

УДК 538.971

## Исследование структурных неоднородностей карбида кремния методом малоуглового рентгеновского рассеяния

М. В. Логунов, В. А. Неверов, Б. Ф. Мамин

*Методом малоуглового рентгеновского рассеяния исследована наноструктура кристаллов карбида кремния. Детальный анализ индикатрис рассеяния позволил установить наличие структурных неоднородностей в виде точечных дефектов, линейных и объемных фракталов. Характерной особенностью кристаллов является отсутствие фрактальных поверхностей раздела рассеивающих образований и агрегатов.*

PACS: 61.72. Dd + 61.72. ur

*Ключевые слова:* карбид кремния, малоугловое рассеяние, фрактальная размерность, структурные неоднородности.

### Введение

Существенный прогресс технологий получения кристаллов карбида кремния SiC, разработка новых полупроводниковых приборов на его основе, совершенствование методов контроля качества подложек постоянно стимулируют исследования их тонкой структуры наноразмерного уровня. Известно, что в процессе роста кристаллов SiC [1] может происходить спонтанное зарождение и рост большого числа мелкомасштабных кристаллов, отрицательно влияющих на качество конечных объемных кристаллов большого диаметра. При выращивании кристаллов методом сублимации возможен рост зародышей со случайной ориентацией, что приводит к образованию мелких кристаллов неконтролируемых полиморфов, планарных дефектов, дислокаций, нескольких видов точечных дефектов [2]. Линейные масштабы указанных неоднородностей составляют единицы—десятки микрометров.

Для исследования структурных неоднородностей наноразмерных масштабов нами использован метод малоуглового рентгеновского рассеяния (МУРР) [3], который позволяет получить ряд данных, относящихся к локальным областям образца [4]. Например, представляется возможность оценки размеров нанобъектов, а именно: отдельных частиц, пор, зерен, кластеров, входящих в состав

материала, их структурных характеристик, параметров рассеивающих поверхностей, в том числе и фрактальные размерности поверхностных и массовых фракталов.

### Эксперимент и обсуждение результатов

В качестве объектов исследований были выбраны образцы кристаллов SiC, полученные в разное время методом сублимации. Предварительные исследования кристаллографических характеристик проведены методами рентгеноструктурного анализа и позволили зафиксировать их принадлежность к полиморфу 6H. Экспериментальный материал в виде кривых МУРР получен на малоугловом дифрактометре Hecus S3–MICRO. В качестве координаты рассеяния использовалась величина модуля вектора рассеяния  $s = 4\pi \sin\theta/\lambda$ , где  $2\theta$  — угол рассеяния,  $\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$  — длина волны используемого излучения. Интенсивности рассеяния регистрировались в диапазоне значений  $s$  от 0,007 до  $0,600 \text{ \AA}^{-1}$ , что, в принципе, позволяет исследовать неоднородности с линейными размерами  $L \sim 2\pi/s$  в пределах 1—90 нм.

На рис. 1 в полулогарифмических координатах представлены фрагменты экспериментальных кривых МУРР: зависимости интенсивности рассеяния от модуля вектора рассеяния для обоих образцов. На этих кривых выделяется участок быстрого спада интенсивности  $I(s)$  при значениях  $s < 0,012 \text{ \AA}^{-1}$  и протяженный участок относительно медленного спада интенсивности при  $s > 0,012 \text{ \AA}^{-1}$ . При этом кривые МУРР симметричны, а интенсивности рассеяния образцов различаются незначительно. Известно [3], что такое поведение кривых рассеяния может свидетельствовать о наличии в кристаллах SiC структурных неоднородностей разных линейных масштабов. При этом неодно-

Логунов Михаил Владимирович, профессор, зав. кафедрой.

Неверов Вячеслав Александрович, доцент.

Мамин Бари Фятыхович, доцент.

Мордовский государственный университет им. Н. П. Огарёва.

Россия, 430000, г. Саранск, ул. Большевикская, 68.

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

Статья поступила в редакцию 16 августа 2014 г.

© Логунов М. В., Неверов В. А., Мамин Б. Ф., 2014

родности минимальных размеров дают вклад в рассеяние при больших значениях вектора рассеяния  $s$ , а крупномасштабные — при малых  $s$ . Отсутствие выраженной структуры кривых рассеяния говорит об отсутствии межчастичной интерференции, а высокие значения интенсивности рассеяния, по-видимому, обусловлены достаточно резким контрастом между электронными плотностями неоднородностей и основной матрицей рассеивающего материала.

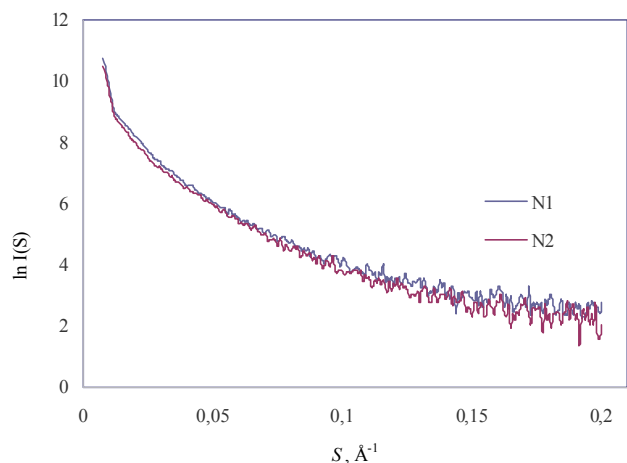


Рис. 1. Экспериментальные зависимости интенсивности малоуглового рассеяния от вектора рассеяния образцов карбида кремния

На рис. 2 показаны кривые МУРР в координатах Гинье [3]. Анализ кривых показал, что в области малых значений векторов рассеяния  $s$  (область Гинье) интенсивность рассеяния можно представить в виде

$$I(s) = I(0) \exp(-s^2 R_g^2 / 3),$$

где  $I(0)$  — значение интенсивности рассеяния, соответствующее нулевому вектору рассеяния;  $s$  — вектор рассеяния;  $R_g$  — радиус инерции рассеивающих образований. При этом, в интервале значений векторов рассеяния  $0,007 < s < < 0,010 \text{ \AA}^{-1}$  зависимости  $\ln I(s) - s^2$  линейны, углы наклона соответствующих прямых дают значения радиусов инерции  $R_g$ . Расчеты показали, что для образца SiC N1  $R_g = 25,3 \text{ нм}$ , а для N2 —  $R_g = 24,1 \text{ нм}$ . Согласно [3], метод Гинье справедлив для рассеивающих частиц сферической формы и примерно одинаковых линейных размеров. Поэтому данные неоднородности, вероятно, можно отнести к так называемым точечным дефектам [1, 2] кристаллической структуры карбида кремния.

Если структурные неоднородности исследуемого материала имеют фрактальную природу (поры, кластеры, поверхности раздела между ними), то в определенных интервалах значений модуля вектора рассеяния  $s$  может наблюдаться степенной спад кривых рассеяния  $I(s) \sim s^{-\alpha}$  с неце-

лым значением показателя степени  $\alpha < 4$  [3]. При  $\alpha = 4$  выполняется закон Порода для асимптотического поведения кривой  $I(s)$  рассеяния однородными частицами с линейными размерами  $L \sim 2\pi/s$  и гладкой поверхностью. Значения  $3 < \alpha < 4$  соответствуют спаду кривой интенсивности при рассеянии от наночастиц с фрактальной (негладкой) поверхностью, фрактальная размерность которых определяется по формуле  $D_s = 6 - \alpha$  [5]. При  $1 \leq \alpha < 3$  ход  $I(s)$  характеризует рассеяние на фрактальных кластерах, агрегатах наночастиц — массовых (объемных) фракталах с фрактальной размерностью  $D = \alpha$ .

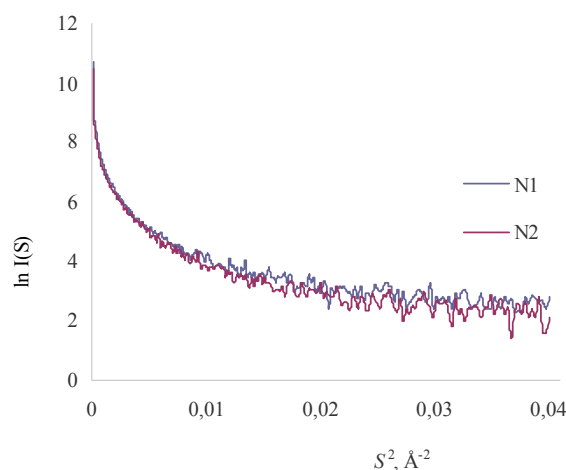


Рис. 2. Кривые малоуглового рассеяния образцов SiC в координатах  $\ln I(s) - s^2$

Определение фрактальной размерности рассеивающих неоднородностей обычно производится методом, успешно примененным, например, в [6], суть которого заключается в нахождении угла наклона соответствующего прямолинейного участка кривой рассеяния, построенной в двойных логарифмических координатах  $\ln I(s) - \ln s$ . Показатель степени  $\alpha$  зависимости  $I(s)$  находится в виде  $\alpha = \Delta \ln I(s) / \Delta \ln s$ .

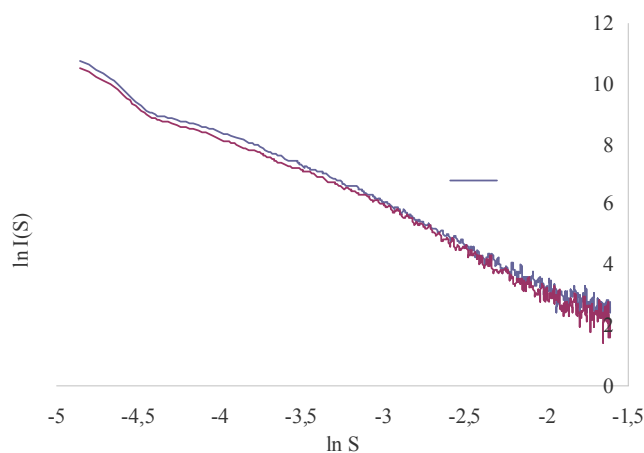


Рис. 3. Зависимости  $\ln I(s) - \ln s$  исследуемых образцов карбида кремния

На рис. 3 показаны зависимости  $I(s)$  от  $s$  в двойных логарифмических координатах для исследованных образцов SiC. В диапазоне значений векторов рассеяния  $0,013 < s < 0,070 \text{ \AA}^{-1}$ , что соответствует линейным масштабам структурных неоднородностей 50—10 нм, наблюдается фрактальный режим рассеяния рентгеновского излучения. Нами обнаружены три интервала значений  $s$  с точками кроссовера  $0,017$  и  $0,038 \text{ \AA}^{-1}$ , отвечающие за рассеяние фракталами различной природы. Результаты приведены в таблице, в которой  $\Delta s$  — диапазон значений векторов рассеяния;  $\alpha$  — параметр, определяющий степень закона спада интенсивности рассеяния;  $D$  — фрактальная размерность рассеивающих образований ( $D = \alpha$  — соответствует массовым фракталам);  $d$  — линейные масштабы рассеивающих объектов, определяемые границами интервала векторов рассеяния.

Таблица

$\Delta s, \text{ \AA}^{-1}$	Образец	$\alpha$	$D$	$d, \text{ нм}$
0,013—0,017	N1	1,39	1,39	48—37
	N2	1,56	1,56	
0,017—0,038	N1	2,21	2,21	36—17
	N2	2,11	2,11	
0,038—0,070	N1	2,80	2,80	16—9
	N2	2,71	2,71	

Первый интервал значений  $\Delta s$  соответствует рассеянию рентгеновских лучей на неоднородностях монокристаллов карбида кремния с линейными размерами 37—48 нм. Это так называемые линейные фракталы — изогнутые цепочки, состоящие из отдельных частиц (линейная цепочка имеет фрактальную размерность  $D = 1$ ) [7], которые могут представлять собой кластеры структурных неоднородностей, дефектов, пустот (трещин) нанометрового размера. Рассеивающие неоднородности масштабов 17—36 нм (интервал  $\Delta s$   $0,017—0,038 \text{ \AA}^{-1}$ ) организованы как массовые (объемные) фракталы с фрактальными размерностями  $D = 2,21$  и  $2,11$  для образцов N1 и N2, соответственно. Такого типа неоднородности имеют плотность, которая уменьшается по мере удаления от центра масс образования. Они могут ассоциироваться в более масштабные кластеры суб- и микрометровых размеров.

Следует отметить, что в области больших значений векторов рассеяния спад интенсивности рассеянного излучения не подчиняется закону По-

рода, т. е. в составе структурных неоднородностей данных кристаллов SiC отсутствуют частицы (поры, кластеры, области с отличной от матрицы электронной плотностью), имеющие сферическую форму и гладкую поверхность. Кроме того, неоднородности наноразмерного уровня не имеют фрактальных поверхностей раздела. В целом, оба образца карбида кремния имеют сходные по структуре и морфологии неоднородности нанометровых масштабов. Можно отметить, что образец N1 имеет в своем составе более «рыхлые» фрактальные агрегаты размеров 9—36 нм по сравнению с образцом N2. В то же время линейные дефекты (неоднородности) образца N1 (37—48 нм) менее изогнуты, чем аналогичные фракталы образца N2.

### Заключение

Проведенные исследования показали, что метод малоуглового рентгеновского рассеяния предоставляет возможность исследования структурных неоднородностей кристаллов карбида кремния нанометровых масштабов: точечных дефектов, линейных и объемных фрактальных агрегатов, фрактальных поверхностей раздела дефектов, дислокаций, глобулярных образований. Он может быть с успехом применен для мониторинга качества эпитаксиальных структур и подложек, получаемых из объемных кристаллов карбида кремния.

Работа выполнена в рамках и при поддержке НИР № 59/10-14 «Синтез и обработка монокристаллов карбида кремния».

### Литература

1. Агеев О. А., Беляев А. Е., Болтовец Н. С., Киселев В. С. и др. Карбид кремния: технология, свойства, применение. — Харьков: «ИСМА». 2010.
2. Khlebnikov Y. I., Drachev R. V., Rhodes C. A., et al. // Mat. Res. Soc. Symp. 2001. V. 640. P. H5.1.
3. Свергун Д. И., Фейгин Л. А. Рентгеновское и нейтронное малоугловое рассеяние. — М.: Наука, 1986.
4. Бойко М. Е., Шарков М. Д., Бойко А. М. и др. // ФТТ. 2013. Т. 55. № 10. С. 2035.
5. Сморгонская Э. А., Кютт Р. Н., Гордеев С. К. и др. // ФТТ. 2000. Т. 42. № 6. С. 1141.
6. Неверов В. А., Ницес К. Н., Селяев В. П. и др. // Прикладная физика. 2013. № 4. С. 38.
7. Василевская Т. Н., Антропова Т. В. // ФТТ. 2009. Т. 51. № 12. С. 2386.

## Investigation of structural inhomogeneity of silicon carbide by the low-angle X-ray scattering method

*M. V. Logunov, V. A. Neverov, and B. F. Mamin*

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

*Received August 16, 2014*

*The nanostructure of silicon carbide crystals was investigated by small-angle X-ray scattering method. The presence of structural inhomogeneity's in the form of point defects, linear and volumetric fractals, fractal interfaces absence of scattering formations and units was showed.*

PACS: 61.72.Dd + 61.72.up

*Keywords:* silicon carbide, small-angle scattering, the fractal dimension, the structural heterogeneity.

### References

1. O. A. Ageev, A. E. Belyaev, N. S. Boltovets, et al., *Silicon Carbide* (ISMA, Kharkov, 2010) [in Russian].
2. Y. I. Khlebnikov, R. V. Drachev, C. A. Rhodes, et al., *Mat. Res. Soc. Symp.* **640**, H5.1 (2001).
3. D. I. Svergun and L. A. Feigin, *X-ray and Neutron Low-Angular Scattering* (Nauka, Moscow, 1986) [in Russian].
4. M. E. Boiko, M. D. Sharkov, A. M. Boiko, et al., *Phys. Solid State* **55**, 2035 (2013).
5. E. A. Smorgonskaya, R. N. Kyutt, S. K. Gordeev, et al., *Phys. Solid State* **42**, 1141 (2000).
6. V. A. Neverov, K. N. Nishchev, V. P. Selyaev, et al., *Prikladnaya Fizika*, No. 4, 38 (2013).
7. T. N. Vasilevskaya and T. V. Antropova, *Phys. Solid State* **51**, 2386 (2009).