

ПОЗИТРОННАЯ ДИАГНОСТИКА ВАКАНСИОННЫХ ДЕФЕКТОВ В ОБЛУЧЕННОМ ЭЛЕКТРОНАМИ КАРБИДЕ КРЕМНИЯ

Гирка А. И., Кулешин В. А., Мокрушин А. Д.,
Мохов Е. Н., Свирида С. В., Шишкин А. В.

Методом измерения времени жизни позитронов проведены исследования радиационных дефектов вакансионного типа, образующихся в карбиде кремния при облучении быстрыми электронами (диапазон флюенсов $1 \cdot 10^{18} - 3 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$) при различных температурах (50, 100, 400 и 600 °C). Обнаружено, что облучение электронами приводит к образованию по крайней мере двух типов вакансионных дефектов. Дефекты первого типа, стабильные до температур отжига $T_a = 150$ °C, представляют собой, вероятно, генетически связанные пары Френкеля. Дефекты второго типа, которыми предположительно являются азот-вакансионные (N—V)-комплексы, отжигаются при $T_a \geq 1400$ °C. Показано, что в процессе термического отжига (диапазон $T_a = 1000 - 1200$ °C) образцов карбида кремния, облученных до высоких флюенсов электронов, имеет место процесс образования вакансионных кластеров, который существенным образом связан с концентрацией примесного азота.

В работе [1] нами использовался метод аннигиляции позитронов для исследования радиационных дефектов, образующихся в карбиде кремния (SiC) [легированном азотом до концентраций нескомпенсированных доноров $N_D - N_A = (1 \div 3) \cdot 10^{18} \text{ см}^{-3}$] при воздействии реакторных нейтронов. С ростом флюенса облучения наблюдалось увеличение среднего времени жизни позитронов τ , связанное с захватом позитронов дефектами вакансионного типа. Было высказано предположение, что такими дефектами могут быть дивакансии или комплексы вакансии—примесный атом, и приведены оценки их концентрации. Изохронный отжиг облученных образцов позволил выявить стадию «отрицательного» отжига (увеличение τ с ростом температуры отжига T_a), обусловленную кластеризацией исходных дефектов. Размер кластеров был оценен в 5—8 вакансий, а их максимальная концентрация достигала величины $\sim 10^{18} \text{ см}^{-3}$. Важно отметить, что процесс кластеризации вакансий наблюдался лишь в образцах SiC, облученных до флюенса $\sim 1 \cdot 10^{20} \text{ см}^{-2}$, т. е. при достижении некоторой критической концентрации наведенных дефектов.

Большой интерес представляет сравнение поведения радиационных дефектов, образующихся в исследуемом веществе при различных видах проникающего излучения, так как при этом проявляются различные особенности дефектообразования, присущие конкретному виду облучения. Так, под действием быстрых нейтронов возникают локальные области с большой концентрацией смещенных атомов (каскады смещений), в то время как облучение быстрыми электронами с энергией в несколько мегаэлектронвольт приводит к практически равномерному распределению смещенных атомов при сравнительно низкой их концентрации.

В настоящей работе в развитие [1] проведены измерения времени жизни позитронов в монокристаллах SiC (6H) в зависимости от дозы облучения быстрыми электронами Φ_e и от температуры T_a изохронного отжига облученных образцов.

Облучение электронами с энергией 4 МэВ проводилось на линейном ускорителе при различных температурах (от 50 до 600 °C) исследованных образ-

цов в диапазоне доз $1 \cdot 10^{15} - 3 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$. Использовались образцы карбида кремния с различной степенью легирования азотом: $N_D - N_A = 2 \cdot 10^{17} - 2 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-3}$. Основные особенности методики измерения и обработки экспериментальных спектров, а также условия проведения изохронного отжига облученных образцов приведены в работе [1]. Там же можно найти исходные представления о механизмах аннигиляции позитронов в монокристаллическом карбиде кремния.

На рис. 1 приведены зависимости среднего времени жизни позитронов $\bar{\tau}$ от дозы электронного облучения Φ_e , проводившегося при различных температурах T_{ir} образцов SiC, легированных азотом до концентраций $N_D - N_A \approx 3 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-3}$. Экспериментальные значения $\bar{\tau}$ хорошо ложатся на две кривые (рис. 1): верхнюю — для сравнительно низких температур облучения ($T_{ir} = 50$

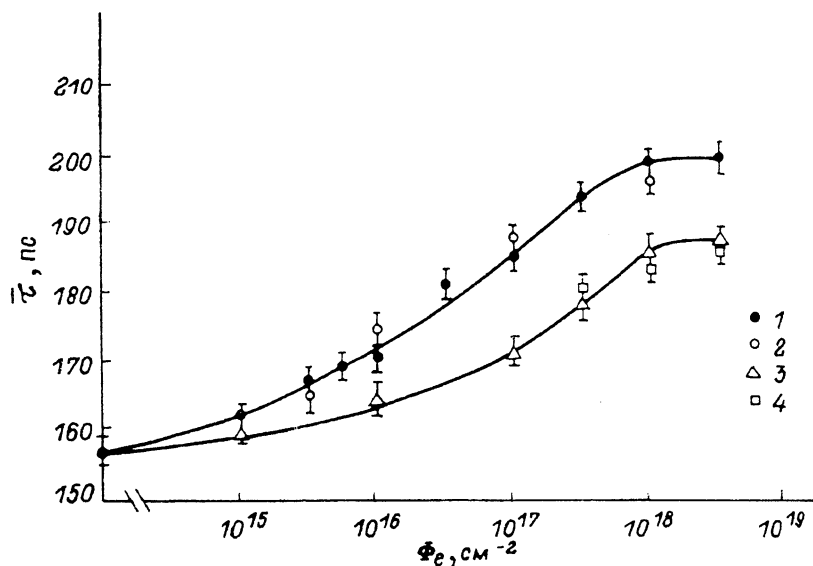


Рис. 1. Зависимости среднего времени жизни позитронов $\bar{\tau}$ от флюенса быстрых электронов Φ_e .

Температура облучения, $^\circ\text{C}$: 1 — 50, 2 — 100, 3 — 400, 4 — 600.

и 100°C) и нижнюю кривую для высоких температур ($T_{ir} = 400$ и 600°C), причем уровни насыщения этих кривых различаются, но достигаются при одинаковой дозе $\Phi_e = 1 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$. Отметим, что наибольшее значение $\bar{\tau}$ в облученных электронами образцах ($\bar{\tau} = 198 \pm 2 \text{ пс}$) меньше аналогичного значения в нейтронно-облученных образцах SiC ($\bar{\tau} = 225 \pm 3 \text{ пс}$ [1]).

На рис. 2 представлены наиболее характерные зависимости среднего времени жизни позитронов $\bar{\tau}$ от температуры изохронного отжига T_a для образцов карбида кремния с различным содержанием азота, облученных до различных доз при температуре $T_{ir} = 50^\circ\text{C}$. Для образцов, облучавшихся при $T_{ir} = 400$ и 600°C , зависимости $\bar{\tau}(T_a)$ совпадают с соответствующими кривыми при температурах отжига выше T_{ir} . В целом можно выделить четыре стадии отжига позитроночувствительных дефектов: низкотемпературную стадию I, характеризующуюся температурным интервалом $\Delta T_a = 150 - 500^\circ\text{C}$ и энергией активации миграции дефектов $E_A^* = 1.1 \text{ эВ}$, оцененной по методике [2]; стадию II «отрицательного» отжига дефектов ($\Delta T_a = 1000 - 1200^\circ\text{C}$, $E_A^* = 1.9 \text{ эВ}$); две высокотемпературные стадии III и IV отжига дефектов ($\Delta T_a = 1400 - 1500$ и $E_A^* = 2.2 \text{ эВ}$, $\Delta T_a = 1700 - 1900^\circ\text{C}$ и $E_A^* = 2.8 \text{ эВ}$ соответственно).

Все перечисленные выше стадии изменения среднего времени жизни позитронов присущи лишь кривым изохронного отжига образцов карбида кремния, содержащих достаточно большую концентрацию примесного азота ($N_D - N_A \geq 3 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-3}$) и облученных до сравнительно высокой дозы облучения ($\Phi_e \geq 1 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$). Для образцов, легированных до такого же уровня, но облученных меньшей дозой быстрых электронов (рис. 2, кривая I) либо содержа-

щих меньшую концентрацию азота (рис. 2, кривая 2), стадия «отрицательного» отжига на зависимостях $\bar{\tau}(T_a)$ отсутствует, а в высокотемпературном диапазоне изменения среднего времени жизни позитронов имеет место лишь одна стадия отжига структурных дефектов.

Представленные на рис. 1 и 2 экспериментальные результаты позволяют утверждать, что электронное облучение карбида кремния приводит к образованию по крайней мере двух типов дефектов вакансионной природы. Дефекты одного типа, оставаясь устойчивыми до температур $\sim 150^\circ\text{C}$, полностью отжигаются при нагреве до температуры $T_a=500^\circ\text{C}$ и представляют собой, скорее всего, генетические пары Френкеля (вакансия—«свой» междоузельный атом). Развалом и(или) рекомбинацией этих пар и обусловлена I стадия от-

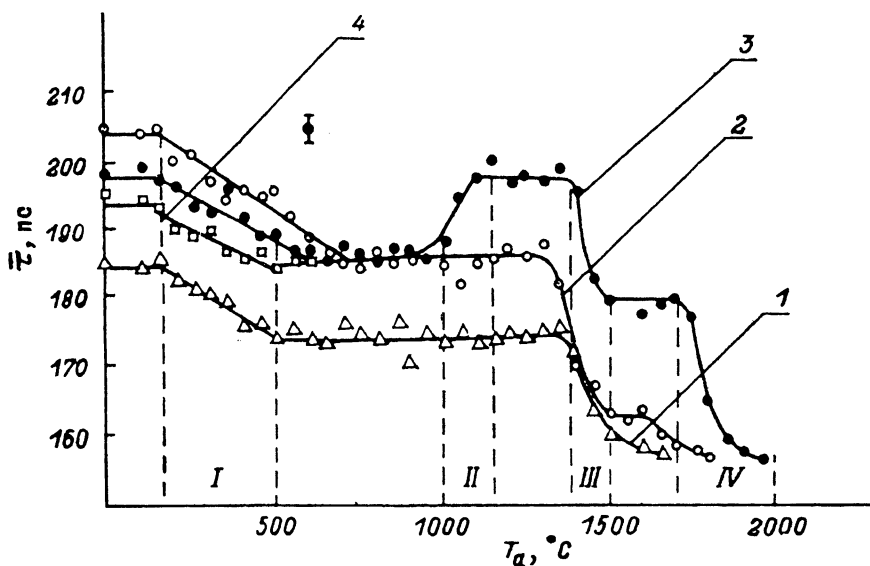


Рис. 2. Зависимости среднего времени жизни позитронов $\bar{\tau}$ от температуры T_a изохронного ($t_a=10$ мин) отжига.

$N_D - N_A$, см^{-3} : 1, 3 — $3 \cdot 10^{18}$, 2 — $2 \cdot 10^{17}$, 4 — $2 \cdot 10^{16}$. Φ_e , см^{-2} : 1 — $1 \cdot 10^{17}$, 2 — $1 \cdot 10^{18}$.

жига, названная выше низкотемпературной. Подобная стадия отжига наблюдалась авторами работы [3] методом ЭПР при исследовании электронно-облученного карбида кремния. Заметим, что для приведенных в [1] данных по изохронному отжигу нейтронно-облученных образцов SiC низкотемпературная стадия не наблюдалась. По-видимому, это связано не с отсутствием генетических пар при нейтронном воздействии, а с локализацией позитронов в более крупных дефектах, например дивакансиях. В пользу захвата позитронов в более крупные, чем моновакансии, дефекты свидетельствует также отмеченное выше большее значение $\bar{\tau}$ в нейтронно-облученных образцах по сравнению с облученными электронами кристаллами карбида кремния.

Анализ стадии I для кривых 2—4 (рис. 2) показывает, что с ростом концентрации примесного азота в SiC наблюдается систематическое уменьшение величины среднего времени жизни позитронов, а следовательно, и концентрации генетических пар Френкеля во всем диапазоне температур T_a низкотемпературной стадии. С точки зрения заряженных компонентов пары этот факт можно объяснить уменьшением дебаевского радиуса экранирования с ростом концентрации донорной примеси, поскольку рассматриваемые пары могут быть стабильными лишь тогда, когда расстояние между их компонентами не превышает величины дебаевского радиуса.

Дефекты второго типа, как видно из рис. 2 (кривые 1, 2), гораздо более стабильны и для их полного отжига требуется активация до температур $\sim 1400^\circ\text{C}$. Различное поведение этих дефектов в процессе отжига образцов SiC с различной концентрацией азота (рис. 2, кривые 2, 3) убедительно свидетельствует

о важной роли примесных атомов азота в образовании обсуждаемых дефектов. Поэтому естественно предположить, что они представляют собой комплексы вакансий—примесный атом азота ($N-V$). Примесные атомы азота в кристаллической решетке карбида кремния замещают углерод [4], причем их подвижность чрезвычайно низка вплоть до температур $\sim 2600^\circ\text{C}$ [5]. Значит, из возможности образования азот-вакансионных комплексов следует вывод о подвижности моновакансий в карбиде кремния при температурах по крайней мере выше 150°C , как следует из наших данных. Относительно типа вакансии (V_{Si} или V_{C}), входящей в состав азот-вакансионного ($N-V$)-комплекса, можно высказать следующие предположения. Если вакансия располагается в первой координационной сфере по отношению к атому азота, то вакансионно-примесные комплексы содержат в своем составе вакансию по подрешетке кремния. В пользу существования именно такого комплекса свидетельствуют и соображения о кулоновском характере взаимодействия между акцептором V_{Si} [4] и донорной примесью N .

Согласно изложенному выше, при температурах отжига $T_a \geq 500^\circ\text{C}$ позитроны главным образом захватываются в азот-вакансионные комплексы, концентрация которых лимитируется либо содержанием азота в образце, либо концентрацией введенных при облучении вакансий. По достижении концентрации ($N-V$)-комплексов некоторого критического значения $N_{N-V}^{\text{крит}}$ в процессе термического отжига (диапазон $T_a = 1000-1200^\circ\text{C}$) становится возможной кластеризация вакансий, приводящая к увеличению τ на стадии «отрицательного» отжига. Поскольку концентрация комплексов N_{N-V} , очевидно, не может превысить концентрацию примесного азота, то из сравнения кривых 2 и 3 на рис. 2 можно получить интервал значений для критической концентрации азот-вакансионных комплексов, инициирующих кластеризацию вакансий: $2 \cdot 10^{17} < N_{N-V}^{\text{крит}} < 3 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-3}$. Эта оценка имеет смысл верхнего предела и не противоречит расчетным значениям концентраций вакансий ($\sim 4 \times 10^{18} \text{ см}^{-3}$), образующихся в SiC при дозе электронного облучения $\Phi_e = 1 \times 10^{18} \text{ см}^{-2}$.

Сравнение кривых изохронного отжига для образцов карбида кремния, облученных до больших флюенсов нейтронов [1] и электронов, позволяет говорить о качественно одинаковом процессе на стадии «отрицательного» отжига — агломерации вакансий в более крупные вакансионные кластеры. Однако значительно меньшее изменение τ на этой стадии в случае электронного облучения может быть связано с образованием кластеров меньшего размера либо в меньшей концентрации (либо то и другое вместе) по сравнению с нейтронно-облученными монокристаллами карбида кремния. Такое объяснение вполне логично с точки зрения упомянутого выше различия в механизмах дефектообразования для этих двух типов излучения: наличие каскадов смещений от быстрых нейтронов делает более вероятными процессы образования вакансионных кластеров.

Анализ высокотемпературных стадий изменения среднего времени жизни позитронов показывает, что стадия III для образца SiC, облученного до дозы $1 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ и легированного азотом до $N_D - N_A = 3 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-3}$ (рис. 2, кривая 3), как по своему температурному диапазону, так и по величине энергии активации миграции дефектов близка к единственной высокотемпературной стадии отжига дефектов для монокристаллов карбида кремния, содержащих меньшую концентрацию примесного азота (кривая 2), либо облученных до меньших доз быстрых электронов (кривая 1). Следовательно, первая высокотемпературная стадия изменения τ на кривой 3 описывает, по-видимому, отжиг азот-вакансионных комплексов, не принявших участие в формировании вакансионных кластеров. Диссоциация самих вакансионных кластеров протекает при температурах отжига $T_a = 1700-1950^\circ\text{C}$. Столь высокая температурная стабильность кластеров обусловлена, возможно, присутствием в их составе атомов азота.

Таким образом, в данной работе экспериментально показано, что электронное облучение монокристаллов карбида кремния приводит к образованию по крайней мере двух типов дефектов вакансионной природы. Предполагается,

что такими дефектами являются генетические пары вакансия—междоузельный атом, стабильные до температур $\sim 150^\circ\text{C}$, и азот-вакансионные (N—V)-комплексы, которые отжигаются в диапазоне температур $1400\text{—}1600^\circ\text{C}$. Как и в случае нейтронного облучения, в процессе термического отжига ($T_a = 1000\text{—}1200^\circ\text{C}$) образцов SiC, облученных до больших ($\sim 1 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$) доз быстрых электронов, имеет место процесс кластеризации вакансионных дефектов, причем он существенно связан с концентрацией примесного азота.

Авторы признательны В. М. Осадчеву за полезные обсуждения результатов работы.

Список литературы

- [1] Гирка А. И., Кулешин В. А., Мокрушин А. Д., Мохов Е. Н., Свирида С. В., Шипкин А. В. // ФТП. 1989. Т. 23. В. 7. С. 1270—1274.
- [2] Бургуэн Ж., Ланно М. Точечные дефекты в полупроводниках. Экспериментальные аспекты. М., 1985. 304 с.
- [3] Лубсер Дж. Х. Н., Балона Дж. А. З., Ван Риневельд У. П. Карбид кремния / Под ред. Г. Хениша, Р. Роя. М., 1972. С. 212—223.
- [4] More K. L., Ryu J., Carter C. H., Bentley J., Davis R. F. // Cryst. Latt. Defects Amorph. Mater. 1985. V. 12. P. 243—270.
- [5] Ikeda M., Matsunami H., Tanaka T. // Japan. J. Appl. Phys. 1980. V. 19. N 6. P. 1201—1202.

Московский
инженерно-физический институт

Получена 26.04.1989
Принята к печати 25.07.1989