

К вопросу однородности свойств CVD-пленок 4H-SiC

© А.М. Иванов[†], Н.Б. Строкан, Н.А. Щербов, А.А. Лебедев

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук,
194021 Санкт-Петербург, Россия

(Получена 24 декабря 2009 г. Принята к печати 11 января 2010 г.)

Для выявления неоднородности электрофизических свойств CVD-пленок 4H-SiC использованы физико-химические реакции, возникающие при введении радиационных дефектов структуры. Первично выбитые из узлов решетки атомы и вакансии активно взаимодействуют с примесями и дефектами исходного материала, формируя конечную систему радиационных центров. Облучение велось электронами с энергией 900 кэВ, протонами с энергией 8 МэВ в области доз, не приводящих к компенсации проводимости (менее $7.5 \cdot 10^{12} \text{ см}^{-2}$), а также дозой $6 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$, вызывающей глубокую компенсацию.

Использование емкостных методов, несмотря на усреднение характеристик по площади, выявило неидентичность характеристик образцов размерами $\sim 3 \text{ мм}$. С применением техники ядерной спектрометрии, позволяющей осуществить микрозондирование образца, обнаружено индивидуальное поведение отдельных участков пленки масштабом до десятков мкм².

1. Введение

Однородность электрофизических свойств материала имеет ключевое значение для целого ряда полупроводниковых приборов. В данной работе в аспекте однородности рассматриваются результаты, приведенные в публикациях [1–3]. В указанных работах исследовалось влияние радиационных дефектов на процессы компенсации примеси CVD-пленок (Chemical Vapor Deposition Films) карбида кремния, а также на транспорт неравновесного заряда. Дефекты вводились облучением электронами и протонами с энергией 900 кэВ и 8 МэВ соответственно.

Для рассматриваемого вопроса однородности эти работы представляют интерес в следующем отношении. Как принято в литературе, в образовании радиационных дефектов (РД) выделяются две стадии. На первой из них возникают первично выбитые атомы (ПВА). На второй — происходят физико-химические реакции ПВА с собственными дефектами материала (примеси, дефекты структуры), в ходе которых и формируется результирующая система РД. В такой постановке очевидно, что различие РД по своей природе и по расположению по объему материала отражает его однородность в отношении исходных собственных дефектов.

В работе привлекаются данные [1] по облучению электронами, когда дефекты представляют собой близко расположенные пары Френкеля (межузельный атом-вакансия). Кроме того, привлекаются результаты [2] по облучению протонами в области „малых“ доз $(0.3\text{--}7.5) \cdot 10^{12} \text{ см}^{-2}$, не приводящих к компенсации примеси, и, наконец данные [3] по влиянию высокой дозы протонов $6 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$, соответствующей введению более 10^{17} см^{-3} ПВА, на процесс компенсации. Подчеркнем, что в случае протонов энергия ПВА достаточна для дальнейшего смещения регулярных атомов решетки SiC. Поэтому возникают каскады соударений со значительным удалением выбитых атомов от „своих“ узлов

решетки. Последнее является предпосылкой различия систем РД для электронного и протонного облучений. Следовательно, в различной мере может проявиться и имеющаяся в материале неоднородность свойств.

2. Образцы и методика эксперимента

В работах [1–3] использовались структуры с выпрямляющим барьером (диоды Шоттки, ионно-имплантированные *p-n*-переходы). Диоды Шоттки диаметром 2.5–3.0 мм были изготовлены на фирме AMS (Италия). Основой служили полученные в IKZ (Berlin) CVD-пленки 4H-SiC *n*-типа проводимости. Пленки имели разностную концентрацию нескомпенсированных доноров $(N_D - N_A) \lesssim 2 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-3}$ и толщину 50 мкм.

Структуры с *p-n*-переходом получались имплантацией ионов Al (фирма CNR-IMM (Болонья)). Их площадь имела размеры, близкие к 1 мм², а исходный материал был более чистым — $(N_D - N_A) = 2 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-3}$. Указанные структуры были предоставлены авторам в рамках совместных исследований по программе RD50 CERN (Швейцария).

Облучение проводилось при комнатной температуре. Благодаря малой, сравнительно с пробегом частиц, толщине образцов дефекты вводились равновероятно по объему. Компенсация отслеживалась по снижению концентрации носителей заряда в зоне проводимости. Концентрация определялась из измерений емкости на частоте 1 кГц. Находилось значение скорости удаления носителей как отношение падения концентрации к интервалу доз. Параметры глубоких центров (ГЦ) определялись методикой нестационарной емкостной спектроскопии (DLTS).

Сказанное относится к электронам и дозам протонов $3 \cdot 10^{11}\text{--}7.5 \cdot 10^{12} \text{ см}^{-2}$. Эти значения лежат ниже величины дозы $5 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2}$, при которой емкость структуры переставала зависеть от напряжения смещения, что указывало на глубокую компенсацию доноров и

[†] E-mail: alexandrivanov@mail.ioffe.ru

полное обеднение базы уже за счет контактной разности потенциалов [4].

В образцах регистрировались также дифракционные кривые рентгеновского излучения (линия $\text{CuK}\alpha$), характеризующие локальное разупорядочение структуры. Полуширины кривых отражения (ω) измерялись в трех кристаллической геометрии на рефлекс (0008).

Образцы, получившие дозу $6 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$, использовались для выяснения влияния РД на перенос носителей заряда. Рассматривая их как детекторы ядерных частиц, с помощью техники ядерной спектрометрии определялись специфические для детекторов характеристики — эффективность собирания заряда (ССЕ) и разрешение по энергии (FWHM — ширина спектральной линии на уровне 0.5 от максимума). Первая из них характеризует условия транспорта создаваемых ядерной частицей пар электрон–дырка. Вторая — разброс значений амплитуд импульсов, возникающих при попадании в детектор частицы. В этих измерениях детекторы тестировались α -частицами естественного распада с энергией 5.4 МэВ. Частота падения частиц не превышала 30 с^{-1} . Время формирования импульса в тракте усиления варьировалось в интервале 1–10 мкс.

3. Экспериментальные результаты и их обсуждение

3.1. Дозы протонов ниже порога компенсации проводимости

На рис. 1 представлены вольт-фарадные характеристики исходных образцов 1–5. Уже визуально можно заключить, что для всех образцов значения разностной концентрации доноров и акцепторов $N_D - N_A$, определяющие наклон прямых, весьма близки. Обработка данных дает для величин $N_D - N_A$ интервал $(1.2 - 1.8) \cdot 10^{15} \text{ см}^{-3}$,

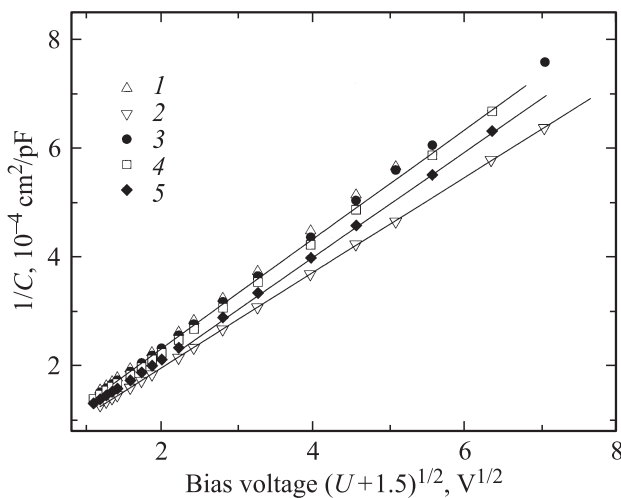


Рис. 1. Зависимости обратной величины удельной емкости от напряжения для пяти исходных образцов (1–5). Проявляется высокая степень однородности исходных образцов.

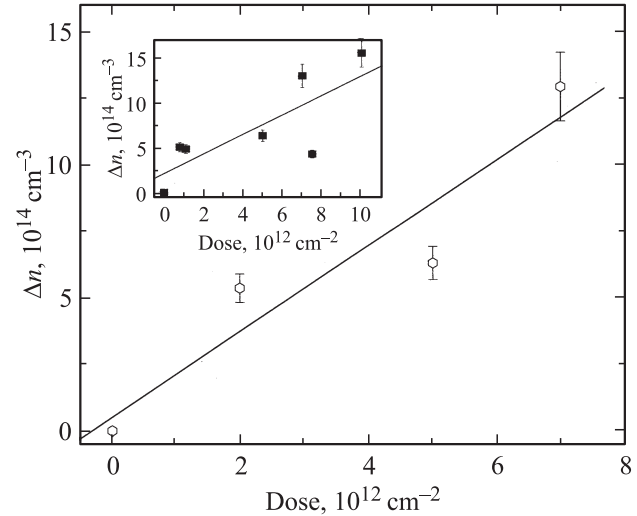


Рис. 2. Изменение, согласно измерениям емкости, концентрации носителей заряда в зоне проводимости от дозы протонов с энергией 8 МэВ (образец 3). На вставке — то же для группы из 5 образцов. Обращает на себя внимание снижение отклонений значений от линейной зависимости при использовании данных для одного и того же образца.

что позволяет рассматривать образцы идентичными по этому параметру.

Облучение протонами в диапазоне доз $\Delta\Phi = (0.3 - 7.5) \cdot 10^{12} \text{ см}^{-2}$ заметным образом изменило положение. Выявилось различие для разных образцов значений скорости удаления носителей заряда из зоны проводимости

$$V_d = \frac{\Delta n}{\Delta\Phi} = \frac{n_0 - n_{\text{mes}}}{\Delta\Phi}.$$

Здесь n_0 и n_{mes} — согласно измерениям емкости — концентрация исходная и после дозы Φ соответственно. Так, построение Δn в зависимости от дозы Φ для образца 3 дает значение $V_d = 160 \text{ см}^{-1}$ (рис. 2). В то же время эта зависимость при нанесении на график данных для 5 исследованных образцов приводит к величине $V_d = 110 \text{ см}^{-1}$ (см. вставку на рис. 2). Показательно, что при аппроксимации данных $\Delta n(\Phi)$ линейной функцией отклонения отдельных значений оказываются значительными. Здесь наблюдается различие с облучением электронами, где погрешность при аппроксимации данных прямой линией была минимальной (рис. 3).

В простейшем случае введения одних акцепторов концентрация электронов в зоне проводимости после дозы Φ становится равной

$$n_{\text{mes}} = n_0 - \Phi(k_1 + k_2),$$

где k_1 и k_2 — скорости введения уровней РД с конкретным значением глубины залегания („мелкого“ или „глубокого“). К „мелким“ следует отнести уровни, у которых за время измерения емкости успевают произойти выброс носителей в зону проводимости. Поэтому

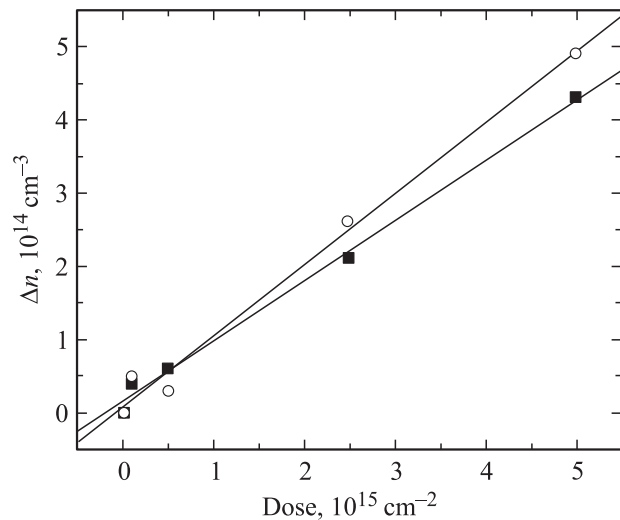


Рис. 3. Изменение, согласно измерениям емкости, концентрации носителей в зоне проводимости для двух образцов под действием электронов с энергией 900 кэВ.

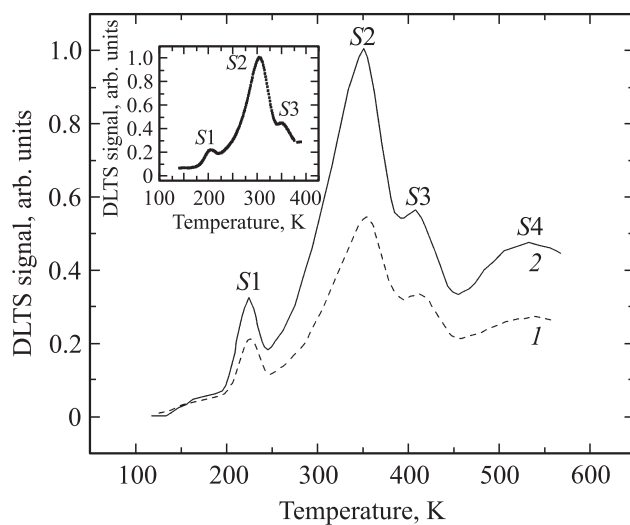


Рис. 4. DLTS-спектры образцов 1 (спектр 1) и 2 (спектр 2), подвергнутых протонному облучению. На вставке — то же для образца 4, но при другом режиме измерений. Дозы протонов указаны в тексте.

измеряемая, пропорциональная $1/C^2$, концентрация составляет $n_{\text{mes}} = n_0 - k_2\Phi$. В итоге для рассматриваемого модельного случая откладываемая на оси ординат разность равна $n_0 - n_{\text{mes}} = k_2\Phi$. Соответственно отмеченные выше отклонения в значениях V_d и разброс данных для образцов на вставке рис. 2 формально связаны с изменениями величины k_2 , описывающей концентрацию и энергетическое положение акцептора.

Из приведенных выше данных следует, что в образцах в принципе может наблюдаться различие в системе вводимых центров. С целью их выявления были выполнены измерения по методу DLTS [5–7]. Измерения

проводились в интервале температур 77–530 К на образцах с условными номерами 1, 2 и 4. Эти образцы получили дозы протонов в единицах 10^{12} см^{-2} : 0.3, 0.6 и 4.5 соответственно. Вопреки ожиданиям спектры DLTS показали схожую картину. Форма спектров (рис. 4) различалась незначительно и набор уровней в целом оказался близок к традиционному для протонов [2,8] (табл. 1).

Относительно энергетического положения заметим, что уровень S1 близок к центру, известному как E_{H1} [8]. Уровни S2 и S3 можно отнести к центру $Z_{1/2}$. Участок спектра DLTS на рис. 4 в области высоких температур обозначен как уровень S4 в достаточной степени условно. Анализ показал, что этот максимум образован за счет нескольких уровней, которые трудно разрешить индивидуально. В таблице приведены параметры уровня, выделенного наиболее четко. Более глубокие уровни, связанные с центром $E_{H6/7}$ ($E_c - 1.5 \text{ эВ}$), в наших условиях не могли проявиться, так как использование барьеров Шоттки не позволяло развить необходимые температуры.

Что касается концентраций возникающих центров, то их значения оказались не пропорциональны дозе протонов. Эта особенность наблюдалась также в работе [9] при облучении нейтронами. Обстоятельство является весьма важным для рассматриваемого вопроса, поскольку изменения с дозой соотношения возникающих уровней (и тем более появление новых) вполне могут объяснить разброс данных на рис. 2.

В табл. 2 сопоставлены дозы облучения образцов со степенью разупорядоченности кристаллической решетки (ω). За исключением минимального флюенса, наблюдается незначительное возрастание ω с увеличением

Таблица 1. Характеристики уровней S1–S4, определяемых техникой DLTS после облучения протонами с энергией 8 МэВ

Образец	Параметры	S1	S2	S3	S4
	$E_c - E$, эВ	0.39	0.62	0.72	1.08
	σ_n , см^2	$9 \cdot 10^{-16}$	$1.7 \cdot 10^{-15}$	$3 \cdot 10^{-15}$	$5.6 \cdot 10^{-13}$
1	n_{mes} , 10^{13} см^{-3}	0.5	1.9	0.9	0.6
2	n_{mes} , 10^{13} см^{-3}	0.8	3.5	1.6	1.1
4	n_{mes} , 10^{13} см^{-3}	1.1	5.3	2.4	1.7

Примечание. Строки 1 и 2 — энергетическое положение уровней и сечения захвата электронов; строки (3–5) — концентрация глубоких центров для образцов 1, 2 и 4. Дозы протонов указаны в тексте.

Таблица 2. Полуширина кривых отражения ω в зависимости от дозы протонов с энергией 8 МэВ

Образец	1	2	3	4	5
Доза, 10^{12} см^{-2}	0.3	0.6	2.0	4.5	7.0
ω , угл. с	10	8	8	10	15

дозы, что может быть связано с ростом нарушений структуры по мере введения дефектов. Выпадающий из общей картины образец 1, получивший минимальную дозу протонов, по-видимому, изначально имел большую неоднородность кристаллической структуры.

3.2. Дозы, приводящие к компенсации проводимости

В случае облучения дозой $\approx 5 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2}$ емкостные методы измерений становятся неприемлемыми. Образцы рассматривались как детекторы ядерных частиц и тестировались монохроматическими α -частицами с энергией 5.4 МэВ. Результаты по спектрометрии α -частиц имеют непосредственное значение для проблемы однородности. Это связано с тем, что пакеты созданных частицами пар электрон-дырка малы по размеру (начальный диаметр трека $\sim 6 \text{ мкм}$). Поэтому в ходе хаотичного (но равновероятного в итоге) падения на поверхность детектора частицы осуществляют своего рода микронзондирование структуры.

На опыте определялась эффективность дрейфового переноса рожденного α -частицей неравновесного заряда (CSE). Зависимость от напряжения CSE(U) имела стандартный вид, где уменьшение CSE с ростом дозы отражает падение времени жизни носителей по мере введения дефектов. Характерный, плавный ход кривых CSE(U) обусловлен тем, что величина CSE находится по среднему значению амплитудного спектра. Необходимую информацию об условиях переноса индивидуальных пакетов заряда дают особенности формы спектра в целом.

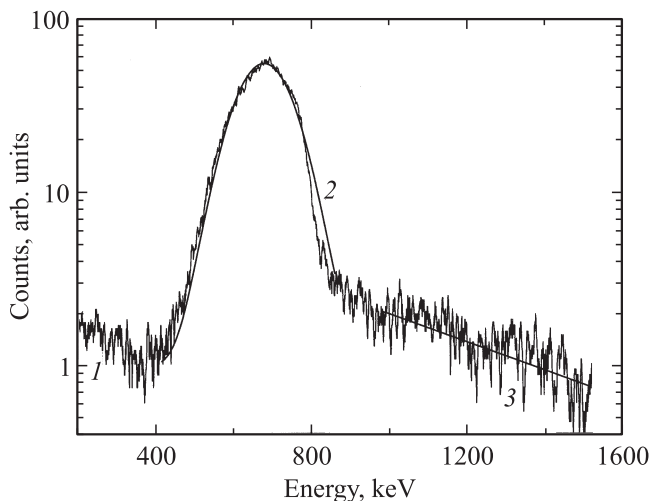


Рис. 5. Вид амплитудного спектра (кривая 1) при температуре 250°C при регистрации монохроматических по энергии α -частиц. Образец облучен протонами с энергией 8 МэВ дозой $6 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$. Кривая 2 — аппроксимация спектра гауссианом. Показательно наличие правого крыла спектра (участок 3) с амплитудами, превышающими значение основного пика.

На рис. 5 представлен спектр амплитуд для случая сильно облученного образца, имевшего имплантированный p - n -переход [3]. Использованная доза $6 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$ соответствовала введению более 10^{17} см^{-3} первичных дефектов, что на 3 порядка величины превысило содержание исходных нескомпенсированных доноров $2 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-3}$. Облучение велось в два этапа дозами $3 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$ с промежуточным отжигом при 600 и 700°C для формирования стабильной системы РД. Результатом комплексного воздействия явились глубокая компенсация проводимости и существенное падение времени жизни носителей.

В плане однородности свойств важно, что в спектре амплитуд вместо испускаемой источником монолинии наблюдались три линии. Наличие имплантированного p - n -перехода наряду с отжигом позволяло повышать температуру в режиме спектрометрии. С ее ростом линии смешались в сторону больших энергий, что привело в итоге к появлению в спектре на рис. 5 широкой монолинии.

Линия в спектре образуется за счет участков детектора с близкими условиями переноса пакетов носителей. Наличие в спектре нескольких линий следует связать с неоднородностью образца в плане содержания и природы центров захвата носителей заряда. С ростом температуры носители, локализованные на участках со сравнительно мелкими центрами, успевают за время формирования сигнала вернуться в соответствующую свободную зону и продолжить дрейф к контактам (электродам) детектора. При этом связанная с ними линия смещается в сторону больших энергий. Ее положение в спектре приближается к группе энергий, соответствующих участку образца, где „мелкие“ центры локализации отсутствуют. В нашем случае температура 250°C оказалась достаточной для делокализации носителей с „мелких“ центров во всем объеме образца и в спектре на рис. 5 образовалась ожидаемая монолиния.

Однако после восстановления монолинии спектр в целом имеет весьма характерную форму, наглядно проявляющуюся в полулогарифмическом масштабе. Помимо основной линии в спектре присутствует „хвост“ („tail“) в сторону больших энергий. При этом линия имеет обычную симметричную форму и хорошо аппроксимируется гауссианом. Показательно, что величины энергий „хвоста“ могут до двух раз превышать среднее значение Гауссиана. Появление таких значений энергии в свою очередь свидетельствует о наличии участков с большим относительно средних значений временем жизни носителей, т. е. с меньшей радиационной поврежденностью.

В плане геометрии участков возможно указать их суммарную долю от площади образца. Последняя равна отношению площадей „хвоста“ и спектра в целом. Сделать заключение, — сгруппированы участки в единую область или разрознены, — невозможно. В этой связи отметим, что их минимальные размеры могут быть

малы вплоть до размера сечения дрейфующего пакета носителей $\sim 30\text{--}40\text{ мкм}^2$.

4. Заключение

Проведенное исследование однородности электрофизических свойств CVD-пленок 4H-SiC путем введения радиационных дефектов показало продуктивность методики. Подчеркнем, что вопросы непосредственно радиационной стойкости затрагивались лишь косвенно. Введение РД используется как способ вызвать физико-химические реакции с участием собственных дефектов, имеющихся в материале (примеси, дефекты структуры, однородность их распределения по объему). Другими словами, полагается, что известная в литературе „стадия формирования вторичных РД“ в принципе способна проявить различие образцов по составу собственных дефектов.

Емкостные методы позволили на пленках диаметром 2 дюйма выявить участки диаметром до 3 мм, в которых темп компенсации (изменения величины некомпенсированных доноров) заметно отличался от среднего значения. С другой стороны, при воздействии значительных (близких к классу „экстремальных“) доз протонов путем тестирования α -частицами было установлено наличие участков, обладающих повышенной радиационной стойкостью. Не исключено, что участки рассеяны по образцу и имеют площадь всего в десятки мкм^2 . Наблюдение участков с малой повреждаемостью указывает на возможность управления уровнем радиационной стойкости карбида кремния.

Авторы выражают благодарность М.П. Щеглову за проведение измерений дифракционных кривых рентгеновского излучения.

Работа выполнена при поддержке гранта президента РФ „Ведущие научные школы“ НШ-2951.2008.2, а также со стороны совместных исследований по программам коллаборации RD-50 (CERN).

Список литературы

- [1] В.В. Козловский, В.В. Емцев, К.В. Емцев, Н.Б. Строкан, А.М. Иванов, В.Н. Ломасов, Г.А. Оганесян, А.А. Лебедев. ФТП, **42** (2), 243 (2008).
- [2] В.В. Емцев, А.М. Иванов, В.В. Козловский, А.А. Лебедев, Г.А. Оганесян, Н.Б. Строкан. ФТП, **44** (5), 706 (2010).
- [3] А.М. Иванов, Н.Б. Строкан, А.А. Лебедев. ФТП, **42** (12), 1466 (2008).
- [4] А.М. Иванов, Н.Б. Строкан, В.В. Козловский, А.А. Лебедев. ФТП, **42** (3), 370 (2008).
- [5] Н.Б. Строкан, А.М. Иванов, А.А. Лебедев. ФТП, **38** (2), 129 (2004).
- [6] L. Storasta, H. Tsuchida. Appl. Phys. Lett., **90**, 062 116 (2007).
- [7] K. Danno, D. Nakamura, T. Kimoto. Appl. Phys. Lett., **90**, 202 109 (2007).

- [8] A. Castaldini, A. Cavallini, L. Rigutti, F. Nava, S. Ferrero, F. Giorgis. J. Appl. Phys., **98**, 053 706 (2005).
- [9] A. Castaldini, A. Cavallini, F. Fabbri, F. Nava, P. Errani, V. Cindro. Proc. 8th RD50 Workshop (Prague, 25–28 June, 2006). <http://rd50.web.cern.ch/rd50/>

Редактор Т.А. Полянская

To a question of uniformity of properties 4H-SiC CVD-films

A.M. Ivanov, N.B. Strokhan, N.A. Scherbov, A.A. Lebedev

Ioffe Physicotechnical Institute,
Russian Academy of Sciences,
194021 St. Petersburg, Russia

Abstract For revealing heterogeneity of electro-physical properties of a CVD 4H-SiC films the physical-chemical reactions arising at introduction of the structure radiation defects are used. Primarily knocked atoms and vacancies actively cooperate with impurity and defects of an initial material, forming final system of the radiating centers. The irradiation was conducted by 900 keV electrons, by 8 MeV protons in the field of the fluences which were not leading to the conductivity compensation (less $7.5 \cdot 10^{12} \text{ cm}^{-2}$), and also the fluence of $6 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-2}$ causing deep compensation.

Use of capacitor methods, despite of averaging of characteristics on the area, has revealed the characteristics nonidentity of the samples in the sizes $\sim 3 \text{ mm}$. Application of the nuclear spectrometry technics, allowing to carry out of the samples microscanning, the individual behaviour of separate sites of a film in scale up to tens μm^2 was revealed.