

УДК 621.38:539.1

## РОЛЬ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОГО ОТЖИГА В МОДИФИЦИРОВАНИИ КАРБИДА КРЕМНИЯ ПУЧКАМИ ЗАРЯЖЕННЫХ ЧАСТИЦ

© 2021 г. В. В. Козловский<sup>a, \*</sup>, А. Э. Васильев<sup>a, \*\*</sup>, А. А. Лебедев<sup>b, \*\*\*</sup>

<sup>a</sup>Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого,  
Санкт-Петербург, 195251 Россия

<sup>b</sup>Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук,  
Санкт-Петербург, 194021 Россия

\*e-mail: kozlovski@physics.spbstu.ru

\*\*e-mail: electronych@mail.ru

\*\*\*e-mail: shura.lebe@mail.ioffe.ru

Поступила в редакцию 30.06.2020 г.

После доработки 22.08.2020 г.

Принята к публикации 25.08.2020 г.

Исследовано влияние низкотемпературного отжига на вольт-фарадные и вольт-амперные характеристики полупроводниковых приборов на основе карбида кремния, облученных электронами с энергией 0.9 МэВ и протонами с энергией 15 МэВ. Использовались коммерческие высоковольтные (блокирующее напряжение 1700 В) интегрированные 4H-SiC диоды Шоттки. Впервые установлено, что при обоих видах использованного облучения в *n*-SiC вводятся не только термически стойкие широко известные радиационные дефекты Z1/Z2 и EN6/7, компенсирующие электропроводимость *n*-SiC. Но и вторая группа радиационных дефектов, также создающих глубокие уровни в запрещенной зоне полупроводника, но отжигающихся при сравнительно низких (400°C) температурах.

**Ключевые слова:** протонное и электронное облучение, радиационный дефект, флуенс электронов, карбид кремния, изохронный отжиг.

DOI: 10.31857/S1028096021040075

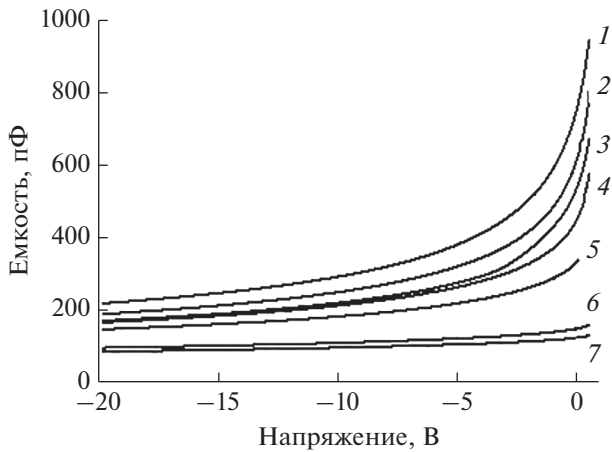
### ВВЕДЕНИЕ

Термическая стабильность радиационных дефектов (РД) в полупроводниках является важнейшим и часто лимитирующим фактором в модифицировании материалов за счет введения любых радиационных дефектов – инженерии радиационных дефектов (Radiation Defect Engineering) [1–3]. Для карбида кремния (SiC) долгое время эта тема считалась недостаточно актуальной, т.к. основные радиационные дефекты Z1/Z2 и EN6/7 отжигаются при температурах ~1000°C [4–7]. Однако в последнее время стали появляться сообщения, свидетельствующие о некоей низкотемпературной нестабильности радиационных дефектов, в частности введенных в политип 4H-SiC (CVD) при облучении быстрыми электронами и протонами [8–12].

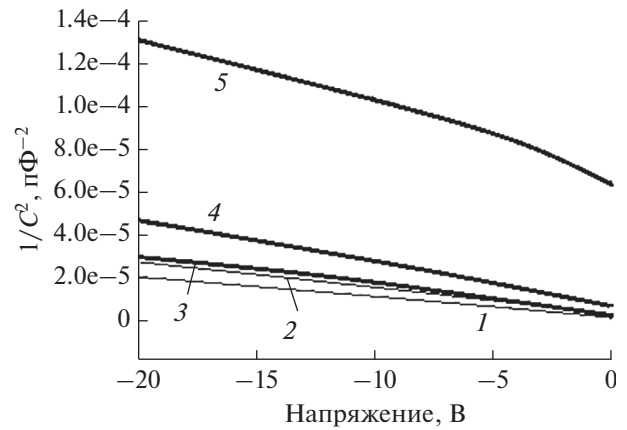
Целью настоящей работы является исследование влияния низкотемпературного отжига радиационных дефектов на параметры карбид-кремниевых диодов Шоттки, облученных электронами и протонами МэВ-ных энергий.

### ЭКСПЕРИМЕНТ

В работе проводили облучение коммерческих диодов Шоттки (ДШ) производства компании Cree (CPW3-1700SO10) [13]. Исходная концентрация нескомпенсированных доноров ( $N_d - N_a$ ) в *n*-базе ДШ составляет  $\sim(3-4) \times 10^{15} \text{ см}^{-3}$ . Облучение электронами с энергией 0.9 МэВ проводили на ускорителе РТЭ-1В (resonant transformer accelerator). Облучение протонами с энергией 15 МэВ выполнялось на малогабаритном циклотроне MGTs-20 [14]. Изохронный отжиг проводили в вакууме в диапазоне температур 100–600°C в течение 30 мин. В ходе исследований измерялись вольт-амперные и вольт-фарадные характеристики. Из вольт-фарадных характеристик (ВФХ) определяли концентрацию нескомпенсированных доноров. Измерения *C-V*-характеристик проводили при частоте 1 МГц. Для удобства измерений ВАХ и ВФХ мы использовали сравнительно небольшие экспозиционные дозы (флуенсы) облучения. Флуенсы выбирали таким образом, чтобы при известной скорости удаления доноров [15, 16] скомпенсировать от одной трети до половины от исходной концентрации доноров.



**Рис. 1.** Зависимость обратных вольт-фарадных характеристик облученных электронами флуенсом  $2 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$  диодов от температуры отжига ( $^{\circ}\text{C}$ ): 2 – 400, 3 – 300, 4 – 185, 5 – 150, 6 – 100, 7 – 20. Кривая 1 – ВФХ необлученного диода.



**Рис. 2.** Обратные вольт-фарадные характеристики образцов до (1) и после облучения протонами (4) и электронами (5). Отжиг ( $400^{\circ}\text{C}$ , 30 мин) образцов, облученных протонами (3) и электронами (2).

Для облучения отбирались диоды, характеризующиеся близкой к идеальной  $I$ – $V$ -характеристикой при прямом смещении, а именно, экспоненциальной (до области влияния последовательного сопротивления диода) прямой вольт-амперной характеристикой:  $I = I_0 \exp(qU/\beta kT)$ , с коэффициентом идеальности  $\beta \approx 1.02$ – $1.04$  и током утечки при малых обратных напряжениях  $\sim 10^{-13}$ – $10^{-12}$  А. Здесь  $q$  – элементарный заряд,  $k$  – постоянная Больцмана.

### РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Эксперимент показал, что обычное хранение образцов в течение трех лет (“отжиг при комнатной температуре”) не приводит к деградации характеристик облученных образцов. Начальные изменения характеристик образцов, облученных электронами, мы наблюдали, начиная с температур отжига  $150^{\circ}\text{C}$ . Для образцов, облученных протонами, граничная температура отжига была примерно на  $100$  градусов выше.

#### Вольт-фарадные характеристики

На рис. 1 представлены ВФХ облученных электронами флуенсом  $2 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$  диодов после отжига при различных температурах. Как видно из рис. 1, отжиг реально начинает проявляться при  $T_{\text{отж}} > 150^{\circ}\text{C}$ . При повышении  $T_{\text{отж}}$  до  $400^{\circ}\text{C}$  низкотемпературный отжиг завершается. Дальнейший рост температуры отжига до  $600^{\circ}\text{C}$  не приводил к изменениям ВФХ. Изменения ВФХ связаны с уменьшением концентрации доноров в слабелегированной базе диодов. Уменьшение концентрации доноров происходит за счет захвата свободных электронов из зоны проводимости

на глубокие уровни радиационных дефектов, созданных облучением.

На рис. 2 представлены результаты сравнения влияния отжига ( $400^{\circ}\text{C}$ , 30 мин) на ВФХ образцов, облученных протонами и электронами. Данные измерений, представленные на рис. 1 и 2, мы пересчитали в концентрацию доноров и концентрацию компенсирующих радиационных дефектов. Концентрация радиационных дефектов оценивалась как разница концентраций доноров до и после соответствующего радиационно-термического воздействия (табл. 1).

Скорость удаления доноров  $\eta_e$  после облучения оценивалась по стандартной формуле:

$$\eta_e = (N_0 - N_1)/F, \quad (1)$$

где  $N_0$ ,  $N_1$  – концентрации доноров в эпитаксиальном слое до и после облучения соответственно;  $F$  – флуенс облучения. Используя данные табл. 1, мы оценили  $\eta_e$  для обоих видов облучений, используемых в настоящей работе. Для электронов с энергией  $0.9$  МэВ  $\eta_e$  составила  $0.115 \text{ см}^{-1}$ ; для протонов с энергией  $15$  МэВ –  $45 \text{ см}^{-1}$ . Можно считать, что протонное облучение примерно в  $400$  раз эффективнее электронного облучения в плане введения глубоких ловушек и компенсации электропроводимости материала.

Согласно данным табл. 1, нагрев при температуре  $400^{\circ}\text{C}$  в течение 30 мин приводит к отжигу примерно  $(2.3 - 0.4)/2.3 = 83\%$  введенных электронным облучением радиационных дефектов. Аналогичный нагрев образцов, облученных протонами, приводит к отжигу только  $(1.8 - 1.2)/1.8 = 33\%$  введенных радиационных дефектов. Важно отметить, после вышеуказанного отжига концентрация радиационных дефектов составляет  $1.2 \times$

**Таблица 1.** Влияние радиационно-термических воздействий на основные параметры экспериментальных образцов

Вид радиационно-термического воздействия	Концентрация доноров, $\text{см}^{-3}$	Концентрация радиационных дефектов, $\text{см}^{-3}$	Коэффициент идеальности
Необлученный образец	$N_0 = 3.4 \times 10^{15}$	0	1.02
Необлученный образец	$1.6 \times 10^{15}$	$1.8 \times 10^{15}$	1.04
Облучение протонами (флуенс $4 \times 10^{13} \text{ см}^{-2}$ )*	$2.2 \times 10^{15}$	$1.2 \times 10^{15}$	1.03
Отжиг после протонного облучения ( $400^\circ\text{C}$ , 30 мин)	$1.1 \times 10^{15}$	$2.3 \times 10^{15}$	1.04
Облучение электронами (флуенс $2 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$ )*	$3 \times 10^{15}$	$0.4 \times 10^{15}$	1.03

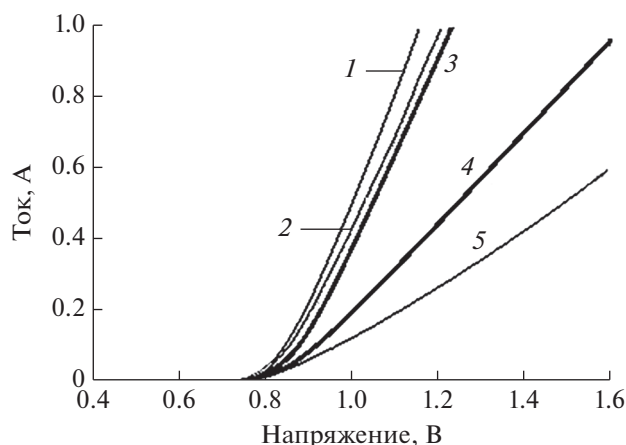
$\times 10^{15} \text{ см}^{-3}$ . Одновременное же воздействие такого же протонного облучения и такой же температуры  $400^\circ\text{C}$  (“горячее” протонное облучение), как следует из работы [18], приводит к образованию значительно меньшего количества радиационных дефектов –  $0.36 \times 10^{15} \text{ см}^{-3}$ . Трехкратное различие в концентрации РД показывает, что горячее облучение далеко неэквивалентно холодному облучению с последующим отжигом.

Для сравнения наших результатов с работами [10, 23], в которых используется не экспозиционная доза  $F$  (флуенс), а поглощенная доза энергии  $D$ , напомним стандартную формулу пересчета [11, 17]:

$$D = (1/\rho)(dE/dx)F, \quad (2)$$

где  $\rho$  – плотность вещества,  $(dE/dx)$  – линейные потери энергии бомбардирующих частиц. Для случая облучения SiC электронами с энергией 0.9 МэВ формула (2) приобретает вид [11, 17]:

$$D_e(\text{Грэй}) = 2.5 \times 10^{-10} F_e(\text{электрон} \cdot \text{см}^{-2}). \quad (3)$$



**Рис. 3.** Прямые вольт-амперные характеристики образцов до (1) и после облучения протонами (4) и электронами (5). Отжиг ( $400^\circ\text{C}$ , 30 мин) образцов, облученных протонами (3) и электронами (2).

Для облучения протонами с энергией 15 МэВ [11, 17]:

$$D_p(\text{Грэй}) = 4 \times 10^{-9} F_p(\text{протон} \cdot \text{см}^{-2}). \quad (4)$$

В работе [10, 23] указывается, что концентрация радиационных дефектов в SiC после облучения электронами с энергией 1.05 МэВ дозой 500 кГр составляет  $3 \times 10^{15} \text{ см}^{-3}$ . Согласно формуле 2а вышеуказанная поглощенная доза соответствует флуенсу  $2 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$ . При меньшей энергии электронов, используемых в настоящей работе (0.9 МэВ), образующаяся концентрация радиационных дефектов (табл. 1) также немного уменьшается и составляет  $2.3 \times 10^{-15} \text{ см}^{-3}$ .

#### Вольт-амперные характеристики

Согласно экспериментальным данным, облучение как протонами, так и электронами слабо влияет на зависимость прямого тока от напряжения на экспоненциальном участке зависимости вольтамперной характеристики. Коэффициент идеальности  $\beta$  остается в пределах  $\approx 1.02$ – $1.04$ .

На рис. 3 показаны вольтамперные характеристики диодов при больших прямых смещениях, когда большая часть приложенного напряжения падает на базе прибора (квазилинейные вольтамперные характеристики). Как видно из рисунка, в области больших прямых смещений облучение (кривые 4 и 5) приводит к существенному возрастанию дифференциального сопротивления базы  $R_s$ . При исходном значении  $R_s \sim 0.3 \text{ Ом}$  (при токе 1 А) после облучения протонами флуенсом  $F = 4 \times 10^{13} \text{ см}^{-2}$  значение  $R_s$  увеличивается приблизительно в 2.5 раза до  $\sim 0.75 \text{ Ом}$ . Уменьшение концентрации свободных электронов в 2.5 раза после протонного облучения хорошо коррелирует с уменьшением концентрации нескомпенсированных доноров, полученных из ВФХ и представленных в таблице. Эта корреляция подтверждается и в случае электронного облучения. Здесь  $R_s$  после электронного облучения увеличивается примерно в 3.3 раза (от 0.3 до 1.0 Ом). Значения  $R_s$  облу-

ченных диодов после нагрева до 400°C в течение 30 мин показывают, что в облученных протонами образцах отжигается до около 30% радиационных дефектов, а в образцах, облученных электронами – больше 80%.

Полученные в настоящей работе результаты требуют некоторого пересмотра сложившейся картины радиационного дефектообразования в *n*-SiC [19, 20]. Действительно, как и раньше можно считать, что основные радиационные дефекты, обуславливающие компенсацию проводимости *n*-SiC, связаны с компонентами пары Френкеля ПФ (вакансия и междоузельный атом) только в одной из подрешеток SiC, а именно – в углеродной [21, 22]. При облучении первичные ПФ частично избегают рекомбинации и разделяются на отдельные компоненты. Раньше считалось, что эти компоненты входят в состав только известных термически стойких Z1/Z2 и EN6/7 дефектов, создающих в запрещенной зоне *n*-SiC глубокие акцепторные уровни  $E_c - 0.65$  эВ и  $E_c - 1.55$  эВ соответственно [19–23]. Захват электронов на эти уровни приводит к росту удельного сопротивления базы. Теперь необходимо признать, что при облучении образуется и вторая группа радиационных дефектов с глубокими акцепторными уровнями, но термически нестабильных. При электронном облучении эта группа термически нестабильных дефектов составляет практически 80% от общего количества РД, а при протонном облучении – порядка 30%. Необходимо отметить, что вышеуказанные соотношения справедливы для образцов, облученных дозами, не приводящими к полной компенсации проводимости материала. Для сильно компенсированного *n*-SiC низкотемпературный отжиг, возможно, будет иметь свои особенности.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В ходе проведенных исследований было установлено, что низкотемпературный (400°C) отжиг приводит к частичному восстановлению ВАХ и ВФХ облученных диодов. Предполагается, что при облучении вводится не одна, а (минимум) две группы радиационных дефектов с различной термической стойкостью. Первая группа дефектов отжигается при температурах ~1000°C, вторая группа – при температурах ~400°C. При электронном облучении группа термически нестабильных дефектов составляет практически 80% от общего количества РД, а при протонном облучении – порядка 30%. Для практических целей, варьируя режимы облучения (энергия и флуенс) и отжига (температура и время), можно модифицировать выходные параметры приборов или создавать с помощью экранов и масок локальные многослойные конструкции с полужолирующими слоями.

## БЛАГОДАРНОСТИ

Работа выполнена при поддержке Программы повышения конкурентоспособности ведущих российских университетов среди ведущих мировых научно-образовательных центров (Проект 5-100-2020).

Авторы благодарят О. Королькова и Н. Слепчук за помощь в работе и за обсуждение результатов.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Lebedev A.A.* Radiation Effects in Silicon Carbide, Material Research Forum LLC, Millersville, PA 17551, USA, V. 6 (2017)
2. *Claeys C., Simoen E.* Radiation Effects in Advanced Semiconductor Materials and Devices. Berlin: Springer-Verlag, 2002. 401 p.
3. Radiation Defect Engineering. Selected Topics in Electronics and Systems. V. 37. / Ed. Kozlovski V., Abrosimova V. Singapore: World Scientific Publ., 2005, 264 p.
4. *Kozlovski V.V., Lebedev A.A., Levinshtein M.E. et al.* // Appl. Phys. Lett. 2017. V. 110. P. 083503. <https://doi.org/10.1063/1.4977095>
5. *Ohshima T., Onoda Sh., Iwamoto N., et al.* In: Physics and technology of silicon carbide devices, Ch. 16, Ed. *Hijikata Y.* InTech, Croatia, 2013.
6. *Emtsev V.V., Davydov V.Yu., Goncharuk I.N. et al.* // Mater. Sci. Forum. 1997. V. 258–263. P. 1143.
7. *Козловский В.В., Васильев А.Э., Лебедев А.А.* // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2015. № 3. С. 22. (*Kozlovski V.V., Vasil'ev A.E., Lebedev A.A.* // J. Surf. Invest.: X-ray, Synchrotron Neutron Tech. 2015. V. 9. № 2. P. 231.) <https://doi.org/10.1134/S102745101502012310> <https://doi.org/10.1134/S1027451015030129>
8. *Castaldini A., Cavallini A., Rigutti L., Filippo N.* // Appl. Phys. Lett. 2004. V. 85. P. 3780. <https://doi.org/10.1063/1.1812590>
9. *Lebedev A.A., Veinger A.I., Davydov D.V. et al.* // Semiconductors. 2000. V. 34. № 8. P. 861. <https://doi.org/10.1134/1.1188089>
10. *Hazdra P., Popelka S.* // IET Power Electronics. 2019. V. 12. № 15. P. 3910. <https://doi.org/10.1049/iet-pel.2019.0049>
11. *Козловский В.В., Васильев А.Э., Емцев В.В., Оганесян Г.А., Лебедев А.А.* // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2019. № 12. С. 20. (*Kozlovski V.V., Vasil'ev A.E., Emtsev V.V., Oganessian G.A., Lebedev A.A.* // J. Surf. Invest.: X-Ray, Synchrotron Neutron Tech. 2019. V. 13. № 6. P. 1155. <https://doi.org/10.1134/S1027451019060387> <https://doi.org/10.1134/S1028096019120173>
12. *Li H., Liu Ch., Zhang Y. et al.* // Semicond. Sci. Technol. 2019. V. 34. P. 095010. <https://doi.org/10.1088/1361-6641/ab33c4>
13. <http://cree.com/>.
14. *Zakharenkov L.F., Kozlovski V.V., Shustrov B.A.* // Phys. Status Solidi. A. 1990. V. 117. № 1. P. 85. <https://doi.org/10.1002/pssa.2211170107>
15. *Davydov D.V., Lebedev A.A., Kozlovski V.V. et al.* // Physica B. Condensed Materials. 2001. V. 308. P. 641. [https://doi.org/10.1016/S0921-4526\(01\)00775-X](https://doi.org/10.1016/S0921-4526(01)00775-X)

16. *Kozlovski V.V., Lebedev A.A., Bogdanova E.V.* // J. Appl. Phys. 2015. V. 117. P. 155702.  
<https://doi.org/10.1063/1.4918607>
17. *Lehmann Ch.* Interaction of radiation with solids and elementary defect production. Amsterdam: North-Holland, 1977. 341 p.
18. *Козловский В.В., Корольков О., Давыдовская К.С. и др.* // Письма в ЖТФ. 2020. Т. 46. В. 6. С. 35.  
<https://doi.org/10.21883/PJTF.2020.06.49163.18072>
19. *Iwamoto N., Svensson B.G.* Point Defects in Silicon Carbide. Chapter Ten In: Defects in Semiconductors Ed. Romano L., Privitera V. and Jagadish Ch. (Ser. Semiconductors and Semimetals. V. 91). Elsevier, 2015. P.369
20. *Kaneko H., Kimoto T.* // Appl. Phys. Lett. 2011. V. 98. P. 262106.  
<https://doi.org/10.1063/1.3604795>
21. *Danno K., Kimoto T.* // J. Appl. Phys. 2006. V. 100. P. 113728.  
<https://doi.org/10.1063/1.2401658>
22. *Weidner M., Frank T., Pensl G., Kawasuso A., Itoh H., Krause-Rehberg R.* // Physica. 2001. V. 308–310. P. 633.
23. *Hazdra P., Vobecky J.* // Phys. Status. Solidi. A. 2019. V. 216. P. 1900312.  
<https://doi.org/10.1002/pssa.201900312>

## The Role of Low-Temperature Annealing in Modification of Silicon Carbide by Beams of Charged Particles

V. V. Kozlovski<sup>1,\*</sup>, A. E. Vasil'ev<sup>1,\*\*</sup>, A. A. Lebedev<sup>2,\*\*\*</sup>

<sup>1</sup>*Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University, St. Petersburg, 195251 Russia*

<sup>2</sup>*Ioffe Institute, St. Petersburg, 194021 Russia*

\**e-mail: kozlovski@physics.spbstu.ru*

\*\**e-mail: electronych@mail.ru*

\*\*\**e-mail: shura.lebe@mail.ioffe.ru*

The effects of low-temperature annealing on the capacitance-voltage and current-voltage characteristics of silicon carbide-based semiconductor devices irradiated with 0.9 MeV electrons and 15 MeV protons are studied. Commercial high-voltage (blocking voltage of 1700 V) integrated 4H-SiC Schottky diodes were used. For the first time, it was found that for both types of irradiation used, in *n*-SiC introduced not only thermally stable well-known radiation defects Z1/Z2 and EH6/7, which compensate electrical conductivity of *n*-SiC. But the second group of radiation defects, which also creates deep levels in the band gap of the semiconductor, but annealed at relatively low (400°C) temperatures.

**Keywords:** proton and electron irradiation, radiation defect, electron fluence, silicon carbide, irradiation dose, isochronous annealing.