

УДК 538.971

Исследование структурных дефектов кристаллов 4H-SiC методом рентгеновской микротомографии

К. Н. Нищев, Б. Ф. Мамин, В. А. Неверов, Р. И. Сидоров, Д. А. Скворцов

Методом рентгеновской микротомографии исследована дефектная структура кристаллов 4H-SiC, полученных PVT-способом. Определены линейные характеристики поровых дефектов. Установлено, что поверхности микропор имеют фрактальный характер со значениями фрактальной размерности 2,20—2,60. Методом рентгеновской микротомографии в исследуемых кристаллах выявлены макродефекты, имеющие форму «сплюснутых» микротрубок с поперечным сечением, близким к эллиптическому.

PACS: 61.72. Dd + 61.72. ur

Ключевые слова: карбид кремния, структурные неоднородности, фрактальная размерность.

Введение

Обеспечение технологической независимости России связано с промышленной реализацией многих отечественных разработок, в т.ч. и по выращиванию карбидокремниевых подложек, эпитаксиальных структур, объемных кристаллов.

Широкозонный полупроводник карбид кремния с его уникальными свойствами можно считать идеальным материалом для создания приборов силовой электроники [1]. В процессе роста эпитаксиальных слоев и объемных кристаллов SiC образуются различные дефекты кристаллической решетки, в частности, микротрубки, представляющие собой вытянутые цилиндрические поры переменного сечения, диаметр которых может варьироваться от долей до единиц микрометров [2—4]. Механизмы формирования морфологических особенностей микротрубок в кристаллах карбида кремния рассмотрены в работе [5]. Кроме

микропоровых дефектов, выращенные методом сублимации, слитки карбида кремния содержат достаточно высокую концентрацию таких структурных неоднородностей как дислокации, политипные и углеродные включения, межзеренные и малоугловые доменные границы [6].

Для визуализации дефектной структуры пластин и эпитаксиальных слоев карбида кремния применяют селективное травление в расплаве KOH, оптическую микроскопию, рентгенографические исследования [7]. Указанными методами обнаружены [6] и классифицированы в соответствии с [8, 9] базисные дислокации, прорастающие винтовые дислокации с заполненным ядром, прорастающие винтовые дислокации с полым ядром (микропоры), характеризующиеся ямками травления с линейными размерами 5—80 мкм.

В настоящей работе представлены результаты исследования дефектов в кристаллах карбида кремния, выращенных методом сублимации, с целью улучшения их структурного совершенства путем оптимизации условий роста и мониторинга качества готовой продукции. Топология микро-размерных дефектов и особенности их поверхностей изучалась методом рентгеновской томографии.

Подготовка образцов

Образцы 4H-SiC были получены методом PVT (Physical Vapour Transport) в реакторе с индукционным нагревом графитовой ростовой ячейки. Рабочая температура варьировалась в пределах 2000—2200 °С (рост осуществлялся в вакууме).

Нищев Константин Николаевич, доцент, зав. кафедрой общей физики.

Мамин Бари Фягтяхович, старший научный сотрудник.

Неверов Вячеслав Александрович, доцент.

Сидоров Роман Игоревич, младший научный сотрудник, аспирант.

Скворцов Денис Александрович, младший научный сотрудник, аспирант.

Мордовский государственный университет им. Н. П. Огарева.

Россия, 430005, Республика Мордовия, г. Саранск,

ул. Большевикская, 68.

Тел. (8342) 23-38-30. E-mail: rokman_gi@mail.ru

Статья поступила в редакцию 24 октября 2016 г.

© Нищев К. Н., Мамин Б. Ф., Неверов В. А., Сидоров Р. И., Скворцов Д. А., 2016

Температуры верхней и нижней части ростовой ячейки измерялись пирометрами, причем температурные градиенты находились в интервале 5—20 °С/см. Затравка и держатель располагались в верхней части ячейки, а в ее нижней части в нескольких миллиметрах от затравки помещался источник карбида кремния. Рост $4H$ -SiC осуществлялся на оборудовании компании PVA TePla (Германия). В качестве затравок использовались коммерческие монокристаллические подложки диаметром 100 мм фирмы SiCrystal AG (Германия).

Метод и аппаратура исследований

В настоящее время для анализа микроструктуры материалов все большее применение находит рентгеновская компьютерная микротомография [10], основанная на формировании трехмерного изображения образца путем синтеза большого массива рентгеновских двумерных «сечений» (срезов). Расстояние между «сечениями» обычно равно размеру пикселя (1—2 мкм). При этом каждое сечение характеризуется 16-битами градаций серого (вариации яркости от «черного» — 0 до «белого» — 65536), которые коррелируются со значениями коэффициента поглощения рентгеновского излучения в области расположения вокселя, т.е. элемента объёмного изображения, являющегося аналогом пикселя в двухмерном пространстве. Данный метод является неразрушающим и не требует специальной пробоподготовки.

Исследования проводились с помощью рентгеновского микротомографа SKYSCAN 1172 [11]. Режим съемки выбирался таким, чтобы обеспечить разрешение деталей изображения дефектов > 800 нм. При этом напряжение на аноде рентгеновской трубки 60 кВ, ток анода около 170 мкА, шаг угла вращения при сканировании объекта 0,4°.

Полученный экспериментальный материал позволил сформировать массивы данных, необходимых для реконструкции «срезов», перпендикулярных оси вращения образца, а также построить 3D-модели наиболее характерных дефектов, присутствующих во всех выращенных кристаллах $4H$ -SiC. Результаты реконструкции изображений обрабатываются специальными процедурами, входящим в программное обеспечение микротомографа.

Результаты эксперимента и их обсуждение

Анализ микротомограмм четырех образцов кристаллов $4H$ -SiC, представляющих собой тонкие пластинки размерами $50 \times 2 \times 0,5$ мм, вырезанные из

центральной части пластин диаметром 100 мм, позволил выявить ряд структурных неоднородностей, сформировавшихся в процессе роста и имеющих линейные масштабы единицы-десятки микрометров (доступные для рентгеновской микротомографии) — закрытые микропоры; открытые микропоры; включения сторонних фаз (фазы) с коэффициентом поглощения рентгеновского излучения, отличным от такового для SiC-матрицы. В работе [5] на основе экспериментальных результатов, полученных методом рентгеновской фазово-контрастной микроскопии (на источнике высококогерентного синхротронного излучения), имеющего заметно лучшую разрешающую способность по сравнению с рентгеновской томографией, показано, что цилиндрическая форма микротрубок неустойчива, а именно, линейные размеры сечений, определенные при помощи компьютерного моделирования, изменяются вдоль их осей. При этом наблюдается тенденция перехода цилиндрической формы в эллиптическую: значения максимальных линейных размеров сечений, исследованных в [5] «сплюснутых» микротрубок, лежат в интервале $D = 1,76—5,32$ мкм; минимальных $D_0 = 1,52—1,84$ мкм; отношение $D/D_0 = 1,06—4,03$; площади сечений микротрубок $\sigma = 8,04—22,0$ мкм². Авторы [5] подчеркивают, что для многих микротрубок, обнаруженных в кристаллах $4H$ -SiC, а также в кристаллах $6H$ -SiC с включениями политипов $15R$ и $4H$ наблюдаются указанные выше морфологические особенности. Аналогичные дефекты обнаружены и в исследованных нами образцах карбида кремния. В качестве примера на рис. 1 представлено реконструированное томографическое изображение одного из «срезов» поперечного сечения достаточно крупного дефекта в виде сплюснутой микропоры длиной ~ 200 мкм. Линейные размеры приведенного сечения $d = 25$ мкм; $d_0 = 13$ мкм; $d/d_0 = 1,9$; $\sigma = 225$ мкм².

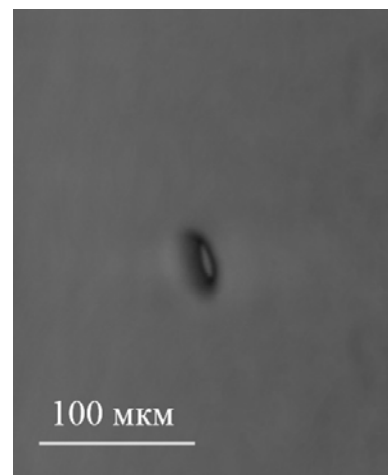


Рис. 1. Рентгеномикрографическое изображение поперечного сечения сплюснутой микропоры.

Детальный анализ строения поверхностей поровых дефектов роста кристаллов 4H-SiC показал, что границы раздела «кристалл—пора» не являются плоскими (см. рис. 2).

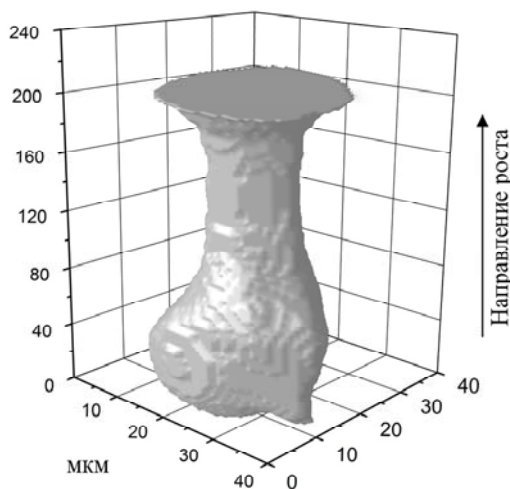


Рис. 2. Рентгеномографическая реконструкция изображения крупного порового дефекта.

Практически поровые дефекты представляют собой шероховатую поверхность, рельеф которой, вероятно, определяется как параметрами роста конкретного кристалла, так и составом сублимационного материала и газовой атмосферы в ростовой ячейке. Шероховатая, рельефная поверхность может иметь значительную площадь и, как подчеркивается в работе [12], необходима оценка свойств реальной поверхности дефектов с развитым рельефом для возможной корреляции с электрическими параметрами полупроводникового материала. Для этой цели наиболее перспективным представляется использование фрактального подхода, позволяющего исследовать броуновские (реальные) поверхности со случайным распределением неровностей. Существует несколько способов определения фрактальной размерности шероховатых поверхностей [12, 13]. Один из них — анализ профиля поверхности — основан на анализе сечения поверхности поры плоскостью, в результате чего получается кривая, воспроизводящая рельеф поверхности в месте сечения с точностью измерительного масштаба. Изменение значения измерительного масштаба, естественно, ведет к изменению длины L кривой. Если исследуемая поверхность фрактальна, то выполняется степенной закон зависимости длины L от параметра измерительного масштаба ε [12]:

$$L(\varepsilon) = L_0 \varepsilon^{(1-D_L)}, \quad (1)$$

где L_0 — проекция кривой L на ось сечения; D_L — фрактальная размерность профиля поверхности,

которая определяется по углу наклона линейного участка $\log(L/L_0) - \log \varepsilon$. При этом для определения фрактальной размерности исследуемой поверхности используют соотношение:

$$S = D_L + 1 \quad (2)$$

для целого ряда сечений, а результаты усредняются.

Описанная процедура заложена в программном обеспечении микротомографа SKYSCAN 1172 и была использована для определения фрактальных размерностей поверхностей ряда микродефектов в виде закрытых и открытых пор в исследуемых образцах. Например, для порового образования, реконструированное изображение которого показано на рис. 2, среднее значение фрактальной размерности контура сечения составляет $D_L = 1,55$. Тогда, согласно (2), фрактальная размерность поверхности раздела «SiC—микродефект» имеет значение $D_S = 2,55$, что соответствует негладкой, достаточно шероховатой поверхности.

Один из методов определения фрактальной размерности шероховатых поверхностей базируется на разбиении исследуемой плоскости на квадраты (так называемый box-counting method) [13], при этом размерность множества элементов определяется скоростью возрастания числа boxes, содержащих все элементы множества. Этот метод также включен в пакет программ обработки экспериментальных данных микротомографа для 3D-реконструкции и визуализации изображений исследуемых объектов. Применение этой опции для расчета фрактальной размерности нерегулярной поверхности дефекта кристалла 4H-SiC, представленного на рис. 2, дало значение $D_S = 2,47$, что достаточно близко к значению фрактальной размерности, полученной из анализа профилей соответствующих сечений ($D_S = 2,55$). Проведенные исследования других микропор масштаба > 10 мкм указанными методами позволили зафиксировать значения фрактальной размерности их поверхности $D_S = 2,20—2,60$.

Заключение

Проведенные в работе микротомографические исследования дефектной структуры кристаллов 4H-SiC, выращенных PVT-методом, позволили обнаружить фрактальный характер поверхностей раздела «поры—твердое тело», которые представляют собой сложные, иерархически организованные структуры со значительной удельной поверхностью, возможно, оказывающие определенное влияние на транспортные процессы в макро- и микроскопически неоднородных структурах —

полупроводниках и функциональных материалах. Полученные результаты могут способствовать совершенствованию технологических приемов роста малодефектных кристаллических структур широкозонных полупроводников.

ЛИТЕРАТУРА

1. Фадеев А. Ю., Лебедев А. О., Таиров Ю. М. // ФТП. 2012. Т. 46. № 10. С. 1368.
2. Кон В. Г., Орлов М. А. // Кристаллография. 2011. Т. 56. № 6. С. 1023.
3. Буйлов А. Н., Данильчук Л. Н. // Письма в ЖТФ. 2002. Т. 28. № 18. С. 24.
4. Кон В. Г., Аргунова Т. С. // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2011. № 1. С. 5.
5. Аргунова Т. С., Гуткин М. Ю., Кон В. Г., Мохов Е. Н. // ФТТ. 2015. Т. 57. № 4. С. 733.
6. Авров Д. Д., Булатов А. В., Дорожкин С. И., Лебедев А. О., Таиров Ю. М., Фадеев А. Ю. // ФТП. 2011. Т. 45. № 3. С. 289.
7. Авров Д. Д., Дорожкин С. И., Лебедев А. О., Таиров Ю. М., Трегубова А. С., Фадеев А. Ю. // ФТП. 2009. Т. 43. № 9. С. 1288.
8. Ohtani N., Katsuno M., Tsuge H., Fujimoto T., Nakabayashi M., Yashiro H., Sawamura M., Aigo T., Hoshino T. // Microelectron. Engin. 2006. Vol. 83. P. 142.
9. Syvayarvi M., Yakimova R., Hylen A.-L., Jansen E. // J. Phys.: Condens. Matter. 1999. Vol. 11. P. 10041.
10. Al-Abdurwani F. A. H. et al. // Review of Scientific Instruments. 2005. Vol. 76. No. 10. С. 103.
11. Рентгеновский микротомограф SkyScan 1172. [Электронный ресурс]. URL: <http://www.spektronika.ru/default.aspx?s=0&p=1596>
12. Торхов Н. А., Божков В. Г., Ивонин И. В., Новиков В. А. // ФТП. 2009. Т. 43. № 1. С. 38.
13. Chappard D., Legrand E., Haettich B., Chales G., Auvinet B., Eschard J-P., Basle M-F., Audran M. // J. Pathol. 2001. Vol. 195. P. 515.

X-ray microtomography method in practice of the structural defects study in the 4H-SiC crystals

K. N. Nishchev, B. F. Mamin, V. A. Neverov, R. I. Sidorov, and D. A. Skvortsov

Ogarev Mordovia State University
68 Bolshevistskaya str., Saransk 430005, Russia
E-mail: rokman_ri@mail.ru

Received October 24, 2016

We investigated by the X-ray microtomography a defect structure of the 4H-SiC crystals obtained PVT method. We have identified the linear characteristics of pore defects. It was found that the surface of the micropores have a fractal nature with values of the fractal dimension of 2.20—2.60. The X-ray microtomography allowed to identify in crystals the existence of so-called "oblate" micropores with cross-sectional shape similar to elliptical.

PACS: 61.72.Dd + 61.72.up

Keywords: silicon carbide, the structural inhomogeneity, the fractal dimension.

REFERENCES

1. A. Y. Fadeev, Y. M. Tairov, and A. O. Lebedev, Semiconductors, No. 10, 1346 (2012).
2. V. G. Kohn and M. A. Orlov, Crystallography Reports, No. 6, 941 (2011).
3. A. N. Builov and L. N. Danil'chuk, Technical Physics Letters, No. 9, 762 (2002).
4. V. G. Kohn, T. S. Argunova, and J. H. Je, Journal of Surface Investigation: X-Ray, Synchrotron and Neutron Techniques, No. 1, 1 (2011).
5. T. S. Argunova, E. N. Mokhov, M. Y. Gutkin, and V. G. Kohn, Physics of the Solid State, No. 4, 752 (2015).
6. D. D. Avrov, A. V. Bulatov, S. I. Dorozhkin, Y. M. Tairov, A. Yu. Fadeev, and A. O. Lebedev, Semiconductors, No. 3, 277 (2011).
7. D. D. Avrov, S. I. Dorozhkin, A. O. Lebedev, Y. M. Tairov, A. S. Tregubova, and A. Yu. Fadeev, Semiconductors, No. 9, 1288 (2009).
8. N. Ohtani, M. Katsuno, H. Tsuge, T. Fujimoto, M. Nakabayashi, H. Yashiro, M. Sawamura, T. Aigo, and T. Hoshino, Microelectron. Engin. **83**, 142 (2006).
9. M. Syvayarvi, R. Yakimova, A.-L. Hylen, and E. Jansen, J. Phys.: Condens. Matter. **11**, 10041 (1999).
10. F. A. H. Al-Abdurwani et al., Review of Scientific Instruments, No. 10, 103 (2005).
11. Skyscan 1172: High Resolution Desk-Top Micro-Ct., URL: <http://bruker-microct.com/products/1172.htm>
12. N. A. Torkhov, V. G. Bozhkova, I. V. Ivonin, and V. A. Novikov, Semiconductors, No. 1, 33 (2009).
13. D. Chappard, E. Legrand, B. Haettich, G. Chales, B. Auvinet, J-P. Eschard, M-F. Basle, and M. Audran, J. Pathol. **195**, 515. (2001).