К вопросу радиационной стойкости SiC при чередовании стадий облучения и отжига

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

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

(Получена 14 апреля 2008 г. Принята к печати 28 апреля 2008 г.)

Результаты воздействия на свойства SiC цикла "введение дефектов–отжиг–повторное введение дефектов" исследованы с помощью техники ядерной спектрометрии на примере деградации характеристик p-n-детекторов ядерного излучения. Облучение проводилось протонами с энергией 8 МэВ равными дозами по $3 \cdot 10^{14}$ см⁻². Суммарная доза $6 \cdot 10^{14}$ см⁻² соответствовала введению $2.4 \cdot 10^{17}$ см⁻³ первично смещенных атомов. Отжиг проходил в две стадии длительностью 1 ч каждая при температурах 600 и 700°C.

Детекторы тестировались α-частицами с энергией 5.4 МэВ и определялись эффективность переноса заряда и особенности формы амплитудного спектра. Измерения проводились в интервале 20–250°С. Показано, что воздействие первой дозы и последующего отжига не изменяет существенным образом стойкости SiC. В ходе второй (равной первой) дозы значение эффективной концентрации введенных центров оказывается в 1.2 раза большим. Неэквивалентность доз можно также отнести к влиянию значительной величины суммарной дозы протонов — 6 · 10¹⁴ см⁻².

PACS: 61.82.Fk, 61.80.-x

1. Введение

Радиационная стойкость SiC интенсивно исследуется в последние годы в связи с успешным освоением материала и изготовлением на его основе целого ряда приборов (в том числе, коммерческого типа). Представляющие в настоящее время интерес "большие" дозы радиации связаны с введением первично смещенных атомов (PKA) в концентрациях, на порядок величины превышающих содержание исходных примесей. При этом существенно падают по численной величине длины диффузионнодрейфового переноса носителей заряда. Кроме того, сопутствующая глубокая компенсация проводимости осложняет применение стандартных метрических методик.

В таких условиях оказывается продуктивно использовать p-n-структуры детекторов ядерных излучений и отследить с их помощью перенос носителей заряда. Методика базируется на внесении в детектор тестирующими частицами калиброванного по величине заряда и позволяет для носителей обоих знаков измерять величины произведения подвижности и времени жизни $(\mu \tau) \approx 10^{-8} \text{ см}^2/\text{B}$. Поскольку частицы падают равновероятно по площади образца, спектры амплитуд сигналов отражают однородность свойств материала. При этом размер зонда, роль которого выполняют α -частицы, равен охватываемому треком объему ($\sim 10^{-8} \text{ см}^{-3}$).

Существенное внимание в области радиационной стойкости уделяется и непосредственно детекторам ядерного излучения. Последнее связано с возможным применением SiC-детекторов в экспериментах, планируемых в области физики фундаментальных взаимодействий на коллайдере LHC (ЦЕРН, Швейцария). Ожи-

даемые флюенсы с учетом модернизации коллайдера составят $10^{15} - 10^{16}$ см⁻² релятивистских частиц.

Радиационное воздействие такого рода соответствует введению $4 \cdot 10^{16} - 4 \cdot 10^{17}$ см⁻³ РКА, в то время как концентрации примесей, определяющих в исходной CVD-пленке SiC проводимость и длины диффузионнодрейфового переноса, не превышают 10^{15} см⁻³. Как следствие, оказываются затронутыми два ключевых процесса, лежащих в основе работы детектора, — формирование области сильного электрического поля и перенос неравновесного заряда. В результате характеристики детекторов должны изменяться существенным образом и отражать стойкость SiC как материала в целом.

2. Постановка задачи

В процессе образования конечной системы радиационных дефектов принято разделять первичную и вторичную стадии. Первая относится к кинематике возникновения РКА, вторая — к физико-химическим реакциям, вызванным появлением РКА. Очевидно, что вторая стадия проходит тем полнее, чем выше подвижность РКА. Поэтому представляется важным проследить роль "низкотемпературного" отжига, когда (наряду с рекомбинацией РКА) образуется более полный спектр стабильных дефектов. Прошедший облучение и отжиг материал правомочно рассматривать как модифицированный SiC и ожидать отличной от исходного стойкости. Цель работы — проследить за проявлением дефектов в ходе цикла "введение-отжиг-введение" при концентрациях вводимых РКА, сравнимых с ожидаемыми в экспериментах на коллайдере LHC (ЦЕРН).

[¶] E-mail: alexandr.ivanov@mail.ioffe.ru

3. Условия эксперимента

Образцы были изготовлены на основе пленок 4*H*-SiC *n*-типа проводимости, выращенных на подложке n^+ -типа методом газофазной эпитаксии (CVD) в институте IKZ (Берлин). Пленки имели толщину 55 мкм и концентрацию нескомпенсированных доноров $2 \cdot 10^{14}$ см⁻³. Имплантацией ионов Al в эпитаксиальный слой в CNR-IMM (Болонья) создавался p^+ -эмиттер. Площадь контакта имела размеры, близкие к 1 мм². Образцы были предоставлены авторам в рамках совместных исследований по программе коллаборации RD-50 (ЦЕРН).

Радиационные дефекты структуры вводились облучением протонами с энергией 8 МэВ. Облучение проводилось равными дозами в два этапа — до и после отжига. Суммарная доза составила $6 \cdot 10^{14}$ см⁻², что (используя результаты для кремния [1,2]) соответствовало дозе релятивистских протонов $6 \cdot 10^{15}$ см⁻². При этом 8 МэВ протоны вводят в решетку SiC ~ $2.4 \cdot 10^{17}$ см⁻³ PKA [3].

Режим отжига дефектов относился к так называемой "низкотемпературной" стадии [4]. Использовались последовательно две стадии при 600 и 700°С с длительностью 1 ч каждая. Образец при этом помещался в откачиваемую камеру с давлением не выше 10⁻⁵ мм рт. ст.

Из работ [5–7] известно, что при содержании РКА $\approx 10^{17}$ см⁻³ в детекторах негативно проявляется наличие глубоких уровней. Уровни выступают в роли центров накопления захваченного ими заряда, деформируя распределение поля. Было показано также, что в подобных условиях целесообразно использовать нетрадиционное для детекторов включение в пропускном направлении ($U_{\rm for}$) [7]. В этой связи измерения проводились при включении структур как в прямом, так и обратном направлении ($U_{\rm rev}$).

Детектирующие характеристики определялись при тестировании α -частицами с энергией 5.4 МэВ. Интенсивность падения частиц на детектор находилась в интервале 30–130 с⁻¹. Для обработки и анализа спектра сигналов детектора использовалась стандартная спектрометрическая система с числом каналов амплитудного анализатора 4000. Постоянная времени RC-формирования импульса в тракте усилителя варьировалась в диапазоне $\theta = 0.5-10$ мкс. Измерения проводились в условиях форвакуума в интервале $T = 20-250^{\circ}$ С.

4. Результаты и их обсуждение

1. Как отмечалось в [8], отжиг при 600°С способствовал повышению эффективности собирания заряда (ССЕ) и снижению ЭДС поляризации. Однако накопление захваченного дефектами заряда имело место. Кроме того, кинетика тока при включении в прямом направлении была характерна для случая ограничения пространственным зарядом. Для более полного проявления эффекта восстановления характеристик была проведена вторая стадия отжига при 700°С (также в течение 1 ч).



Рис. 1. Спектры амплитуд сигналов детектора. Напряжение, В: I - 880, прямое; 2 - 770, обратное. Постоянная времени формирования сигнала $\theta = 3$ мкс. Детектор облучался протонами с энергией 8 МэВ дозой $3 \cdot 10^{14}$ см⁻², а далее отжигался при T = 600 и 700° С в течение 1 ч на каждой стадии.

Отжиг при 700°С привел к преобразованию спектра в режиме U_{for} , когда сигнал в основном определяется переносом дырок. Наблюдавшаяся после 600°С структура типа *box*-геометрии с монолинией, расположенной примерно посередине шкалы энергий спектра, видоизменилась двояким образом (см. рис. 1, кривая *1*).

В области максимальных энергий начал вырисовываться пик, кроме того, монолиния превратилась в дублет. Наличие спектра с *box*-геометрией свидетельствует о существенной неоднородности условий переноса носителей заряда. Трансформация монолинии в дублет прямым образом указывает, что даже участки материала, имеющие близкие свойства (формирующие линию в спектре), в ходе отжига при 700°С получили разную направленность в изменении своих свойств. В результате в спектре появляются уже две линии.

При напряжении U_{rev} , когда сигнал определяется в основном электронами, форма спектра близка к стандартной (см. рис. 1, кривая 2). Спектральная линия соответствует максимальным энергиям, и *box*-геометрия отсутствует. Однако наблюдается вторая группа меньших энергий, в которой оказывается примерно 65% сигналов. Таким образом, неоднородность материала проявляется и в случае переноса электронов. Различие спектров в режимах U_{for} и U_{rev} показывает, что центры захвата электронов и дырок в конкретных участках исследуемой пленки SiC вводятся в независимых пропорциях.

На рис. 2 приведена после двух отжигов зависимость от прилагаемого напряжения сигнала, нормированного на внесенный частицей заряд (CCE(U)). Кривые рис. 2 имеют стандартный вид. Различие для обратного и прямого напряжения следует связать с разным типом носителей, вносящих основной вклад в сигнал. Для наших условий отметим также, что величины ССЕ



Рис. 2. Зависимость эффективности собирания заряда после отжига при T = 600 и 700°С в течение 1 ч от прилагаемого напряжения: I — обратное, 2 — прямое.

определялись по пикам энергии в спектрах амплитуд сигналов (рис. 1). Для U_{rev} (кривая 2) пик соответствовал максимальным значениям энергии. В случае U_{for} (кривая 1) принималось среднее для дублета значение. Использование максимальных значений энергий спектра U_{for} выравняло бы соотношение величин ССЕ для указанных режимов включения.

Как итог двухстадийного отжига, следует отметить существенное, но далеко неполное восстановление свойств исходного материала. Так, длины дрейфового смещения носителей не обеспечивают полного переноса заряда. Вид амплитудных спектров указывает на наличие неоднородности свойств по площади (объему) CVDпленки. Кроме того, по-прежнему наблюдалась "эдс поляризации" [8]. Последняя, напомним, проявлялась в появлении при снятии "внешнего" напряжения сигналов противоположной полярности. Сигналы возникали за счет наличия "внутреннего" поля, образованного захваченными на глубокие уровни дефектов носителями. Из вольт-амперной характеристики в пропускном направлении следует, что сохранилось состояние глубокой компенсации проводимости ($\rho \approx 3 \cdot 10^{13} \, \mathrm{Om} \cdot \mathrm{cm}$ при $T = 20^{\circ} C$).

2. Вместе с тем проведенный отжиг позволяет считать систему радиационных дефектов в значительной мере сформировавшейся и более стабильной по сравнению с первончальной, возникшей после дозы $3 \cdot 10^{14}$ см⁻². Рассматривая материал как исходный, было проведено облучение второй (равной первой) дозой протонов с энергией 8 МэВ. В итоге суммарная доза составила $6 \cdot 10^{14}$ см⁻².

2.1. На рис. З приведен ход ССЕ по всем этапам цикла "введение дефектов-отжиг-повторное ввдение". Роль отжига отражена разрывом кривой при дозе $3 \cdot 10^{14}$ см⁻². Поскольку в режиме $U_{\rm for}$ пик (по положению которого определялось значение ССЕ) на различных стадиях

цикла перемещался по спектру, количественные заключения об изменениях следует производить из данных режима $U_{\rm rev}$. Здесь отношения начальных и конечных значений ССЕ для обеих доз оказались близкими: 1.0/0.41 \approx 2.5 для первой и 0.73/0.32 \approx 2.3 для второй дозы. По этому показателю стадия отжига на свойствах CVD-пленки не сказалась. Разумеется, если брать для доз конечные величины ССЕ, то их отношение составит всего 0.41/0.32 \approx 1.3, несмотря на двукратное увеличение дозы.

Обработка кривых ССЕ(U) обычно проводится по так называемой "формуле Хехта" [9], которая позволяет определить величину произведения подвижности и времени жизни дрейфующего носителя ($\mu \tau$). Нами использовалась более точная модель [10], учитывающая раздельно дрейф электронов и дырок и их вклады в сигнал. Указанным способом были определены значения ($\mu \tau$)_e, характеризующие перенос электронов в режиме U_{rev}. Величины по всему циклу облучения и отжига находились в диапазоне (1.6-12) · 10^{-8} см²/В (см. таблицу), и изменения по ходу цикла были близки к поведению ССЕ на рис. 3. При напряжении 1 кВ напряженность поля составляла 180 кВ/см, что для наименьших величин ($\mu \tau$)_e обеспечивало длины дрейфа электронов ≈ 30 мкм.

Представляет интерес сравнение обратных величин, т. е. $1/(\mu \tau)_e$. Их можно рассматривать как эффективные значения концентраций вводимых центров $N_{\rm eff}$. Исходя из полученных величин $N_{\rm eff}$ имеем, что в пересчете на один протон при втором облучении сравнительно с первой дозой вводится в 1.2 раза больше центров.

Похожая в качественном отношении картина наблюдалась в работе [11] при облучении нейтронами. В ней также отмечалось возрастание активности центров по мере увеличения дозы, что связывалось с образованием



Рис. 3. Зависимость эффективности собирания заряда от дозы протонов. Напряжение: 1 — обратное, 2 — прямое. Значения ССЕ соответствуют напряжению 1 кВ. Разрыв при дозе $3 \cdot 10^{14}$ см⁻² связан с воздействием отжига.

Физика и техника полупроводников, 2008, том 42, вып. 12

1469

Характеризующие перенос электронов значения $\mu \tau_e$, полученные для стадий исследуемого цикла в режиме обратного смещения детектора

	Доза, 10 ¹⁴ см ⁻²				
			Отжиг		
	1.0	3.0	600°C	700°C	6.0
$(\mu au)_e, \ 10^{-8} \ { m cm}^2 { m /B}$	5.6	2.1	8.0	11.9	1.6

центров, обладающих большим сечением захвата. Показательно, что отмеченная общая тенденция прослеживается несмотря на отличия природы облучающих частиц (протоны и нейтроны), а также наличие в нашем случае промежуточной стадии отжига.

2.2. Амплитудные спектры сигналов исследовались в диапазоне температур $T = 20-250^{\circ}$ С. Интерес к $T \ge 200^{\circ}$ С вызван возможностью, согласно [12], изменять форму спектра при нагревании. Однако в [12] были использованы только $T \le 140^{\circ}$ С. Кроме того, важна и практическая сторона вопроса. Область $T \approx 200^{\circ}$ С недоступна для существующих в настоящее время детекторов, так как они выполняются на основе материалов с запрещенной зоной менее 1.5 эВ (Ge, Si, GaAs, CdZnTe). В то же время, согласно [13], SiC-детекторы способны функционировать в спектрометрическом режиме, как минимум, до 375°С.

Отметим сразу, что вторая доза протонов привела к существенным изменениям характеристик CVD-пленки. Детекторы на ее основе оказываются работоспособными (в смысле долговременных измерений) только при включении в прямом направлении. Включение в режиме U_{rev} приводило к нестандартной картине. Разброс сигналов в спектре увеличивался с ростом U_{rev} , и, начиная с 600 В, выделить в спектре основной пик было затруднительно. В этой связи отметим, что приведенные выше значения ССЕ для U_{rev} получены при кратковременных экспозициях. Как видим, положение в целом резко контрастирует со спектром до второго облучения (рис. 1, кривая 2). В итоге задача состояла в выяснении возможности управления формой спектра в режиме U_{for} .

В спектрах этого режима произошли положительные изменения. К ним следует отнести превращение дублета (рис. 1, кривая I) в монолинию и ее расположение в области максимальных энергий. Форма линии близка к гауссовой, и разрешение по энергии, определяемое шириной линии, оказывается высоким ($\sim 7\%$). Малость разброса сигналов указывает на высокую степень сходства условий дрейфа пакетов носителей заряда, образующих указанные сигналы.

Особенностью спектров при нагревании явилось появление существенно размытой второй группы — "малых" энергий. Показательно, что при вариации напряжения U_{for} спектр перемещался по шкале энергии как целое и отмеченная структура сохранялась без заметных изменений. В итоге спектр в целом имел нестандартную форму, так как в площади под пиком окзывалось только 37% от зарегистрированных импульсов. Остальные сигналы формируются в той области CVD-пленки (либо разрозненных по ее объему областях), в которой перенос заряда проходит с более низкой эффективностью.

В [12] было установлено, что принадлежащие второй группе спектра импульсы имеют затянутый фронт нарастания. Это связывалось с локализацией носителей на центрах захвата, что было подтверждено перемещением группы по шкале энергий при вариации времени формирования сигнала θ . Вторая (более действенная) возможность направленного изменения спектра состоит в дальнейшем повышении температуры.

На рис. 4 приведены спектры при $\theta = 10$ мкс для трех температур T = 150, 200 и 250°С при напряжении $U_{\rm for} = 275$ В. Видно, что нагревание от 150 до 200°С приводит к ожидаемому перемещению группы меньших энергий к основному пику, положение которого остается неизменным. При повышении температуры до 250°С достигается слияние с основным пиком. Форма результирующей линии аппроксимируется гауссианом. Разрешение по энергии сравнительно с величиной до объединения пика и группы ухудшается примерно в 3 раза. Его значение 22.5% характеризует однородность условий переноса заряда уже по образцу в целом.

Необходимая для образования монолинии температура 250°С не исключила роль "больших" значений времени формирования $\theta = 10$ мкс. Так, при использовании $\theta = 3$ мкс спектр приобретает прежнюю форму (рис. 5). Логарифмический масштаб использован с целью обратить внимание на наличие "хвоста" (*tail*) в области больших энергий, где максимальные значения до двух раз превышают среднюю величину для спектра в целом.

Последнее важно в плане анализа радиационной стойкости карбида кремния. Большие энергии в спектре



Рис. 4. Вид амплитудного спектра сигналов при различных температурах °C: I - 150, 2 - 200, 3 - 250. Форма результирующего спектра при $T = 250^{\circ}$ С аппроксимируется гауссианом. Время формирования $\theta = 10$ мкс.



Рис. 5. Изменение амплитудного спектра сигналов в зависимости от времени формирования θ , мкс, I = 3, 2 = 10.

указывают на наличие в материале участков, в которых перенос заряда менее подвережен радиационному воздействию. Возможно, такие локальные участки определяются составом и содержанием примесей. Взаимодействие с ними РКА и определяет заключительную фазу образования радиационных дефектов. Оценивая потенциально достижимую стойкость SiC, следует ориентироваться именно на энергии "хвоста" спектра.

Трансформация спектра при повышении температуры, описанная выше, также показательна в отношении свойств CVD-пленки. Как отмечалось, группа "малых" энергий в спектре саязана с локализацией носителей на центрах захвата. Повышение температуры стимулирует выброс носителей из ловушек. Если выброс происходит за время θ , то при дальнейшем дрейфе носитель дает вклад в величину сигнала. В наших условиях (250°С, $\theta = 10$ мкс) подобный выброс характерен для ловушек, расположенных не далее 0.7 эВ от соответствующей зоны (например, для дырок — не глубже 0.7 эВ от валентной зоны).

В итоге анализ спектров после второго облучения показал, что пленка SiC имела исходную неоднородность свойств. В результате в образец оказались введенными радиационные дефекты двоякой природы. В объеме в целом находятся центры рекомбинации, определяющие значения времени жизни носителей заряда и положение пика максимальных энергий. Кроме того, в двух третях объема дополнительно присутствуют центры локализации носителей. Прекращение локализации ведет к образованию в спектре монолинии.

5. Заключение

Оценка радиационной стойкости SiC должна корректироваться по мере совершенствования материала и снижения содержания примесей (дефектов). Это связано с изменением для фиксированного числа РКА (конкретной дозы) соотношения РКА и исходных дефектов. В работе фактически сопоставлены два материала: исходная CVD-пленка и модифицированная воздействием первой дозы и последующего отжига.

Использованный суммарный флюенс протонов $6 \cdot 10^{14}$ см⁻² относится к "экстремальным" данным. Высокая чувствительность методики ядерной спектрометрии позволила провести измерения в условиях глубокой компенсации проводимости материала. Для каждой стадии цикла "введение дефектов—отжиг 600°С, отжиг 700°С—введение дефектов" определено численное значение длины дрейфового смещения $\mu\tau$ в поле 1 В/см. Анализ величин $\mu\tau$ позволил по крайней мере качественно подтвердить тенденцию изменения стойкости карбида кремния — ускорение деградации по мере роста дозы радиации.

По трансформации амплитудных спектров установлено, что исходный материал имел "скрытую" неоднородность состава и содержания примесей. Это проявилось в образовании на каждой стадии цикла индивидуальной системы дефектов, отличающейся пропорцией и геометрией расположения центров рекомбинации и локализации носителей. Возможно, что неоднородность является "микромасштабной" и выявляется благодаря специфике примененной методики. В этой связи отметим наличие в материале участков со стойкостью к радиации, до двух раз превышающей средний показатель.

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

- D. Bechevet, M. Glaser, A. Houdayer, C. Lebel, C. Leroy, M. Moll, P. Roy. Nucl. Instr. Meth., A 479 (2–3), 487 (2002).
- [2] M. Huhtinen. Nucl. Instr. Meth., A 491, Issues 1-2, 194 (2002).
- [3] Н.Б. Строкан, А.М. Иванов, Н.С. Савкина, А.А. Лебедев, В.В. Козловский, М. Syvajarvi, R. Yakimova. ФТП, 38, 841 (2004).
- [4] M.V.B. Pinheiro, E. Rauls, U. Gerstmann, S. Greulich-Weber, J.-M. Spaeth. Mater. Sci. Forum, 483–485, 477 (2005).
- [5] А.М. Иванов, А.А. Лебедев, Н.Б. Строкан. ФТП, 40 (7), 886 (2006).
- [6] А.М. Иванов, А.А. Лебедев, Н.Б. Строкан. ФТП, 40 (10), 1259 (2006).
- [7] А.М. Иванов, Н.Б. Строкан, Е.В. Богданов, А.А. Лебедев. ФТП, 41 (1), 117 (2007).
- [8] А.М. Иванов, Н.Б. Строкан, А.В. Садохин, А.А. Лебедев. ФТП, 41 (8), 998 (2007).
- [9] K. Hecht. Zeitschrift Phys., 77, 235 (1932).
- [10] N.B. Strokan, A.M. Ivanov, A.A. Lebedev. Nucl. Instr. Meth., A 569 (3), 758 (2006).
- [11] A. Castaldini, A. Cavallini, F. Fabbri, F. Nava, P. Errani, V. Cindro. 8th RD50 Workshop (Prague, June 25–28, 2006). http://rd50.web.cern,ch/rd50/

- [12] А.М. Иванов, Н.Б. Строкан, А.А. Лебедев. ФТП, 42, 1135 (2008).
- [13] Е.В. Калинина, А.М. Иванов, Н.Б. Строкан. Письма ЖТФ, 34 (5), 63 (2008).

Редактор Л.В. Беляков

Radiation hardness of SiC at alternation of stages of irradiation and annealing

A.M. Ivanov, N.B. Strokan, A.A. Lebedev

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

Abstract Results of the action on SiC properties of a cycle "Introduction of defects–annealing–repeated defects introduction" by means of nuclear spectrometry techniques on an example of characteristics degradation of nuclear radiation p-n-detectors are investigated. The irradiation was produced by 8 MeV protons equal fluences on $3 \cdot 10^{14}$ cm⁻². The total fluence $6 \cdot 10^{14}$ cm⁻² corresponded to introduction $2.4 \cdot 10^{17}$ cm⁻³ primarily knocked atoms. Annealing passed in two stages duration 1 hour everyone at temperatures 600 and 700°C.

Detectors were tested by 5.4 MeV α -particles and a charge collection efficiency and feature of the amplitude spectrum form were defined. Measurementes were fulfilled in an interval 20–250°C. It is shown, that influence of the first fluence and the subsequent annealing does not change significally the radiation hardness of SiC. During the second (equal to the first) doze value of effective concentration of the entered centers appears in 1.2 times greater. Nonequivalent of the fluences it is possible to concern also to influence of significant value of a total fluence of protons — $6 \cdot 10^{14}$ cm⁻².