Annuaire de l'Université de Sofia "St. Kliment Ohridski", Faculté de Physique, 97, 2004

ИЗСЛЕДВАНЕ ТВЪРДОСТТА НА СИЛИЦИЕВ КАРБИД

МАКОТО САСАКИ*, СТАНИСЛАВ ЛИЛОВ, ШИГЕХИРО НИШИНО*

Катедра "Физика на полупроводниците"

**Катедра "Електроника и информационни науки", Факултет по инженерство и дизайн, Технологичен институт, Киото, Япония*

Макато Сасаки, Станислав Лилов, Шигеро Нишино. ИЗСЛЕДВАНЕ ТВЪРДОСТТА НА СИЛИЦИЕВ КАРБИД

Изследвана е твърдостта на силициевия карбид (SiC) при различни условия (ориентация, полярност на плоскостта и политипа на SiC пластини). Показано е, че няма голямо влияние на дефектите и степента на легиране върху твърдостта. В случая на 6H-SiC(0001) плоскостта твърдостта се влияе силно от полярността на пластината–подложка. Тази тенденция се наблюдава само за политип 6H-SiC, но не и за 4H-SiC. Установено е, че върху плоскостта $(11\bar{2}0)$ на 6H-SiC съществува анизотропия на твърдостта от направлението.

Makato Sasaki, Stanislav Lilov, Shigero Nishino. INVESTIGATION OF THE HARDNESS OF SILICON CARBIDE

The Vickers hardness of silicon carbide (SiC) at different conditions (orientation , face polarity and polytype of SiC wafers) has been investigated. It is shown that there are no large influences by doping and defect existence. In the case of 6H-SiC(0001) plane the hardness is largely influenced by the polarity of the substrate. This tendency exists only for 6H-SiC but not for 4H-SiC. On the $(11\bar{2}0)$ plane of 6H-SiC it is established an anisotropic of hardness by the direction.

Key words: silicon carbide, monocrystals, hardness, growth, sublimation
PACS number: 62.20.Qp

1. ВЪВЕДЕНИЕ

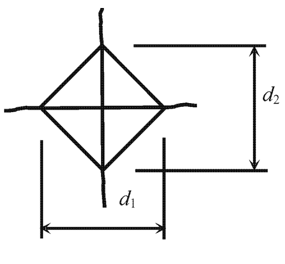
Силициевият карбид (SiC) е един от най-переспективните полупроводникови материали за създаване на уреди за високотемпературната, силовата и високочестотната електроника [1–3] поради голямата ширина на забранената му зона и благоприятното съчетаване на неговите механични, оптични и електрични свойства. Въпреки значителния прогрес, постигнат през последните години [4, 5], обаче, съществуват много проблеми, които трябва да бъдат решени, за да се получи висококачествен материал с възпроизводими свойства за апаратурни приложения. Предвид на това предлаганите в настоящия момент обемни монокристали и епитаксиални слоеве притежават редица кристалографски дефекти, като например включвания от различни политипи, микропори, малоъглови граници, дислокационни мрежи и др. Присъствието на тези дефекти ограничава в значителна степен широкомащабното производство на SiC уреди. Проблемите, свързани с намаляване на дефектите в пластините, получавани от израстваните обемни монокристали, както и увеличаване на техния размер, се изследват отдавна и особено интензивно през последните години. Това води постепенно до тяхното успешно решаване. С подобряване на структурното съвършенство на пластините особено важен става проблемът за състоянието на тяхната повърхност. Това е обусловено от факта, че поради високата твърдост на SiC нарязването на монокристалния слитък от този материал на пластини и тяхното шлифоване и полиране е трудно. Получаването на максимално гладка повърхност на пластините е от съществено значение особено при израстване върху тях на слоеве чрез химично отлагане от газова фаза, тъй като възникналите при полиране на пластините нарушения оказват значително влияние върху кристалното съвършенство на израстваните слоеве. Това налага провеждането на изследвания за намиране на подходящи условия за полиране на полупроводниковите SiC пластини с цел получаване на съвършено гладка повърхност. В настоящата работа са приведени и обсъдени данни от измерване твърдостта по Викерс на SiC пластинки с различна кристалографска ориентация, политипна модификация и степен на легиране с примеси.

2. ЕКСПЕРИМЕНТ

Експерименталните резултати са получени на апаратура за измерване на твърдост по Викерс. Като индентор се използва диамантена пирамида с ъгъл при върха $\theta = 136°$. Твърдостта по Викерс се определя по формулата

$$H_{\mathrm{v}} = 2\frac{p}{d^2}\sin\frac{\theta}{2} = 1{,}85437\frac{p}{d^2}, \tag{1}$$

където p е натоварването [kgw], d – диагоналът на вдлъбнатината на отпечатъка, получен при индентирането (фиг. 1)



Фиг. 1.

При всички измервания е прилагано натоварване от 1 kgw за време 15 s. За всеки образец са правени измервания в 5 точки, данните от които са усреднявани. Едновременно са отбелязвани минималните и максималните стойности на твърдостта. Измерваните образци са пластини от: нелегиран 6H-SiC(0001); легиран с азот 6H-SiC(0001); легиран с азот 4H-SiC(0001) и легиран с азот 6H-SiC $(11\bar{2}0)$. Пластините са отрязвани от монокристални слитъци на SiC, които са израствани върху подложки от 6H-SiC или 4H-SiC в направление $\langle 0001 \rangle$ чрез сублимационен метод [6].

Дебелината на образците е 1 mm. За пластините с ориентация (0001) местата за измерване са в центъра им. Пластините с ориентация$(11\bar{2}0)$ не са кръгли като тези с ориентация (0001), тъй като са изрязвани успоредно на направлението на израстване. По тази причина мястото на измерване е малко над центъра на пластината в посока на израстването.

3. РЕЗУЛТАТИ И ОБСЪЖДАНЕ

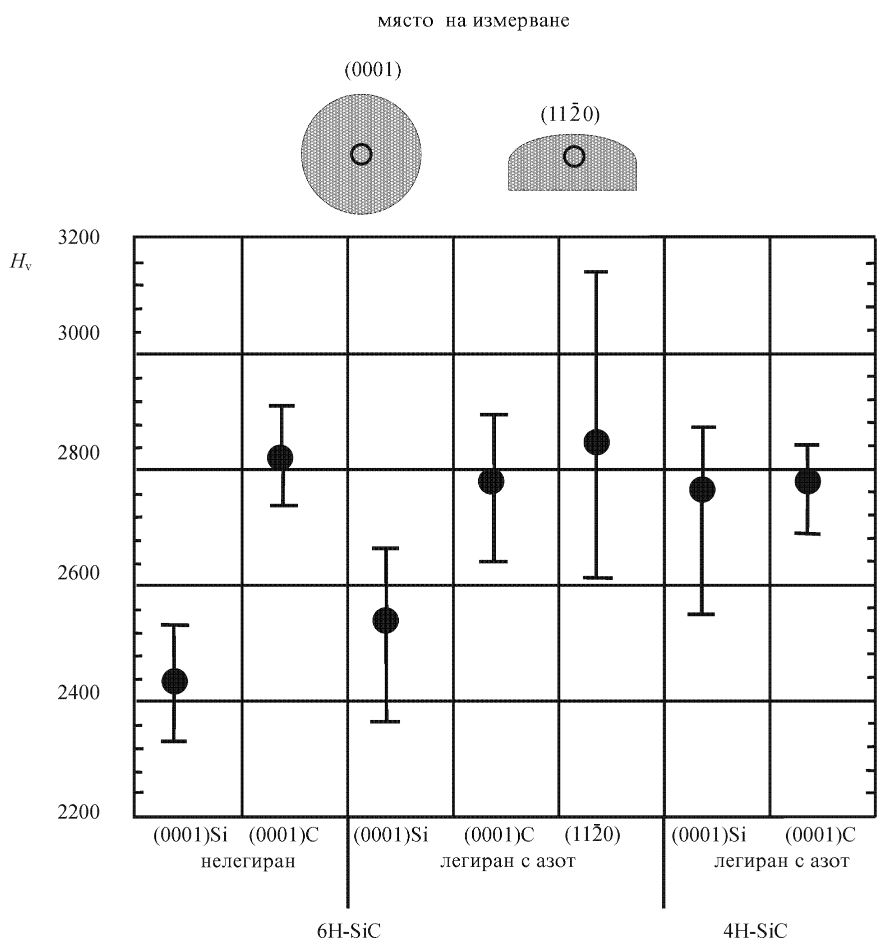
Данните от измерванията на твърдостта (средни, максимални и минимални стойности) са представени в табл. 1 и фиг. 2. От тези резултати се вижда, че докато за 6H-SiC се наблюдава видима разлика в твърдостите за плоскостите (0001)Si и (0001)C, за 4H-SiC няма голяма разлика в твърдостите за тези кристалографски плоскости. Легирането с азот влияе малко върху твърдостта. Така например, докато за твърдостта на плоскостта (0001)Si на 6H-SiC се наблюдава известно слабо влияние на легирането с азот, за плоскостта (0001)C такова влияние не е намерено. За 6H-SiC(N) средната твърдост за плоскостта $(11\bar{2}0)$ не се различава много от тази за плоскостта (0001)C.

В табл. 2 са показани разликите в диагоналите на вдлъбнатия отпечатък след индентиране при натоварване. Докато за плоскостта (0001) двата диагонала са почти еднакви, за плоскостта $(11\bar{2}0)$ разликата в тези диагонали е повече от 1 μm. В случая на плоскостта $(11\bar{2}0)$ твърдостта в направленията $\langle 0001 \rangle$ и $\langle 1\bar{1}00 \rangle$ е различна. В [7] се съобщава също за влияние на различните ориентации върху твърдостта на SiC.

Механизмът на тези явления при измерване твърдостта върху плоскостите (0001) и $(11\bar{2}0)$ е показан схематично съответно на фиг. 3 и 4. Кристалната решетка се отмества от индентора, но направленията на врязващите се плоскости на индентора се различават от това на неговата основа. Диагоналът на получения вдлъбнат отпечатък става техен интерфейс. Интерфейсът

Таблица 1

Политип	Степен на легиране	Кристалографска плоскост	Минимум	Максимум	Средно
6H-SiC	нелегиран	(0001)Si	2324	2534	2446,6
6H-SiC	нелегиран	(0001)C	2733	2920	2817,8
6H-SiC	легиран с N	(0001)Si	2365	2671	2543,2
6H-SiC	легиран с N	(0001)C	2641	2897	2777,0
6H-SiC	легиран с N	$(11\bar{2}0)$	2612	3153	2861,9
4H-SiC	легиран с N	(0001)Si	2553	2874	2772,4
4H-SiC	легиран с N	(0001)C	2691	2841	2789,0

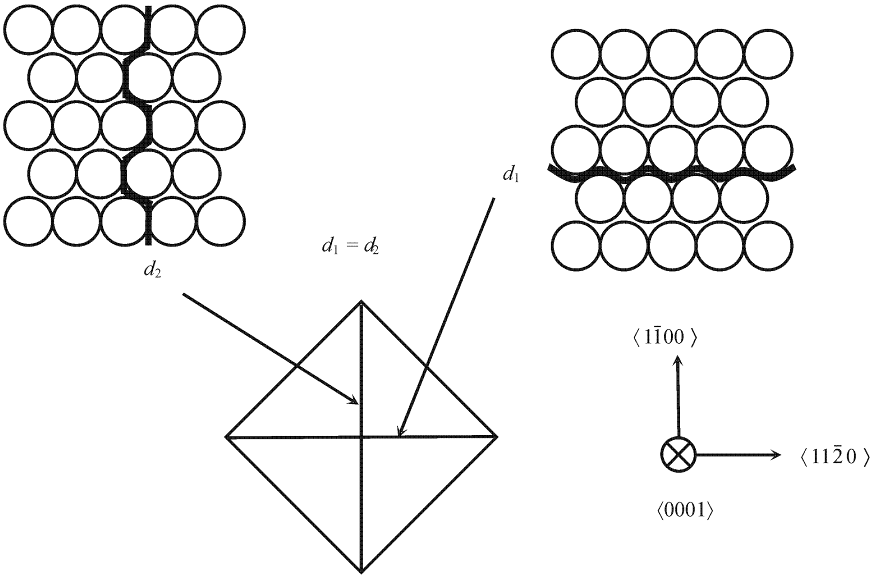


Фиг. 2

Таблица 2

Политип	Плоскост	$\lvert d_1 - d_2 \rvert$, μm
6H-SiC(N)	(0001)	0,6
6H-SiC(N)	(11$\bar{2}$0)	1,1

на врязващото се (индентиращо) направление за плоскостта (0001) е показан на фиг. 3. Кристалните връзки се разединяват по протежение на зигзагообразната дебела линия. За двете диагонални направления тези зигзагообразни дебели линии имат почти еднаква дължина. Тъй като зигзагообразната линия



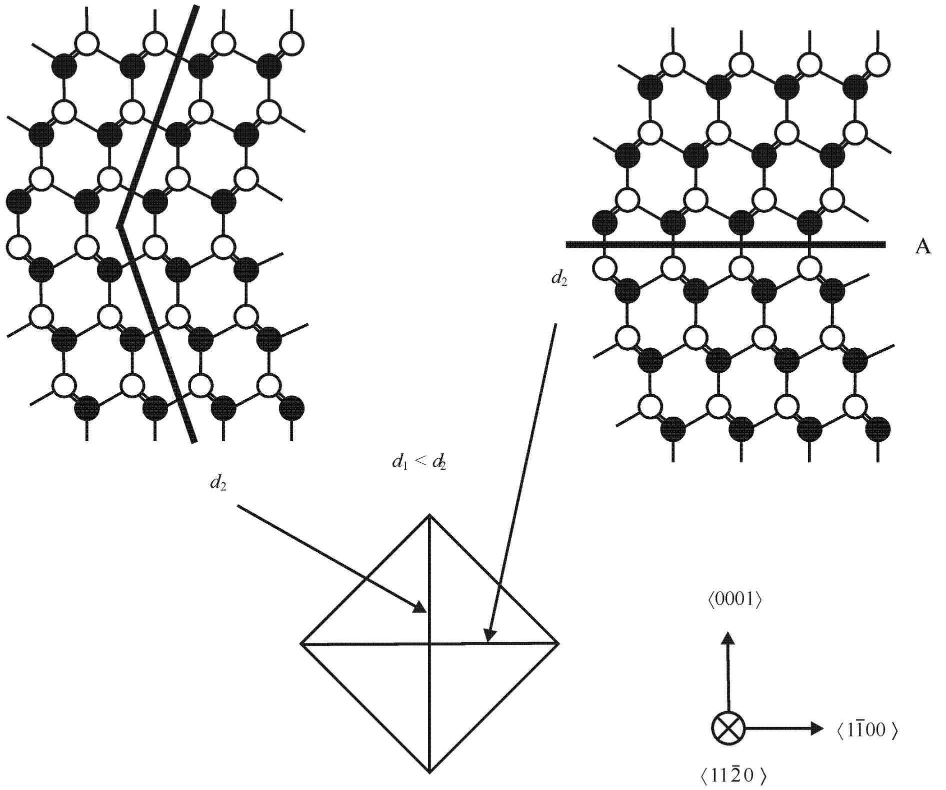
Фиг. 3

е станала основа на интерфейсната линия, то интефейсните линии са с една и съща дължина.

Върху плоскостта $(11\bar{2}0)$ докато по направлението $\langle 1\bar{1}00\rangle$ се избира лесно само една линия по връзките от вида A, по направлението $\langle 0001\rangle$ не може да се подбере само една такава линия. По такъв начин кристалните връзки се разединяват по протежение на зигзагообразната дебела линия, както е показано на фиг. 4. Тъй като тази зигзагообразна линия е станала основа на интерфейсната линия, то дължината на интерфейсната линия d_2 е по-голяма от тази на d_1.

От този механизъм следва, че твърдостта върху плоскостта $(11\bar{2}0)$ е различна в направленията $\langle 1\bar{1}00\rangle$ и $\langle 0001\rangle$. На това се дължи и голямото отклонение в твърдостта, измерена върху плоскостта $(11\bar{2}0)$, както се вижда от фиг. 2.

Фиг. 5. и табл. 3 показват резултатите от измерване твърдостта по Викерс върху плоскостта (0001)Si на нелегиран 6H-SiC в зависимост от мястото на измерването. Местата на измерване са центърът на пластината (област A) и периферните области в направления $\langle 11\bar{2}0\rangle$ и $\langle 1\bar{1}00\rangle$ от центъра (съответно B и C области). От тези резултати се вижда, че твърдостта има най-високи числени стойности за областта B. За областта C средната стойност на твърдостта е почти същата както за областта A, въпреки, че за нея е получена висока стойност от над 2600. В периферната област има много дефекти, съществуването на които означава, че в тази област се е освободило напрежение. Може да се предположи, че това освобождаване на напрежението влияе върху числената



Фиг. 4

стойност на твърдостта. Влиянието обаче на дефектите върху твърдостта не е толкова голямо.

Интересно би било да се намери връзката между твърдостта и полирането. Полирането на пластини от SiC е доста трудно, тъй като SiC е много твърд материал. Въпреки, че съществуват няколко техники за полиране, физическото полиране с използването на диамантен прах се прилага най-често, в резултат на което повърхността на SiC пластини има много наранявания, причинени от надраскванията. В [8] е установена следната връзка между твърдостта по Викерс (H_{v}) и Моос (M):

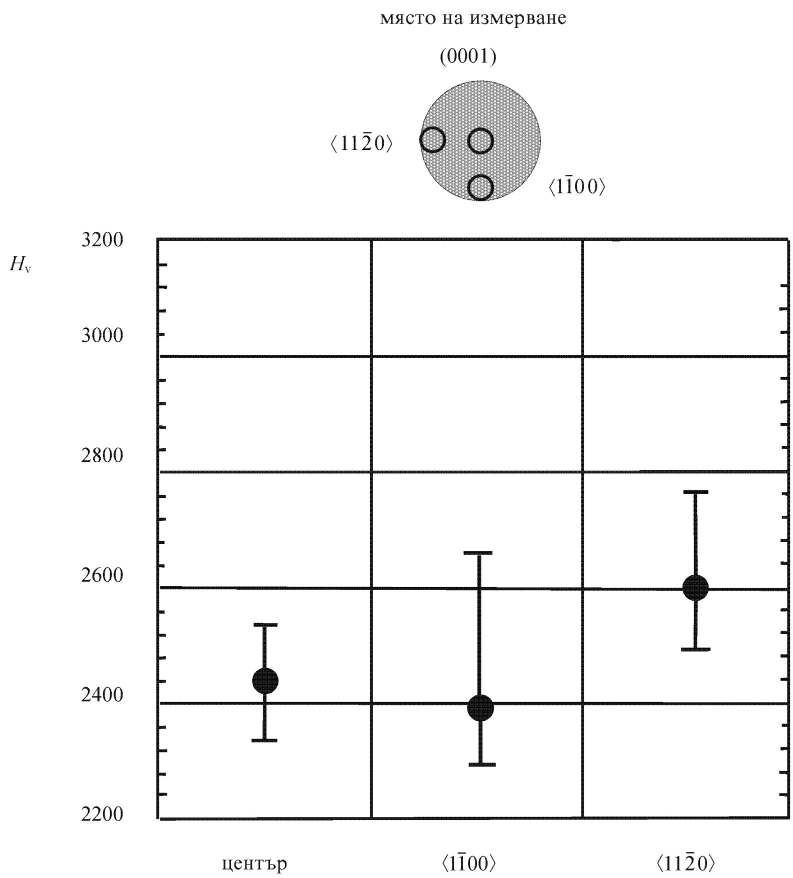
$$H_{\mathrm{v}} = k(1{,}6)^{M} \tag{2}$$

където k е константа

Съгласно (2), получените и представените по-горе резултати за твърдостта по Викерс показват, че твърдостта по Моос трябва да има най-малка стойност за повърхността (0001)Si на пластини 6H-SiC. Оттук следва, че тази плоскост може да се надраска най-лесно, като нараняванията, причинени от над-

Таблица 3

Място на измерване	Минимум	Максимум	Средно
център	2324	2534	2446,6
край $\langle 1\bar{1}00\rangle$	2291	2661	2395,5
край $\langle 11\bar{2}0\rangle$	2488	2775	2599,8



Фиг. 5

раскването, ще бъдат най-дълбоки. Така че ако се използва диамантен прах като абразивен материал при полирането, плоскостта 6H-SiC(0001)Si е тази, където най-лесно ще остават наранявания (драскотини). Въпреки че причините за разликата между плоскостите (0001)Si и (0001)C не са все още напълно разбрани, то могат да бъдат предположени няколко такива източника. Така например, кохезионната (свързваща, сцепваща) енергия може да бъде един от тях. В [9] се съобщава, че "обемната структурна енергия" (U/V) е почти пропорционална на твърдостта по Моос (където U е кохезионната или "решетъчната" енергия, а V е молекулния обем). Тъй като твърдостта по Моос е също така пропорционална на твърдостта по Викерс, то оттук следва, че ако U/V се изменя, то и твърдостта по Викерс също се мени. Може да се направи извода, че съществува възможност кохезионната енергия на плоскостта 6H-SiC(0001)Si да е по-малка от тази на плоскостта 6H-SiC(0001)C. Не трябва да се изключва от разглеждане на този въпрос и влиянието на слоя, втвърдяващ се в процеса на полиране, но тъй като при процеса на финишното полиране е използван диамантен прах с диаметър от няколко μm, то дебелината на този слой е само няколко μm, поради което е трудно да се разглежда и отчита неговото влияние. Разликата между плоскостите (0001)Si и (0001)C се проявява не само в тяхната твърдост, но и в различните им скорости на окисляване и ецване в разтопена калиева основа.

ЛИТЕРАТУРА

1. Bhatnagar, M., B. J. Baliga. *IEEE Tr. on El. Dev.*, **40**, 1993, 645.
2. Baliga, B. J. *Proc. IEEE*, **82**, 1994, 1112.
3. Trew, R. J., J. B. Yan, P. M. Mock. *Proc. IEEE*, **79**, 1991, 598.
4. *Silicon Carbide and Related Materials*, Eds. S. Yoshida, S. Nishino, H. Harima, T. Kimoto, Materials Science Forum, vols **389–393**, 2002.
5. *Silicon Carbide and Related Materials – 2002*, Eds. P. Bergman, E. Janzen, Materials Science Forum, vols **433–436**, 2003.
6. Tairov, Yu. M., V. F. Tsvetkov. *J. Crystal Growth*, **43**, 1978, 209.
7. Shaffer, P. T. B. *J. Am. Ceram. Soc.*, **47**, 1964, 466.
8. Tabor, D. *Proc. Phys . Soc.*, **67 B**, 1954, 249.
9. Prendl, J. N., P. J. Gielisse. *Zeits furKristallographie*, **118**, 1963, 40.

Станислав Лилов
Софийски университет "Св. Кл. Охридски"
Физически факултет
Катедра "Физика на полупроводниците"
Бул. "Джеймс Баучер" 5
1164 София, България
E-mail: lilovsk@phys.uni-sofia.bg

Постъпила май 2004