 2. Рентгеновская топограмма одного из кристаллов после отжига при 2500 °С.

Вокруг царапин видны дислокационные полуветви. В области А со скоплением ростовых дислокаций вблизи поверхности кристалла разрез полуветвь увеличен.

вокруг царапин. Для изучения распространения дислокаций по глубине на отдельных образцах топограммы снимались при последовательном удалении поверхностного слоя травлением.

Как известно [13], при скрайбировании алмазным резцом возникает зона деформации, которая представляет собой канавку, окруженную микротрещинами и микросколами, за которыми следует область напряжений кристаллической решетки. Избирательная чувствительность рентгеновской топографии к напряжениям решетки кристалла (максимальная в направлении дифракционного вектора g и минимальная в перпендикулярном направлении) выявляет след царапины, нормальной g , в виде широкой (до 300 мкм) полосы черно-белого контраста. Для царапины вдоль g видны изображение канавки, а также областей локальных напряжений, связанных с микросколами (рис. 1). В наших экспериментах ширина канавки составляла 10—30 мкм. В процессе изотермического отжига до 1500 °С не наблюдалось заметных изменений этой картины. После отжига при $T \geq 1500$ °С вокруг царапины становятся видны часто

расположенные дислокационные полупетли. В этих условиях съемки они отчетливо наблюдаются около канавки от царапины, параллельной g . Вокруг перпендикулярной царапины виден сильный перепад контраста, обусловленный резким градиентом напряжений, скрывающий изображение дислокаций. С дальнейшим повышением T_a дислокационная зона вокруг царапин расширялась, а дислокационные петли разреживались, принимая форму несколько удлиненных полупетель с точками закрепления на канавке. Наиболее сильные изменения изображения деформационных полей вокруг царапин происходили при 2000—2300 °С. Они обусловлены значительной релаксацией напряжений, проявляющейся в том, что вдоль царапины, нормальной g , визуализируются дислокации. После отжига при 2300 °С изображения дислокационных зон вдоль обеих рисок становятся сходными (рис. 2). Полученная серия топограмм поддается количественной обработке.

Из разбега дислокаций и времени отжига кристалла могут быть оценены скорости движения дислокаций, а из формы и размера дислокационных полупетель на основе анализа работы источ-

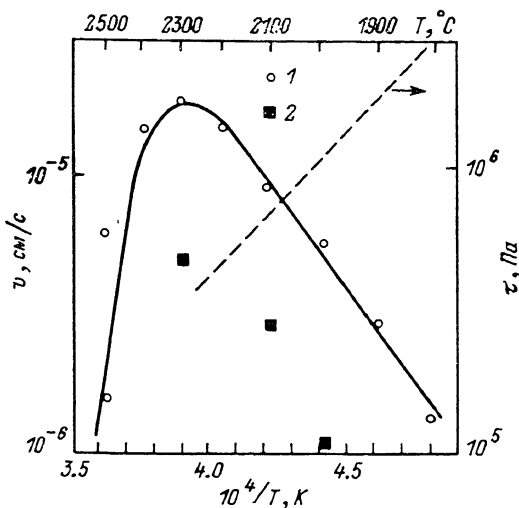


Рис. 3. Зависимость скорости движения дислокаций в направлении $[1\bar{1}00]$ от температуры отжига для необлученного кристалла л-типа (1) и кристалла, облученного нейтронами с флюэнсом $\Phi=10^{20}$ см⁻² (2).

Штриховая прямая показывает уменьшение напряжений вокруг царапины, рассчитанных по размеру дислокационных полупетель.

ника Франка—Рида [14] — напряжения (рис. 3). Из рис. 3 видно, что скорость движения дислокаций сначала увеличивается, а при $T > 2300$ °С резко снижается. При предельно высоких $T \geq 2400$ °С возможно уменьшение ширины дислокационной области, сопровождающееся разреживанием дислокационной структуры в целом. Однако этот процесс происходит в различном темпе и неодинаков для царапин разных направлений и даже в пределах одной царапины. Он вызван стягиванием дислокационных полупетель, обусловленным уменьшением напряжений ниже равновесной величины и отражает существенное различие в локальном распределении напряжений вдоль царапины. С ростом нагрузки на алмазный резец при прочих равных условиях наблюдается больший разбег дислокаций.

Выявлено также различие в скорости движения дислокаций вдоль направлений $[11\bar{2}0]$ и $[1\bar{1}00]$ (большая — в направлении $[1\bar{1}00]$). Оно отчетливо прослеживается лишь в наиболее совершенных кристаллах SiC.

Анализ полученных данных показывает существенную зависимость длины разбега полупетель от плотности и характера распределения исходных ростовых дислокаций. Наибольший разбег наблюдается в кристаллах с высокой плотностью дислокаций ($C_x \geq 10^3$ см⁻²), наименьший — в бездислокационных образцах. Влияние ростовых дислокаций оказывается особенно значительным, если они располагаются в приповерхностном слое, непосредственно вблизи дислокационных полупетель, разбегающихся от царапин (рис. 2, область А).

Для определения типа и характера распределения дислокационных петель вокруг царапин после отжига при 2500 °С была получена серия топограмм в наборе отражений. Из анализа контраста полупетель сле-

дует, что дислокационная зона состоит по крайней мере из трех типов полупетель с разной длиной разбега. Максимальный разбег имеют полупетли, вытянутая часть которых отвечает краевому типу с вектором Бюргерса $a/3$ $[1\bar{1}20]$. Вторая система полупетель с меньшим разбегом отвечает 30° -ной ориентации вытянутой части с вектором Бюргерса $a/3$ $[2\bar{1}10]$. Плоскостью скольжения для этих типов дислокаций является базисная плоскость. Третья система представляет собой сильно вытянутые вдоль царапины полупетли с минимальным разбегом. Эти дислокации принадлежат иной системе скольжения, чем базисная, и в этом видится основная причина их минимального разбега. Их можно наблюдать лишь на стоп-кадрах или на обычных топограммах после удаления приповерхностного слоя. Преимущественный тип дислокационных сегментов, параллельных царапине вдоль $[1\bar{1}20]$, 60° -ный.

Таким образом, релаксация напряжений вокруг царапины происходит главным образом за счет генерации и движения дислокаций в базисной плоскости, в результате чего дислокации вокруг царапины оказываются локализованными в приповерхностном слое толщиной $t \leq \leq 30$ мкм. О малой толщине дислокационной зоны свидетельствуют и стоп-кадры, определение по которым глубины залегания обгибающих царапину дислокаций дает величину $t \approx 10\text{--}20$ мкм.

Вопреки ожиданиям в кристаллах, сильно облученных реакторными нейтронами ($\Phi \approx 10^{20}$ см $^{-2}$) и содержащих высокую концентрацию неравновесных точечных дефектов, разбег дислокаций оказался в 2—5 раз ниже, чем в необлученных образцах (рис. 3). Этот факт обращает на себя внимание, во-первых, тем, что он является серьезным доводом в пользу того, что движение дислокаций вблизи царапины осуществляется преимущественно скольжением [1]. О таком механизме говорит сравнительно низкая величина ΔE_d , которая значительно меньше энергии активации самодиффузии в SiC, равной 7—9 эВ [15]. Во-вторых, он показывает, что избыток точечных дефектов, генерируемых при облучении нейтронами, по-видимому, сильно тормозит движение дислокаций.

При ступенчатом режиме отжига (рис. 3) возрастание разбега дислокации наблюдается лишь в диапазоне температур 1500—2300 °С. Замедление движения дислокаций при $T > 2300$ °С связано с быстрым убыванием напряжений вокруг царапины. При этом неизбежно достигается равновесие и далее силы стягивания дислокационных петель начинают превалировать над движущими силами разбега дислокаций. В наших условиях равновесие устанавливается при 2300 °С.

Энергия активации движения дислокаций на участке 1500—2300 °С составляет 2.9—3.1 эВ, что на 0.4—0.6 эВ ниже литературных данных [16]. Причина расхождения этих результатов связана со спецификой нашего эксперимента, где наблюдение ведется за полупетлями, существующими в изменяющемся поле напряжений. Однако та же специфика позволяет контролировать напряжения по форме и размеру петель на основе анализа работы источника Франка—Рида [14]. В частности, разреживание дислокационной структуры вокруг царапин происходит за счет отрыва части полупетель в результате аннигиляции соседних сегментов с противоположными векторами Бюргерса. Критические напряжения τ , оцененные по формуле $\tau = Gb/L$ (где G — модуль сдвига, b — вектор Бюргерса, L — длина отрыва петли) составляют ~ 2 МПа при $T \approx 2000$ °С (рис. 3).

Низкая подвижность дислокаций при $T < 1800$ °С объясняется, по-видимому, формированием вокруг царапины атмосферы собственных точечных дефектов, приводящей к повышению порогового напряжения, необходимого для движения дислокаций. По своему действию на дислокации эти дефекты аналогичны тем, которые вводятся при облучении нейтронами и которые, как было показано, также замедляют разбег дислокаций. И те, и другие дефекты удается визуализировать, поскольку они стимулируют характерную «дефектную» люминесценцию [17]. С этих позиций можно понять, почему движение дислокаций в α -SiC удавалось

наблюдать при низкотемпературной деформации только на микроуровне методом просвечивающей электронной микроскопии [⁸⁻¹⁰] — разбег дислокаций оказывался очень малым вследствие резкого их замедления за счет окружения дислокационных петель собственными точечными дефектами.

Характерная температура ($T_a \approx 2300^\circ\text{C}$), отвечающая перегибу зависимости ν (T_a) (рис. 3), указывает, что при этой T_a время релаксации напряжений вокруг царапины до величины ниже пороговой для движения дислокаций становится сравнимым с временем отжига.

Обращает на себя внимание то, что эта температура практически совпадает с той ($T \approx 2300-2400^\circ\text{C}$), при которой обычно наблюдается релаксационный отжиг неравновесных собственных точечных дефектов, введенных при росте, легировании или облучении, следствием которого является существенное изменение свойств кристаллов $\alpha\text{-SiC}$ [¹⁷].

В заключение отметим, что генерация и движение дислокаций от концентраторов напряжений, наблюдаемые при любой высокотемпературной обработке (рост, диффузия, отжиг), могут быть ответственны за ухудшение параметров приборных структур, приводя, например, к низковольтному микроплазменному пробоем $p-n$ -переходов [¹⁸].

Авторы выражают благодарность Ю. А. Водакову, В. В. Семенову за участие в обсуждении результатов и проведении экспериментов.

С п и с о к л и т е р а т у р ы

- [1] Фридель Ж. Дислокации. М., 1967. 378 с.
- [2] Долотов Н. И., Левчук Б. И., Макаров В. В., Таиров Ю. М., Цветков В. Ф. // Физ. и хим. обработка материалов. 1986. № 4. С. 69—71.
- [3] Трегубова А. С., Мохов Е. Н., Шульпина И. Л. // ФТТ. 1972. Т. 14. № 12. С. 3655—3658.
- [4] Францевич И. Н., Кравец В. А., Назаренко Н. В. // Порошковая металлургия. 1975. Т. 8. № 152. С. 89—93.
- [5] Hasselman D. P. H., Bathia H. D. // Appl. Phys. Lett. 1963. V. 2. N 6. P. 111—115.
- [6] Lane J. E., Carter C. H., Davis R. F. // J. Am. Ceram. Soc. 1988. V. 71. N 4. P. 281—295.
- [7] Farnsworth P. L., Coble R. L. // J. Am. Ceram. Soc. 1966. V. 49. N 5. P. 264—268.
- [8] Maeda K., Suzuki K., Fujita S., Ichihara M., Hyodo S. // Phil. Mag. 1988. V. 57A. N 4. P. 573—592.
- [9] Пялянкевич А. Н., Бритун В. Ф., Котко В. А. // УФЖ. 1988. Т. 33. № 7. С. 1085—1088.
- [10] Pilyankevich A. N., Britun V. F. // Phys. St. Sol. 1984. V. 82a. N 2. P. 449—457.
- [11] Лэнг А. Р. Дифракционные и микроскопические методы в материаловедении / Под ред. С. Амелинкса. М., 1984. 504 с.
- [12] Anderson A., Gerward L. // Phys. St. Sol. (a). 1974. V. 23. N 2. P. 537—542.
- [13] Концевой Ю. А., Литвинов Ю. М., Фаттахов Э. А. Пластичность и прочность полупроводниковых материалов и структур. М., 1982. 239 с.
- [14] Орлов А. Н. // ФММ. 1962. Т. 13. № 1. С. 18—23.
- [15] Hong J. D., Davis R. F., Newbury D. E. // J. Mater. Sci. 1981. V. 16. N 9. P. 2485—2494.
- [16] Fujita S., Maeda K., Hyodo S. // Phil. Mag. 1987. V. 55. N 2. P. 203—215.
- [17] Водаков Ю. А., Ломакина Г. А., Мохов Е. Н. // Широкозонные полупроводники. Махачкала, 1988. С. 23—33.
- [18] Трегубова А. С., Мохов Е. Н., Роевков А. Д. и др. // Тез. докл. III Всес. конф. по широкозонным полупроводникам. Махачкала, 1986. С. 85—86.

Физико-технический институт им. А. Ф. Иоффе
АН СССР
Ленинград

Поступило в Редакцию
12 февраля 1990 г.