Оптические и электрические свойства 4*H*-SiC, облученного нейтронами и тяжелыми ионами высоких энергий

© Е.В. Калинина[¶], Г.Ф. Холуянов, Г.А. Онушкин, Д.В. Давыдов, А.М. Стрельчук, А.О. Константинов⁺, А. Hallén^{*}, А.Ю. Никифоров[†], В.А. Скуратов[#], К. Havancsak[•]

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук, 194021 Санкт-Петербург, Россия ⁺ ACREO AB, Electrum 236, SE 16440 Kista, Sweden *Royal Institute of Technology Department of Electronics, Electrum 229, SE 16440 Kista, Sweden [†] Специализированные электронные системы, 115409 Москва, Россия [#]Объединенный институт ядерных исследований, 141980 Дубна, Россия • Eötvös University, Pázmány P. sétány 1/A, H-1117 Budapest, Hungary

(Поступила 1 марта 2004 г. Принята к печати 23 марта 2004 г.)

Методами фотолюминесценции и спектроскопии глубоких уровней исследовалось влияние облучения быстрыми нейтронами, ионами Kr (235 MэB) и Bi (710 MэB) на оптические и электрические свойства высокоомных чистых эпитаксиальных слоев 4*H*-SiC *n*-типа проводимости, выращенных методом газотранспортной эпитаксии. Электрические характеристики изучались с помощью барьерных структур на основе этих эпитаксиальных слоев: барьеров Шоттки с контактами Al и Cr, а также $p^+ - n - n^+$ -диодов, полученных ионной имплантацией Al. Согласно полученным экспериментальным данным, нейтроны и высокоэнергетические ионы вызывают образование в 4*H*-SiC идентичных дефектных центров. Результаты показывают, что даже при экстремально высоких значениях плотности ионизации 34 кэB/нм, характерных для ионов Bi, формирование дефектной структуры в монокристаллах SiC определяется потерями энергии частиц на упругое рассеяние.

1. Введение

Способность приборов на основе SiC работать в экстремальных условиях — при повышенных уровнях радиации и температурах (выше 600°С), а также в химически активных средах — делает их востребованными при решении задач, связанных с космическими исследованиями, учетом и контролем ядерных материалов и отработанного ядерного топлива, с регистрацией высокоэнергетических ядерных частиц. С учетом возможного широкого спектра применения таких приборов, требуется более детальное изучение влияния различных типов излучения на процессы радиационного дефектообразования в SiC. Решение этой проблемы позволит управлять процессами контролируемого введения или устранения различных дефектных и примесных центров в материале с целью улучшения или целенаправленного изменения его электрофизических свойств, а также получения сведений о его радиационной стойкости. Данные, полученные при исследовании влияния облучения α-частицами, нейтронами, электронами и протонами на природу дефектов в SiC, позволили выявить некоторые особенности радиационного дефектообразования в этом материале [1-4]. Вместе с тем особенности дефектообразования при облучении SiC тяжелыми высокоэнергетическими ионами, в условиях высокого уровня ионизационных потерь энергии и высокого темпа генерации радиационных дефектов, начали изучаться сравнительно недавно [5–8].

В данной работе представлены результаты сравнительных исследований влияния облучения быстрыми нейтронами, а также ионами Kr и Bi с энергиями соответственно 245 и 710 МэВ на дефектообразование в слабо легированных эпитаксиальных слоях 4*H*-SiC *n*-типа проводимости, выращенных методом газотранспортной эпитаксии (CVD).

2. Эксперимент

В работе исследовались диодные структуры, изготовленные на основе эпитаксиальных пленок 4*H*-SiC, полученных методом CVD, с концентрацией нескомпенсированных доноров $N_d - N_a = (5-8) \cdot 10^{15} \text{ см}^{-3}$. Эпитаксиальные слои толщиной 26 мкм выращивались на коммерческих подложках n^+ -4*H*-SiC с концентрацией $N_d - N_a = 1 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-3}$. Диодные $p^+ - n - n^+$ -структуры создавались методом ионной имплантации ионов Al с энергией 150 кэВ и дозой $5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ с последующим активационным отжигом при 1700°C в течение 15 с в атмосфере Ar [9]. Омические контакты изготавливались термовакуумным напылением Al и Cr/Al к p^+ - и n^+ -областям диодных структур соответственно. Кроме того, исследовались барьеры Шоттки с контактными слоями Al и Cr, также термически напыленными на эпи-

[¶] E-mail: evk@pop.ioffe.rssi.ru

Fax: +7(812)2476425

Частица	Энергия, МэВ	Доза, см ⁻²
Нейтроны	1	$\begin{array}{c} 1.2\cdot 10^{14} \\ 3.1\cdot 10^{14} \\ 6.24\cdot 10^{14} \end{array}$
Kr	245	$1 \cdot 10^{10} \\ 5 \cdot 10^{10}$
Bi	710	$\begin{array}{c} 1.42 \cdot 10^9 \\ 1 \cdot 10^{10} \\ 5 \cdot 10^{10} \end{array}$

Таблица 1. Параметры облучения образцов 4H-SiC

таксиальные слои. Диодные меза-структуры с барьерами Шоттки и p^+ -*n*-переходами площадью $1 \cdot 10^{-3}$ см² и высотой 30 мкм формировались ионно-плазменным травлением. Диодные структуры облучались до различных доз нейтронами с энергией 1 МэВ, ионами Kr и Bi с энергиями 245 и 710 МэВ соответственно. Параметры облучения приведены в табл. 1.

Структура дефектных центров в исследуемых образцах изучалась по спектрам фотолюминесценции (PL), которая возбуждалась излучением гелий-кадмиевого газоразрядного лазера мощностью 20 мВт с длиной волны 325 нм, выделяемой фильтром УФС-1. Спектры регистрировались при температуре образцов T = 80 K. Профили распределения электрически активных примесей в СVD-слоях вблизи барьеров Шоттки и в области p^+-n переходов исследовались по вольт-фарадным характеристикам (ВФХ), измеренным на частотах 0.1, 1 и 10кГц при температурах 80 и 293 К. Наличие и количество глубоких центров в эпитаксиальных слоях 4H-SiC оценивались по данным емкостной спектроскопии (C-DLTS) на частоте 10 кГц в диапазоне температур T = 80 - 400 К для барьеров Шоттки и $T = 80-700 \,\mathrm{K}$ для $p^+ - n - n^+$ структур. Измерение вольт-амперных характеристик (ВАХ) барьеров Шоттки и $p^+ - n - n^+$ -структур проводилось на постоянном токе при температурах 293-650 К.

3. Результаты экспериментов и их обсуждение

Профили ионизационных потерь энергии $(dE/dx)_{ion}$ и числа первичных радиационных дефектов в единицах dpa (displacement per atom) вдоль пробега ионов Kr и Bi в SiC, полученные с помощью программы SRIM2000, представлены на рис. 1. Пороговые энергии образования смещений в кремниевой и углеродной подрешетках принимались равными 35 и 20 эВ [10]. Согласно расчетам, пробеги ионов Kr и Bi составляли 21.2 и 28.8 мкм соответственно. Принимая во внимание, что толщина эпитаксиального слоя равнялась 26 мкм (рис. 1, пунктирная линия), можно утверждать, что результаты, наблюдаемые при ионном облучении, отражают процессы, происходящие в эпитаксиальных слоях. Для оценки числа дефектов, вводимых нейтронами, использовались данные по сечениям дефектообразования, приведенные в работе [11]. На рис. 1, *b* показана оценочная величина числа дефектов в SiC для используемых режимов облучения нейтронами (штриховая линия).

На рис. 2 приведены спектры PL, снятые для исходных образцов (кривая I) и после облучения их ионами Bi и Kr до доз $1 \cdot 10^{10}$ см⁻² (кривые 2 и 3 соответственно). На исходных образцах наблюдалась интенсивная полоса с максимумом на энергии hv = 3.169 эB, обусловленная рекомбинацией свободных экситонов [12]. Кроме того, в спектрах присутствовала широкая дефектная полоса с максимумом на hv = 2.35 эB, типичная для SiC и обусловленная наличием глубоких уровней [13,14]. После облучения образцов указанными частицами излучение свободных экситонов везде исчезало и, наряду с присутствием дефектной полосы, появлялся широкий спектр C максимумом на ~ 2.6 эB, так называемый спектр D_1 [15]. Размытость спектра D_1 свидетельствует о введении при облучении большого набора дефектов с различными



Рис. 1. Расчетные профили ионизационных потерь энергии (a) и первичных радиационных дефектов (b) в 4*H*-SiC, облученном нейтронами, ионами Kr с энергией 245 МэВ и ионами Bi с энергией 710 МэВ. Пунктиром отмечена граница эпитаксиального слоя.

Физика и техника полупроводников, 2004, том 38, вып. 10



Рис. 2. Спектры фотолюминесценции эпитаксиальных слоев 4*H*-SiC до (1) и после облучения ионами Bi (2) и Kr (3). 4 — спектр катодолюминесценции кристалла 6*H*-SiC, облученного нейтронами [9].

уровнями энергии. Аналогичные спектры люминесценции наблюдались и ранее в случае облучения SiC нейтронами, электронами и легкими ионами [2,16,17]. Для примера на рис. 2 приведен спектр катодолюминесценции, снятый для кристаллов 6*H*-SiC, полученных методом Лели, облученных нейтронами дозой 10¹⁸ см⁻² (кривая 4) [2].

Согласно измерениям ВФХ, для исходных диодных структур обоих типов — диодов Шоттки и p^+-n переходов — не наблюдалось изменений емкости объемного заряда в зависимости от температуры и частоты измерений в указанных пределах. Однако для всех типов облучения с возрастанием дозы частиц было характерно уменьшение концентрации N_d - N_a вплоть до полной компенсации проводимости. При этом ВФХ, измеренные при различных температурах и частотах, имели одинаковые особенности для образцов, облученных как нейтронами, так и ионами. Увеличение температуры образцов при измерениях приводило к увеличению концентрации $N_d - N_a$, вероятно, за счет частичного отжига компенсирующих центров, возникающих в процессе облучения. Увеличение частоты измерения в указанных пределах приводило к незначительному уменьшению величины $N_d - N_a$. Вероятнее всего, радиационные центры, возникающие при облучении, не успевают перезарядиться при увеличении частоты. Значения предельных доз для разных типов облучения, приводящих к образованию не зависящих от напряжения значений емкостей диодных структур, были различны и уменьшались с увеличением массы и энергии облучающей частицы. При этом не зависящие от напряжения значения емкостей соответствовали диэлектрическому слою толщиной 26-30 мкм, соизмеримой с толщиной высокоомного эпитаксиального слоя.

DLTS-измерения, проведенные на исходных CVDслоях, выявили наличие одного типа глубоких центров с энергией 0.63-0.68 эВ, известных как Z₁-центры в 4H-SiC (рис. 3, кривая 1) [1]. После облучения диодных структур нейтронами и тяжелыми ионами, наряду с увеличением концентрации центров Z₁, в верхней половине запрещенной зоны были обнаружены одинаковые радиационные центры с энергиями 0.37-0.43 эВ (NI1), 0.74 эВ (NI₂), 0.92 эВ (NI₃) и 1.47–1.56 эВ (NI₄). На рис. 3 приведены DLTS-спектры, снятые для исходных образцов (кривая 1) и образцов, облученных ионами Kr (кривая 2), нейтронами (кривая 3) и ионами Bi (кривая 4). Некоторые из радиационных центров (NI_1 , NI_2) отжигались при прогреве образцов до 700 К. Аналогичные радиационные центры появлялись и при облучении 4H-SiC электронами, протонами и другими



Рис. 3. Спектры DLTS эпитаксиальных слоев 4*H*-SiC для исходного образца (1) и после облучения их ионами Kr (2), нейтронами (3) и ионами Bi (4). 1, 2 — барьеры Шоттки, измерения до температуры 400 K; 3, 4 — p^+ -*n*-переходы, измерения до температуры 700 K.



Рис. 4. Сопротивление эпитаксиальных слоев 4*H*-SiC, облученных нейтронами (1) и высокоэнергетическими ионами Bi (2), Kr (3), в зависимости от дозы повреждений.

легкими частицами [18–20]. Энергии ионизации $(E_c - E_0)$ и сечения захвата электронов (σ_n) для различных глубоких уровней определялись из зависимостей Аррениуса. Эти параметры и концентрации (N) всех обнаруженных глубоких центров для исходных и облученных образцов представлены в табл. 2.

Ранее отмечалось, что характер ВАХ аналогичных диодных структур, облученных нейтронами, определяется изменением сопротивления эпитаксиальных слоев за счет введения радиационных дефектов [21]. Как отмечалось выше, пробег тяжелых ионов был меньше или равен толщине эпитаксиального слоя. Это дает основание утверждать, что при облучении тяжелыми ионами основной вклад в изменение сопротивления диодных структур также определяется изменением сопротивления слоя. На рис. 4 представлены зависимости сопротивления эпитаксиальных слоев 4*H*-SiC от дозы повреждений для в экспериментах. Приведенные данные не позволяют сделать вывод о каких-либо существенных различиях в характере этих зависимостей для нейтронов и ионов.

Нагрев образцов после облучения приводил к различным изменениям сопротивления эпитаксиальных слоев в зависимости от вида облучения и доз облучающих частиц. На рис. 5 представлены температурные зависимости сопротивления эпитаксиальных слоев, облученных ионами Ві и нейтронами (кривые *1* и *2* соответственно) до доз, при которых образуется, согласно измерениям ВФХ, диэлектрический слой, соизмеримый по толщине со слабо легированным эпитаксиальным слоем (26 мкм). Аналогичные температурные зависимости сопротивления наблюдались ранее на образцах SiC, облученных протонами и электронами [22,23]. Было сделано предположение, что такой характер изменения сопротивления облученных образцов SiC объясняется отжигом радиационных дефектов, сформированных в каскадах атомных

Таблица 2. Параметры глубоких уровней, регистрируемых в эпитаксиальных слоях 4*H*-SiC после облучения нейтронами, ионами Kr и Bi

Частицы	Тип центров	$E_c - E_0, \Im B$	$\sigma_n, \ \mathrm{cm}^2$	N, см ⁻³
Исходный CVD-слой	Z_1	0.63 ± 0.01	$1\cdot 10^{-14}$	$2\cdot 10^{13}$
Нейтроны, доза 3.1 · 10 ¹⁴ см ⁻²	NI ₁ Z ₁ NI ₂ NI ₃ NI ₄	$\begin{array}{c} 0.37 \pm 0.01 \\ 0.69 \pm 0.01 \\ 0.74 \pm 0.03 \\ 0.92 \pm 0.10 \\ 1.56 \pm 0.02 \end{array}$	$\begin{array}{c} 1\cdot 10^{-16} \\ 1\cdot 10^{-14} \\ 5\cdot 10^{-15} \\ 5\cdot 10^{-15} \\ 5\cdot 10^{-13} \end{array}$	$\begin{array}{c} 5.5\cdot 10^{13}\\ 5.5\cdot 10^{14}\\ 5.8\cdot 10^{14}\\ \sim 2\cdot 10^{14}\\ 8\cdot 10^{14}\end{array}$
Кг, доза $1 \cdot 10^{10}$ см $^{-2}$	NI_1 Z_1	$\begin{array}{c} 0.43 \pm 0.01 \\ 0.66 \pm 0.02 \end{array}$	$\begin{array}{c} 4 \cdot 10^{-15} \\ 1 \cdot 10^{-14} \end{array}$	$5\cdot 10^{13} \\ 2.5\cdot 10^{14}$
Ві, доза 1.4 · 10 ⁹ см ^{−2}	Z ₁ NI ₂ NI ₃ NI ₄	$\begin{array}{c} 0.68 \pm 0.01 \\ 0.74 \pm 0.03 \\ 0.92 \pm 0.10 \\ 1.47 \pm 0.04 \end{array}$	$\begin{array}{c} 1 \cdot 10^{-14} \\ 1 \cdot 10^{-14} \\ 5 \cdot 10^{-15} \\ 5 \cdot 10^{-13} \end{array}$	$5.3 \cdot 10^{14} \\ 2.8 \cdot 10^{14} \\ \sim 1 \cdot 10^{14} \\ 4 \cdot 10^{14}$



Рис. 5. Температурные зависимости сопротивления эпитаксиальных слоев 4*H*-SiC, облученных ионами Bi (1), нейтронами (2) и ионами Kr (3).

столкновений [23]. В случае облучения SiC тяжелыми ионами Kr в малых дозах на температурной зависимости сопротивления наблюдался участок так называемого "отрицательного отжига" (кривая 3) [8]. Наличие аналогичного участка при отжиге образцов SiC, облученных до высоких доз ионами и нейтронами, объяснялось ранее формированием температурно-нестабильных вакансионных кластеров. При этом размеры, концентрация и термическая устойчивость этих вакансионных кластеров зависят от вида и дозы облучения, а также от степени легирования и чистоты исходного материала [23].

4. Заключение

Установлено, что облучение высокоомных чистых эпитаксиальных CVD-слоев 4*H*-SiC *n*-типа проводимости ионами Kr и Bi с энергиями 245 и 710 МэВ соответственно приводит к образованию радиационных дефектов с такими же параметрами, как и в случае воздействия электронами, нейтронами и легкими ионами. Таким образом, формирование дефектной структуры в SiC не зависит от процессов, связанных с релаксацией ионизационных потерь энергии в треках высокоэнергетических ионов вплоть до уровня 34 кэВ/нм, и определяется радиационными повреждениями, созданными по каналу упругого рассеяния.

Авторы благодарят Г.Н. Виолину за полезные консультации.

Работа была частично поддержана проектом РФФИ № 01-02-17911 и грантом Венгерской академии наук.

Список литературы

- T. Dalibor, G. Pensl, H. Matsunami, T. Kimoto, W.J. Choyke, A. Schoner, N. Nordel. Phys. Status Solidi A, 162, 199 (1997).
- [2] В.В. Макаров. ФТТ, 13, 2357 (1971).
- [3] V.S. Balandovich, G.N. Violina. Cryst. Lattice Defects Amorphous Mater., **13**, 189 (1987).
- [4] A.M. Strel'chuk, V.V. Kozlovskii, N.S. Savkina, M.G. Rastegaeva, A.N. Andreev. Mater. Sci. Eng., 61–62, 441 (1999).
- [5] M. Levalois, I. Lhermitte-Sebire, P. Marie, E. Paumier, J. Vicens. Nucl. Instr. Meth. B, 107, 239 (1996).
- [6] L. Liszkay, K. Havancsak, M.-F. Barthe, P. Desgardin, L. Henry, Zs. Kajcsos, G. Battistig, E. Szilagyi, V.A. Skuratov. Mater. Sci. Forum, 363, 123 (2001).
- [7] S.J. Zinkle, J.W. Jones, V.A. Skuratov. MRS Symp. Proc., 650, R3.19.1 (2001).
- [8] E. Kalinina, G. Kholujanov, G. Onushkin, D. Davydov, A. Strel'chuk, A. Zubrilov, A. Hallén, A. Konstantinov, V. Skuratov, J. Staňo. Mater. Sci. Forum, 433–436, 467 (2003).
- [9] E. Kalinina, G. Kholujanov, V. Solov'ev, A. Strel'chuk, A. Zubrilov, V. Kossov, R. Yafaev, A.P. Kovarski, A. Hallén, A. Konstantinov, S. Karlsson, C. Adås, S. Rendakova, V. Dmitriev. Appl. Phys. Lett., 77 (19), 3051 (2000).
- [10] W.J. Weber, F. Gao, R. Devanathan, W. Jiang, C.M. Wang. Nucl. Instr. Meth. B, 216, 25 (2004).
- [11] В.И. Авраменко, Ю.В. Конобеев, А.М. Строкова. Атомная энергия, **56** (3), 139 (1984).
- [12] M. Ikeda, H. Matsunami. Phys. Status Solidi A, 58, 657 (1980).
- [13] Ю.М. Сулейманов, А.М. Грехов, В.М. Грехов. ФТТ, 25, 1840 (1983).
- [14] Ю.А. Водаков, Г.А. Ломакина, Е.Н. Мохов, М.Г. Рамм, В.И. Соколов. ФТП, **20**, 2153 (1986).
- [15] L. Patrick, W.J. Choyke. Phys. Rev. B, 5, 3253 (1972).
- [16] В.В. Макаров, Н.Н. Петров. ФТТ, 8, 1602 (1966).
- [17] Н.В. Кодрау, В.В. Макаров. ФТП, 15, 1408 (1981).
- [18] C. Hemmingsson, N.T. Son, O. Kordina, J.P. Bergman, E. Janzén, J.L. Lindström, S. Savage, N. Nordell. J. Appl. Phys., 81, 6155 (1997).
- [19] В.С. Балландович. ФТП, 11, 1314 (1999).
- [20] А.А. Лебедев, А.М. Иванов, Н.Б. Строкан. ФТП, 38, 129 (2004).
- [21] Е.В. Калинина, Г.Ф. Холуянов, Д.В. Давыдов, А.М. Стрельчук, А. Hallen, А.О. Константинов, В.В. Лучинин, А.Ю. Никифоров. ФТП, 37, 1260 (2003).
- [22] А.А. Лебедев, А.И. Вейнгер, Д.В. Давыдов, В.В. Козловский, Н.С. Савкина, А.М. Стрельчук. ФТП, 34, 1058 (2000).
- [23] А.И. Гирка, А.Д. Мокрушин, Е.Н. Мохов, В.М. Осадчиев, С.В. Свирида, А.В. Шишкин. ЖЭТФ, 97, 578 (1990).

Редактор Л.В. Шаронова

Optical and electrical properties of 4*H*-SiC irradiated with neutrons and heavy ions

- E. Kalinina, G. Kholuyanov, G. Onushkin, D. Davydov,
- A. Strel'chuk, A. Konstantinov⁺, A. Hallén^{*},
- A. Nikiforov[†], V. Skuratov[#], K. Havancsak[•]

Ioffe Physicotechnical Institute, Russian Academy of Sciences, 194021 St. Petersburg, Russia ⁺ ACREO, Electrum 233, SE 164 40 Kista, Sweden * Royal Institute of Technology Department of Electronics, Electrum 229, SE 164 40 Kista, Sweden [†] Specialized Elecronic System,

115409 Moscow, Russia

- #Joint Institute for Nuclear Research,
- 141980 Dubna, Russia
- Eötvös University, Pázmány P. sétány 1/A,

H-1117 Budapest, Hungary

Abstract Optical and electrical properties of the 4*H*-SiC highresistance, pure epitaxial layers *n*-type conductivity, grown by chemical vapor deposition method, irradiated with fast neutrons, 245 MeV Kr and 710 MeV Bi ions have been studied by employing photoluminescence and deep level spectroscopy techniques. Al and Cr Schottky barriers alongside with Al ion implanted p^+-n-n^+ diode structures were formed on this epitaxial layers to investigate their electrical characteristics. According to experimental results, neutrons and the high energy ions caused formation in 4*H*-SiC of identical defect centers. So, even at extremely high values of the ionizing energy density (34 keV/nm) typical for Bi ion bombardment, the damage structure formation in SiC single crystal is determined by the energy loss in elastic collisions.