

фазу. Экспериментально подтвержден несобственный характер этого сегнетоэлектрика, спонтанная поляризация которого располагается в плоскости спайности кристалла.

Список литературы

- [1] Демина Л. А., Долгих В. А., Поповкин Б. А., Стефанович С. Ю. и др. // Тез. докл. Всес. конф. физико-химические основы технологии получения сегнетоэлектриков и родственных материалов. Звенигород, 1990. С. 18.
- [2] Simon A., Raves J., Hagemuller P., Frit B. // Solid State Commun. 1979. V. 29. P. 815—819.
- [3] Долгих В. А., Демина Л. А., Стефанович С. Ю., Поповкин В. А. и др. // Изв. АН СССР, неорг. матер. 1985. Т. 21. № 3. С. 469—471.
- [4] Avramenko V. P., Kidzin A. Ju., Reprentcheva S. P., Sadovskaya L. Ja., Sokolian-skii G. X. // Ferroelectrics. 1988. V. 82. P. 173—178.
- [5] Куча В. В., Хомич А. В., Кравченко В. Б., Перов П. И. // Изв. АН СССР, неорг. матер. 1984. Т. 29. № 2. С. 314—318.
- [6] Леонов А. П., Стефанович С. Ю. // Получение и применение сегнето- и пьезоматериалов в народном хозяйстве. М., МДНТП, 1984. С. 21—26.
- [7] Стефанович С. Ю., Струков Б. А., Веневцев Ю. Н. // Оптика анизотропных сред. М., МФТИ. 1985. С. 57—60.
- [8] An American National Standart: IEEE Stand on Piezoelectricity. Std., 1976—1978.

Днепропетровский государственный университет
им. 300-летия
воссоединения Украины с Россией

Поступило в Редакцию
1 ноября 1990 г.

УДК 621.315.592

© Физика твердого тела, том 33, № 7, 1991
Solid State Physics, vol. 33, N 7, 1991

КАРБИД КРЕМНИЯ, ОБЛУЧЕННЫЙ ВЫСОКИМИ ДОЗАМИ НЕЙТРОНОВ

А. А. Лепнева, Е. Н. Мохова, В. Г. Одина, А. С. Трезубова

Введение радиационных дефектов (РД) в SiC путем нейтронного облучения позволяет управляемо получать этот материал с высокой степенью компенсации [1]. К тому же РД в SiC являются центрами эффективной излучательной рекомбинации в зеленой (политип 6H) или голубой (политип 4H) областях спектра [1, 2], что представляет интерес в связи с созданием светодиодов.

Нейтронное облучение в принципе перспективно и для трансмутационного легирования SiC фосфором [3]. Однако информация по нейтронному облучению полупроводникового SiC ограничивалась преимущественно диапазоном доз 10^{17} — 10^{19} см⁻². Между тем результаты работ [4, 5] однозначно указывают на то, что природа дефектных центров, их термическая стабильность в значительной степени определяются именно величиной дозы облучения. Несмотря на это, влияние высоких доз нейтронного облучения $\Phi \geq 10^{20}$ см⁻² на свойства SiC изучено недостаточно.

В настоящей работе исследованы оптическое пропускание, люминесценция, а также структурное совершенство и химическая активность монокристаллического SiC, облученного высокими дозами реакторных нейтронов ($\Phi = 10^{20}$ — 10^{21} см⁻²), что позволило установить условия облучения, приводящие к аморфизации кристалла.

Использовались образцы SiC, выращенные методом Лели, политипов 6H и 15R, *n*-типа проводимости с концентрацией нескомпенсированных доноров $(N_D - N_A) = 1 \cdot 10^{17}$ — $3 \cdot 10^{18}$ см⁻³. Образцы имели низкую плотность дислокаций $\sim 10^{-2}$ см⁻². Облучение кристаллов нейтронами проводилось в реакторе промышленного типа, причем доля потока быстрых нейтронов составляла 10 %.

Для изучения оптических параметров брались образцы SiC, вырезанные из одного монокристалла, которые затем облучались разными дозами нейтронов. Спектры оптического пропускания (ОП) поляризованного света ($E \parallel C$) снимались при $T=300$ К. Анализ спектра был несколько затруднен из-за эффекта интерференции, обусловленной тем, что толщина образцов была соизмеримой с длиной волны падающего света.

На рис. 1 приведены кривые ОП образцов SiC политаипа 6H, облученных различными дозами реакторных нейтронов, в ИК области спектра, где проявляются особенности, обусловленные колебаниями кристаллической решетки, в сравнении со спектром необлученного образца, который имеет традиционный вид, объясняемый одно- и многофононными процессами поглощения света [6, 7]. Этот спектр условно можно разделить на две области, из которых первая ($1700-700$ см⁻¹) одинакова для всех поли-

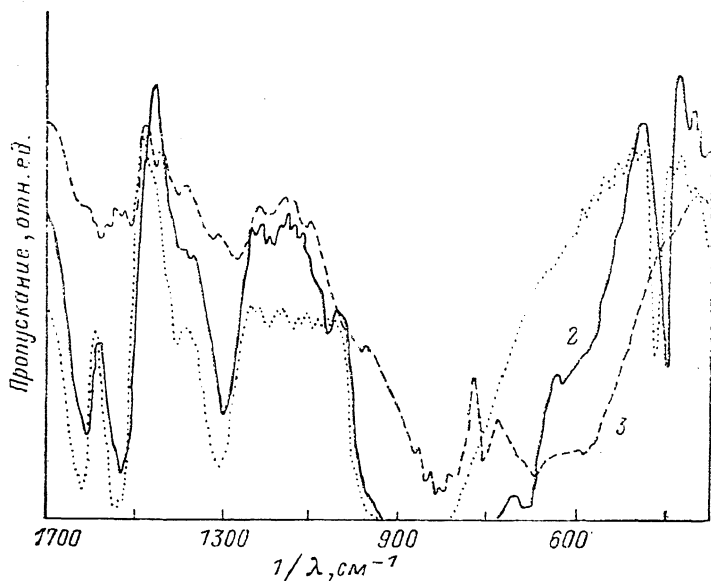


Рис. 1. Спектры пропускания 6H SiC необлученных образцов (1) и образцов, облученных потоком нейтронов $\Phi_n=10^{20}$ (2) и 10^{21} см⁻² (3). $T=300$ К, $E \parallel C$.

типных модификаций SiC и определяется в основном ближайшим тетраэдрическим окружением в решетке SiC. Вторая область ($700-400$ см⁻¹) зависит от структуры политаипа, т. е. отражает наличие дальнего порядка взаимодействия в решетке SiC [8]. Облучение SiC нейтронами при $\Phi \ll \ll 1 \cdot 10^{20}$ см⁻² приводит к сдвигу максимума решеточных полос поглощения в сторону меньших энергий (рис. 1, таблица). Причем наиболее информативным объектом для наблюдения влияния облучения на решетку SiC являются полосы поглощения, связанного с дополнительными фононами. В случае 6H SiC в исследуемый нами диапазон частот попадает такая полоса при $1/\lambda \sim 500$ см⁻¹, которая объясняется поглощением аксиальным фононом с приведенным волновым вектором $x=0.67$ в большой зоне [9].

Облучение нейтронами дозой $\Phi=10^{20}$ см⁻² вызывает смещение максимума этой полосы на $\Delta E \sim 0.6$ мэВ. В случае политаипа 15R наблюдаемая нами полоса поглощения дополнительным аксиальным фононом с приведенным волновым вектором $x=0.8$ в большой зоне также при облучении претерпевает сдвиг, который для $\Phi=10^{20}$ см⁻² составляет $E \sim \sim 0.7$ мэВ (см. таблицу).

При увеличении дозы нейтронов до значений $\Phi \simeq 10^{21}$ см⁻² происходит исчезновение в спектре ОП 6H SiC полосы, обусловленной дополнительным фононом с $x=0.67$ (рис. 1, кривая 3). Однако суммарные фонон-

ные полосы, еще более смещенные в сторону меньших энергий, при $\Phi \approx 10^{21} \text{ см}^{-2}$ сохраняются. Последнее свидетельствует в пользу того, что облучение $\Phi \approx 1 \cdot 10^{21} \text{ см}^{-2}$ приводит к очень сильным повреждениям кристаллической решетки, к ее частичной аморфизации, при которой исчезает влияние дальнего порядка во взаимодействии атомов, а колебательный спектр решетки SiC в этом случае определяется лишь ближайшим тетраэдрическим окружением.

Рентгенографические исследования нейтронно облученных образцов методом аномального прохождения рентгеновских лучей не выявили вплоть до доз $\Phi \approx 10^{20} \text{ см}^{-2}$ существенного изменения кристаллической структуры. На топограммах были видны только локальные области мелких нарушений деформационного типа, локализованных преимущественно

Зависимость положения максимумов полос поглощения для политивов $6H$ и $15R$, обусловленных дополнительными фононами с $\lambda = 0.67$ ($6H$) и 0.8 ($15R$), от дозы облучения реакторными нейтронами (Φ_n)

$\Phi_n, \text{ см}^{-2}$	$\lambda_{\text{max}}^{6H}, \text{ см}^{-1}$	$\lambda_{\text{max}}^{15R}, \text{ см}^{-1}$
Необлученный образец	509	574
10^{17}	—	573
10^{18}	508	572
10^{19}	—	570
10^{20}	503	567
10^{21}	Полоса поглощения не обнаружена	—

в приповерхностной области толщиной ~ 20 мкм. Однако при $\Phi \approx 1 \cdot 10^{21} \text{ см}^{-2}$ происходило резкое ухудшение структурного совершенства образца, что проявилось в исчезновении дифракционной картины, характерной для эффекта аномального прохождения рентгеновских лучей.

Этот результат также подтверждает вывод о частичной утрате дальнего порядка в SiC, облученном высокими дозами нейтронов.

К тому же заключению приводят и данные по изучению химической активности образцов SiC в зависимости от дозы облучения нейтронами. Как известно [10], скорость травления SiC в расплавах щелочей сильно различается в полярных направлениях $\langle 0001 \rangle$ (более чем в 10 раз). Анизотропия скорости травления полярных граней $\{0001\}$ сохраняется и в облученных нейтронами кристаллах вплоть до дозы $\Phi \approx 1 \cdot 10^{20} \text{ см}^{-2}$, хотя и имеет тенденцию к уменьшению. Но при дальнейшем увеличении $\Phi > 1 \cdot 10^{20} \text{ см}^{-2}$ происходит резкое увеличение скорости травления медленно травящейся (0001) Si грани, которая практически сравнивается со скоростью травления грани (0001)C. При этом практически утрачиваются специфические особенности морфологии поверхностных граней.

Таким образом, вся совокупность результатов указывает на наличие вблизи дозы $\Phi \approx 1 \cdot 10^{21} \text{ см}^{-2}$ перехода к аморфному состоянию. Величина этой пороговой дозы несколько ниже, чем в случае облучения быстрыми электронами ($\Phi_e = 10^{22} \div 10^{23} \text{ см}^{-2}$) [11], что совершенно естественно, учитывая более высокую скорость генерации точечных дефектов нейтронами по сравнению с электронами.

Последующая термообработка облученных образцов при температуре отжига $T > 1000$ °C приводит к восстановлению кристаллической решетки. Однако спектр люминесценции кристаллов, облученных высокими дозами $\Phi \approx 1 \cdot 10^{21} \text{ см}^{-2}$, сильно отличается от обычно наблюдаемого при меньших

дозах облучения. Это хорошо видно на рис. 2, на котором даны спектры катодолюминесценции (КЛ) образцов SiC, облученных разными дозами нейтронов с последующей термообработкой. Так, в спектрах образцов, облученных дозой $\Phi \approx 1 \cdot 10^{21} \text{ см}^{-2}$, практически отсутствует характерная полоса, обусловленная центрами D_1 [1, 2]. Вместо нее при 80 К наблюдается красная полоса с $\lambda_{\text{max}} \approx 730 \text{ нм}$. С ростом температуры до 300 К происходит увеличение ширины спектра за счет коротковолновой составляющей, а максимум излучения сдвигается в желтую область ($\lambda_{\text{max}} = 630 \div 650 \text{ нм}$). Температурная зависимость КЛ дана на рис. 2, а;

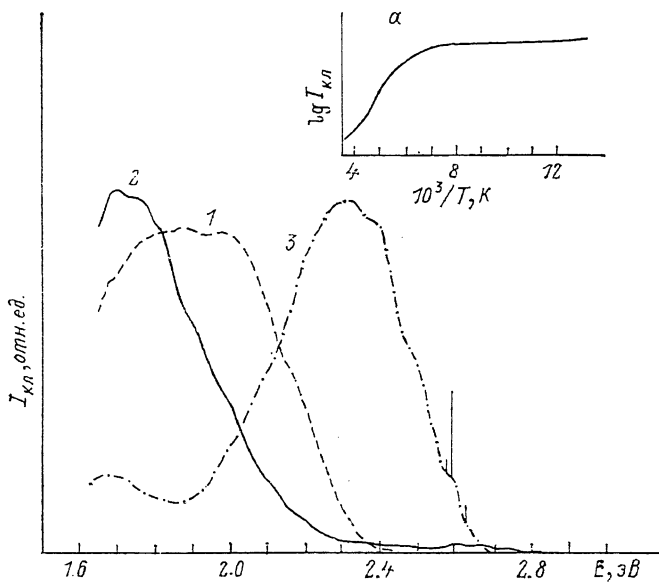


Рис. 2. Спектры катодолюминесценции при $T=300$ (1) и 80 К (2, 3) образцов 6HSiC, подвергнутых облучению нейтронами дозой $\Phi_1=10^{21}$ (1, 2) и $\Phi_2=10^{23} \text{ см}^{-2}$ (3).

а — Температурная зависимость интенсивности катодолюминесценции в максимуме $\lambda=730 \text{ нм}$.

определенная из него энергия активации тушения $\Delta E \approx 0.09 \text{ эВ}$, а подъем интенсивности КЛ при $T > 250 \text{ К}$ соответствует росту «желтой» полосы КЛ.

Для решения вопроса о природе «красной» полосы излучения в сильно облученных нейтронами образцах SiC требуется дополнительное исследование.

Сдвиг спектра дефектной КЛ в длинноволновую область в принципе может быть обусловлен присутствием узкозонного политипа 3С, образование которого неоднократно фиксировалось при отжиге аморфизированных слоев, формирующихся при облучении частицами высоких энергий [10]. Однако полученные нами данные по исследованию облученных кристаллов SiC методом оптического пропускания и рамановского рассеяния показывают, что после отжига при $T_a > 2000 \text{ }^\circ\text{C}$ в основном восстанавливается структура исходного политипа 6H.

Список литературы

- [1] Вейнгер А. И., Лепнева А. А., Ломакина Г. А., Мохов Е. Н., Соколов В. И. // ФТП. 1984. Т. 18. № 11. С. 2014—2019.
- [2] Водаков Ю. А., Ломакина Г. А., Мохов Е. Н., Рамм М. Г., Соколов В. И. // ФТП. 1986. Т. 20. № 12. С. 2153—2158.
- [3] Венгер А. И., Забродский А. Г., Ломакина Г. А., Мохов Е. Н. // ФТТ. 1986. Т. 28. № 6. С. 1659—1664.
- [4] Гирка А. И., Мокрушин А. Д., Мохов Е. Н., Осадчиев В. М., Свирида С. В., Шишкин А. В. // ЖЭТФ. 1990. Т. 97. № 2. С. 578—590.
- [5] Кютт Р. Н., Лепнева А. А., Ломакина Г. А., Мохов Е. Н., Трегубова А. С., Шерлов М. М., Юлдашев Г. Ф. // ФТТ. 1988. Т. 30. № 9. С. 2606—2610.

- [6] Patrick L., Choyke W. J. // Phys. Rev. 1961. V. 123. N 3. P. 813—815.
 [7] Spitzer W. G., Kleinman D. A., Walsh D. // Phys. Rev. 1959. V. 113. N 1. P. 127—132.
 [8] Дубровский Г. Б., Лепнева А. А. Проблемы физ. и технол. широкозонных полупроводников. Л., 1979. С. 288—293.
 [9] Patrick L. // Phys. Rev. 1968. V. 167. N 3. P. 809—813.
 [10] Карклина М. И., Саидбеков Д. Т. // Неорг. матер. 1972. Т. 8. № 2. С. 378—380.
 [11] Inui H., Mori H., Fujita H. // Phil. Mag. B. 1990. V. 61. N 1. P. 107—124.

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

Поступило в Редакцию
 14 декабря 1990 г.

© Физика твердого тела, том 33, № 7, 1991
 Solid State Physics, vol. 33, N 7, 1991

РЕНТГЕНОДИФРАКЦИОННОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ ГРАНИЦЫ Si—NaNO₂

П. А. Александров, А. А. Нефедов, В. А. Чапманов, С. С. Якимов

Пристальный интерес к исследованию поверхности кремния, покрытого пленкой сегнетоэлектрика, связан с возможностью накопления anomalно большого заряда на границе между полупроводником и сегнетоэлектриком и соответственно создания на этой границе сверхсильных электрических полей [1]. В данной работе с помощью метода асимптотической брэгговской дифракции (АБД) рентгеновских лучей [2] обнаружено уменьшение межплоскостного расстояния в переходном слое на поверхности монокристалла кремния при нанесении пленки NaNO₂ и увеличение толщины этого слоя. Наблюдаемые изменения обратимы, поэтому маловероятно, что они связаны с диффузией атомов в глубь кристалла. Наиболее естественной причиной наблюдаемых изменений представляется сильное электрическое поле, индуцированное пленкой сегнетоэлектрика.

Измерения интенсивности рентгеновского пучка, дифракционно отраженного кристаллом в широком угловом диапазоне (метод АБД), дают возможность получения важной физической информации о структурном совершенстве приповерхностных слоев кристалла и границ раздела [3]. В этих условиях волны, дифракционно рассеянные на внутренних слоях совершенного кристалла, последовательно гасят друг друга. Таким образом, дифракционное рассеяние при больших отклонениях $\alpha = \theta - \theta_B$ угла падения рентгеновских лучей θ от угла Брэгга θ_B формируется в приповерхностном слое, толщина l которого становится тем меньше, чем больше α .

$$l = \lambda / 4\pi\alpha \cos \theta_B,$$

где λ — длина волны используемого излучения. Метод трехкристалльной рентгеновской дифрактометрии, в основе которого лежит прецизионный анализ углового распределения отраженного рентгеновского пучка, позволяет отделить чисто дифракционное рассеяние от сопутствующего ему диффузного рассеяния на дефектах кристаллической структуры. Он дает возможность проводить измерения в угловом диапазоне порядка 0.02 рад и достичь разрешения по толщине анализируемого слоя до долей нанометра.

Поверхность кристаллов кремния, ориентированных параллельно кристаллографическим плоскостям (100), обработана по стандартной микрорелектронной технологии. Слой NaNO₂ толщиной от 4 до 8 мкм (для разных образцов различной) выращивались из расплава по методике, описанной в работе [4].