

多个具有六方结构的平面空洞连在一起，就形成了不规则形状的形貌，如图 4.15 (b) 所示，其尺寸超过 $50\mu\text{m}$ 。值得指出的是，无论是单个的六方空洞还是六方空洞的连接形状，它们相邻各边之间的夹角均为 120° ，表明这些结构均与晶体本身结构的六方对称性相关。在有些具有复杂六方形状的空洞结构的内部，可以观察到类似于晶体生长表面的台阶及其扩展，如图 4.15 所示。利用光学显微镜的透过光模式，沿晶体生长方向观察，得到平面六方空洞的形貌如图 4.16 所示。沿生长方向观察，平面六方空洞呈规则的扁平状，在洞口的左上角与微管相连，连接处呈倒漏斗状。

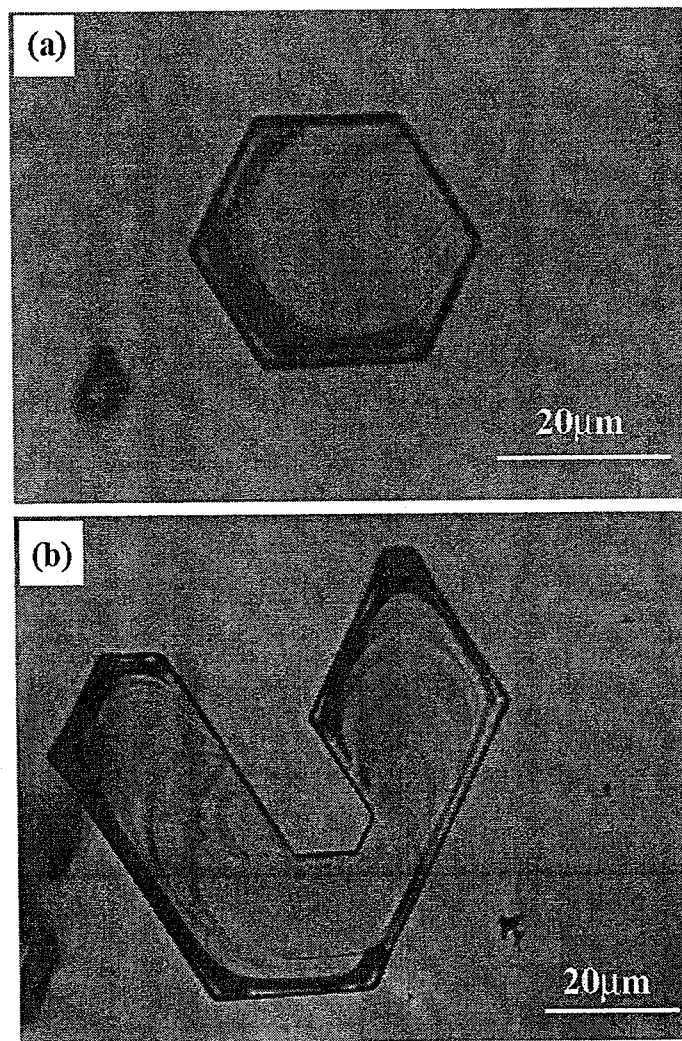


图 4.15 平面六方空洞的典型形貌
(光学显微镜的透过光模式观察，[001]晶面)

关于平面六方空洞的形成，正如绪言中所述，目前的主要观点认为它实际上是 SiC 晶体内的气体包裹物或者是籽晶和坩埚盖界面的不完全生长产生的[14，

15]。图 4.16 中所示的微管沿晶体生长方向（c 轴）扩展，但与平面六方空洞作用后，微管就停止了沿 c 轴的继续扩展。这种情况的出现，在一定程度上支持了“平面六方空洞的形成是与籽晶的背向蒸发相互关联的”这一观点。可能的生长机制如下：在晶体生长过程中，平面六方空洞内存在的晶体向籽晶方向蒸发，从而在晶体中残留了尺寸较大的水平空洞。另外，平面六方空洞底部的台阶形貌，如图 4.15 所示，表明了 SiC 晶体中存在质量输运过程。

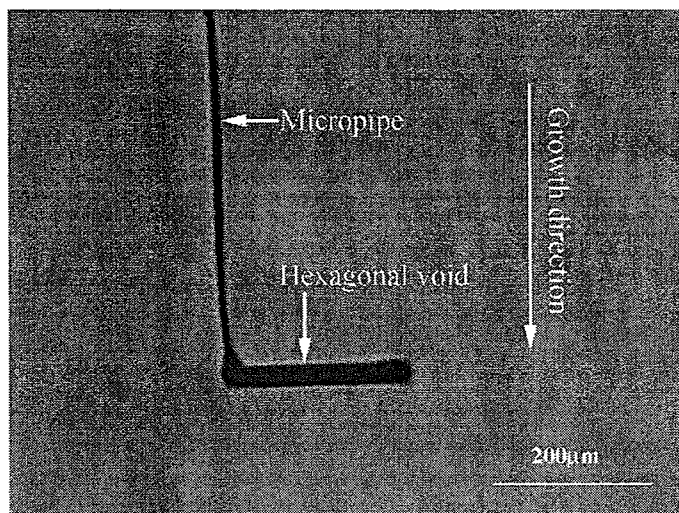


图 4.16 平面六方空洞在 c 轴的典型形貌（光学显微镜的透过光模式观察）

当平面六方空洞在被晶体所填充，那么就形成了镶嵌结构（Mosaic structure），即“负晶”，如图 4.17 中的方框所示。图 4.17 是采用偏振光的显微模式观察得到的，方框中六方结构为负晶区域，尺寸约为 130 μm。值得注意的是，这些负晶在透过光下的衬度与周围区域的晶体衬度不同。不同的衬度表明该区域的晶向与其它区域有所不同，即该区域的 c 轴与其它区域的 c 轴方向不同。

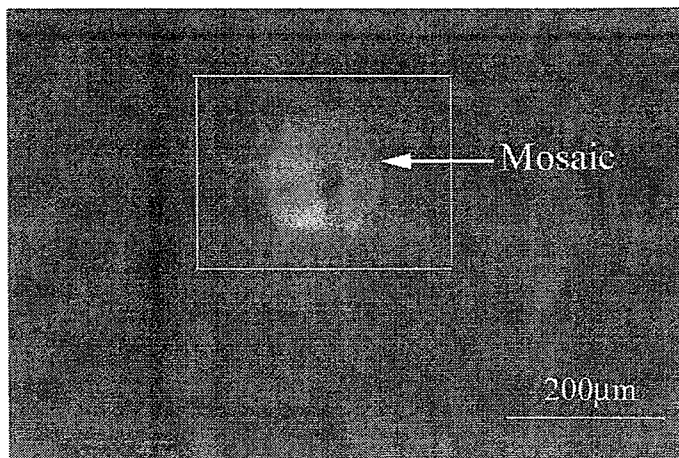


图 4.17 SiC 晶体镶嵌结构的形貌

4.5 碳化硅晶体中的层错和位错

实验中我们得到了 SiC 晶体中层错的典型形貌, 如图 4.18 所示。图 4.18 (a) 和 (b) 分别为 SiC 单晶在 $\bar{g} = (100)$ 晶面上层错缺陷的低倍 TEM 暗场像和明场像, 均呈现出明暗相间的带状形貌。图 4.19 为 SiC 单晶中位错的低倍 TEM 形貌像衍衬像。图 4.19 (a) 为位错网的明场像, 各个方向的位错交织在一起形成网状。图 4.19 (b) 中, 位错排列成“之”字形, 当多个“之”字形的位错交织在一起, 就形成了 4.19 (c) 和 (d) 中的双排或多排位错线。图 4.19 (c) 中白框内的位错形成了一个典型的位错环, 图 4.19 (d) 中的白框内的位错产生了钉扎。

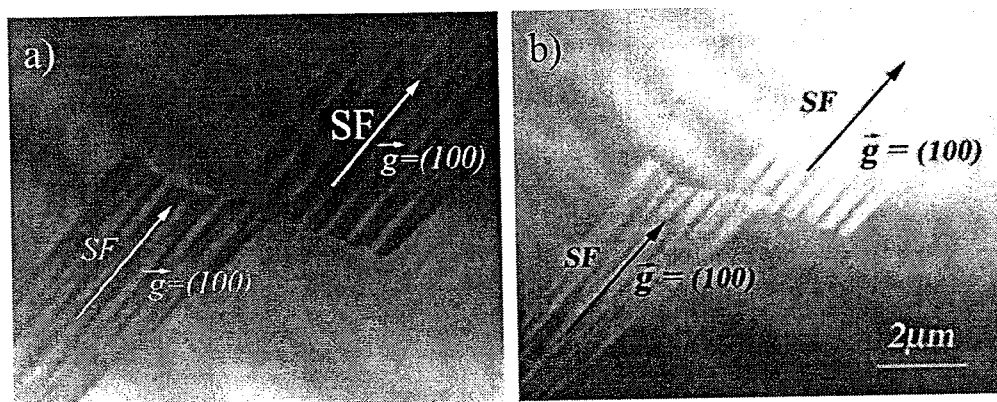


图 4.18 SiC 晶体中的层错的电镜衍衬像 (a—暗场像, b—明场像)

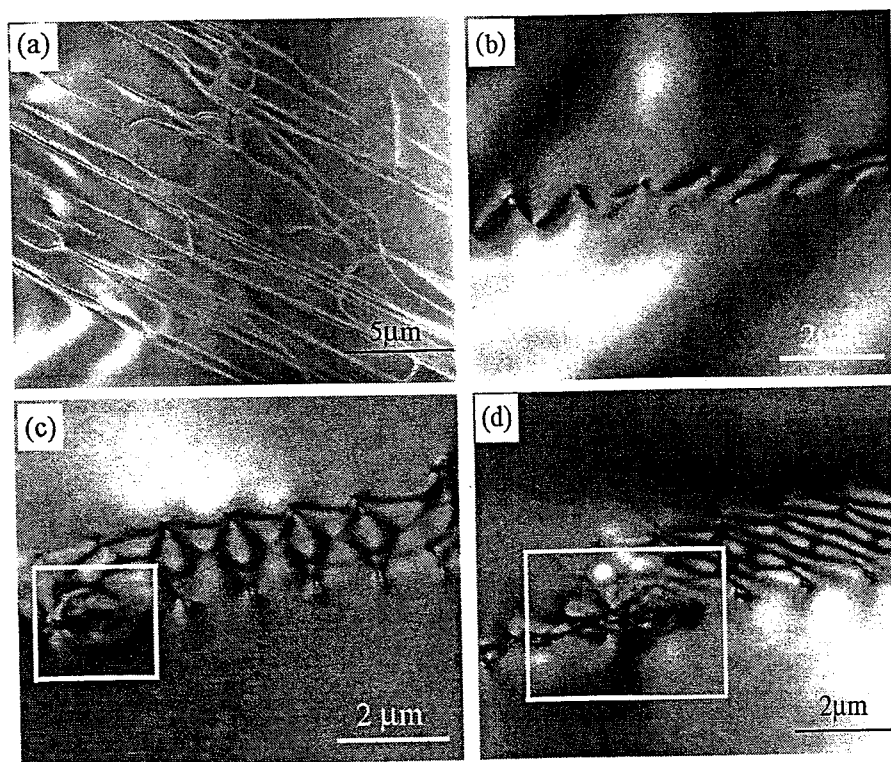


图 4.19 SiC 晶体中的位错的电镜衍衬像

4.6 本章小结

本章主要研究了SiC晶体中的包裹物、多型界面、位错、层错和平面六方空洞等缺陷。使用光学显微、SEM和EDAX分析,表征了具有枝晶状和颗粒状的硅包裹物、椭圆状的碳包裹物和具有分形结构并且含金属元素和O元素的包裹物。对碳包裹物和硅包裹物的形成原因及其在晶体生长中的控制因素进行了研究。采用拉曼光谱获得了辨别SiC晶体多型的方法。通过TEM和HRTEM分析,计算得到 $[02\bar{1}]$ 带轴4H/6H—SiC非共格多型界面的夹角为 3.25° ,该界面为小角晶界。通过分析平面六方空洞在平行和垂直于生长方向上的典型形貌,研究了该类型缺陷的形成及其在晶体生长过程中的发展。获得了在 $\bar{g} = (100)$ 上层错的典型形貌和SiC晶体在 $[001]$ 晶面上的位错网、位错环和位错钉扎的典型形貌。

参考文献

1. Drowart J, Maria G D and Inghram M G, Thermodynamic study of SiC utilizing a mass spectrometer, J. Chem. Phys., 1958 (29): 1015-1021.
2. Hofmann D, Schmitt E, Bickermann M, Kölbl M, Wellmann P J and Winnacker A, Analysis on defect generation during the SiC bulk growth process, Mater. Sci. Eng. B, 1999 (61-62): 48-53.
3. Karpov S. Y, Makarov Y N and Ramm M S, Simulation of sublimation growth of SiC single crystals, Phys. Stat. Sol. (b), 1997 (202): 201-220.
4. Vodakov Y A, Roenkov A D, Ramm M G, Mokhov E N and Makarov Y N, Use of Ta-container for sublimation growth and doping of SiC bulk crystals and epitaxial layers, Phys. Stat. Sol. B, 1997 (202): 177-200.
5. Drachev R V, Straty G D, Cherednichenko D I, Khlebnikov I I and Sudarshan T S, Liquid phase silicon at the front of crystallization during SiC PVT growth, J. Cryst. Growth, 2001 (233): 541-547.
6. Vorob'ev A N, Komissarov A E, Segal A S, Makarov Y N, Karpov S Y, Zhmakin A I and Rupp R, Modeling analysis of gas phase nucleation in silicon carbide chemical vapor deposition, Mater. Sci. Eng. B, 1999 (61-62): 176-178.

7. Rost H -J, Dolle J, Doerschel J, Siche D, Schulz D and Wollweber J, Growth related distribution of secondary phase inclusions in 6H-SiC single crystals, Mater. Sci. Forum, 2000 (353-356): 29-32.
8. Mahajan S, Origins of micropipes in SiC crystals, Appl. Phys. Lett., 2002 (80): 4321-4323.
9. Dudley M, Huang X R, Huang W, Powell A and Wang S, Neudeck P and Skowronski M, The mechanism of micropipe nucleation at inclusions in silicon carbide, Appl. Phys. Lett., 1999 (75): 784-786.
10. Aquilano D, Veessler S, Astier J P and Pastero L, Polymorphic-polytypic transition induced in crystals by interaction of spirals and 2D growth mechanisms, J. Cryst. Growth, 2003 (247): 541-550.
11. Wollweber J, Rost H -J, Schulz D and Siche D, Model for macroscopic slits in 6H- and 4H-SiC single crystal, Mater. Sci. Forum, 2002 (389-393): 63-66.
12. Ohtani N, Katsuno M, Takahashi J, Yashiro H and Kanaya M, Evolution of macrosteps on 6H-SiC (0001): impurity-induced morphological instability of step trains, Phys. Rev. B, 1999 (59): 4592-4595.
13. Epelbaum B M and Hofmann D, On the mechanisms of micropipe and macrodefect transformation in SiC during liquid phase treatment, J. Cryst. Growth, 2001 (225): 1-5.
14. Han R, Xu X, Hu X, Yu N, Wang J, Tian Y and Huang W, Development of bulk SiC single crystal grown by physical vapor transport method, Opt. Mater., 2003 (23): 415-420.
15. Tuominen M, Yakimova R, Vehanen A and Janzén E, Defect origin and development in sublimation grown SiC boules, Mater. Sci. Eng. B, 1999 (57): 228-233.

第五章 碳化硅晶体缺陷的相互作用

5.1 引言

SiC 晶体中的微管、异质包裹物、多型结构、位错、层错和平面六方空洞等缺陷，并不是在晶体生长过程中单一出现的，这些缺陷之间在晶体生长的过程中往往会交互产生并相互作用[1, 2]。本章中，我们主要讨论了 SiC 晶体中各种缺陷的相互作用，包括包裹物与微管的相互作用、多型界面与微管的相互作用、平面六方空洞与微管的相互作用以及多型界面与层错的相互作用。

5.2 碳化硅晶体中的异质包裹物与微管的相互作用

我们在第四章中已经讨论了 SiC 晶体中椭圆形的碳包裹物和枝晶状的硅包裹物的形成。实际上，在 SiC 单晶生长过程中包裹物的形成主要是由于气相中的硅碳比严重偏离 1:1 而产生的。晶体生长前沿存在的微管缺陷位置，由于具有较高的缺陷密度而易于沉积硅液滴或者碳颗粒。图 5.1 中所示为微管在扩展过程中遇到包裹物后径向尺寸发生显著增大的典型形貌。该形貌是沿晶体生长方向切割出 SiC 晶片，并将其进行双面研磨和抛光后，使用光学显微镜的透过光模式进行观察获得的。在图 5.1 (a) 中，微管在包裹物出现的位置处尺寸逐渐增大，达到最大值之后其径向尺寸又逐渐减少到之前的水平。位置 1、2 和 3 处的包裹物呈纺锤状，与微管相连接部分的尺寸无突变。然而，在图 5.1 (b) 中发现的包裹物 4，在与微管相连接的部分出现了“放肩”现象，尺寸由 $10\mu\text{m}$ 突变到了 $85\mu\text{m}$ 左右。在随后的晶体生长过程中，当包裹物被覆盖后，在晶体中原先存在的微管又继续沿生长方向扩展，与图 5.1 (a) 中的微管相似，径向尺寸也恢复到了与包裹物相互作用前的水平。对 SiC 晶片通过调节观察焦点，我们发现这些微管和包裹物的都位于晶片内部，因而无法使用电子能谱分析包裹物的具体成分。根据对 PVT 法生长 SiC 晶体的研究，认为图 5.1 中的包裹物主要成分可能是硅或者碳，但是不排除一些金属杂质元素和氮元素的存在。

图 5.1 中的微管在与包裹物作用之后，还能够继续沿原来扩展方向继续扩展。在有些情况下，微管与包裹物作用后就停止了沿 c 轴的扩展，其沿 c 轴方向的典型形貌如图 5.2 所示。这些终止了微管在生长过程中继续扩展的包裹物，典型的

形状为水滴状、平顶水滴状和箭头状，尺寸约为 $20\mu\text{m}$ 。另外，我们从图 3.12 中可以看出，微管在包裹物出现的位置还经常发生闭合和分裂的现象。

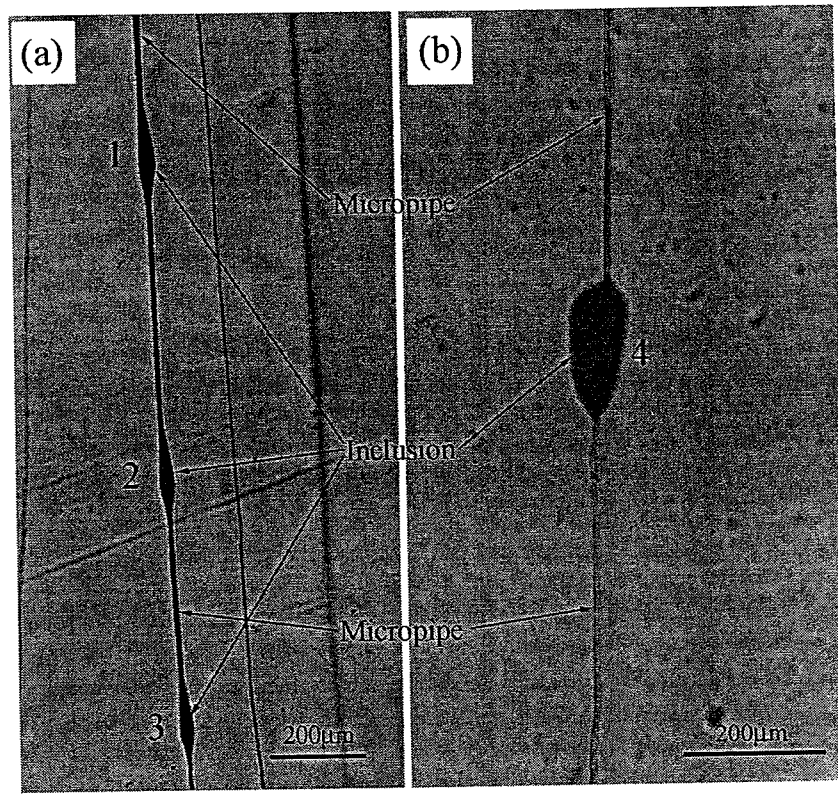
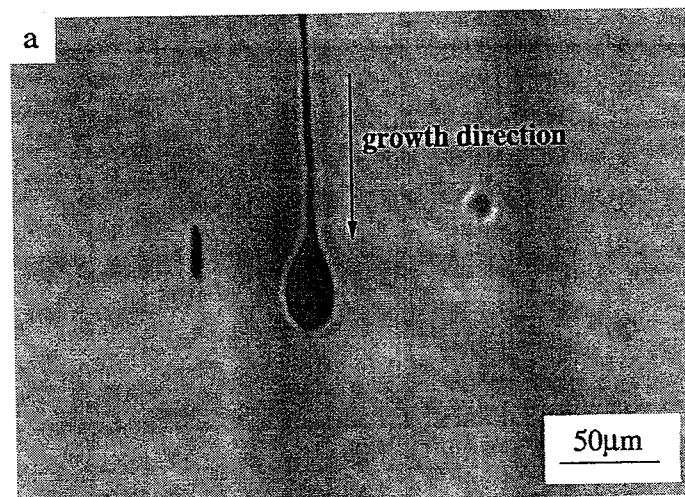


图 5.1 包裹物对微管扩展中径向尺寸的影响

Tsvetkov 等人[3]、Glass 等人[4]、Hofmann 等人[5]和 Dudley 等人[6]已经分别报道了在 SiC 单晶生长前沿形成的异质包裹物引起了微管的形成。Tuominen 等人[7]观察到了在大尺寸硅包裹物中微管露头的形貌。由于这些包裹物都在晶体内部出现，成为晶体中其它缺陷尤其是微管缺陷易于形成的来源，因此目前受到了很多研究者的关注。



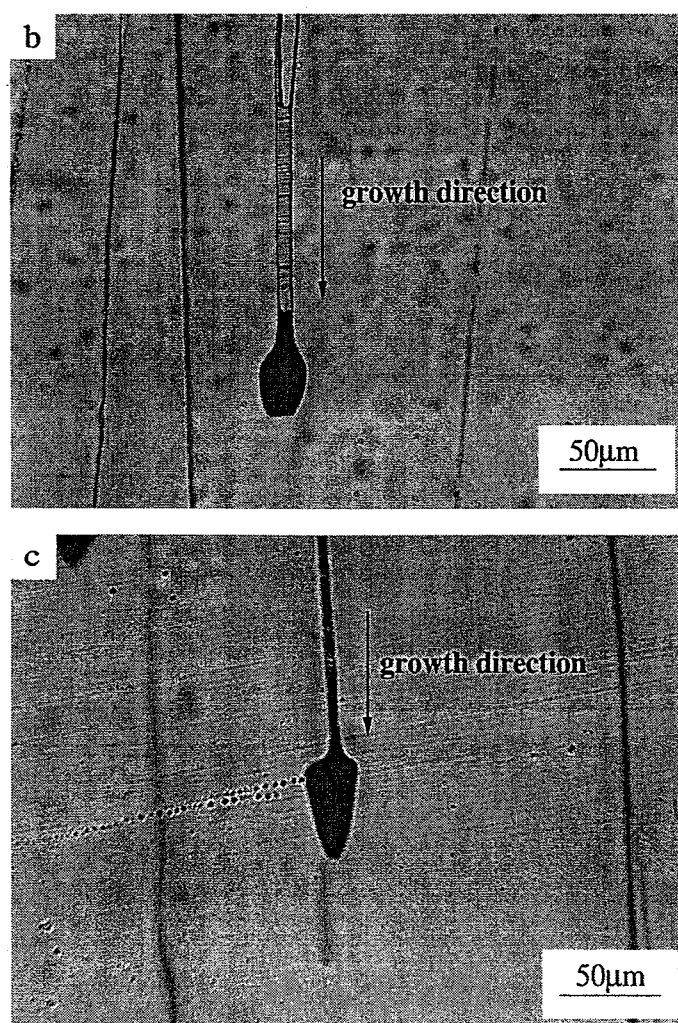


图 5.2 异质包裹物与微管的相互作用（沿 c 轴方向）

5.3 碳化硅晶体中的多型界面与微管的相互作用

SiC 晶体中多型结构的存在，必然会带来多型界面的出现。一般来说，多型结构易于在晶片的边缘区域出现，使用光学显微镜的偏振光观察，多型界面成为应力集中分布的区域。实验表明，微管可以在多型界面处停止继续扩展，也会在多型界面处形成并开始扩展，其沿 c 轴方向的典型形貌如图 5.3 所示。图 5.3 (a) 中箭头所指的 4 条微管，在 15R-SiC 和 6H-SiC 单晶的界面处被终止，并且在晶界处的微管的尺寸都有突然变大的情况发生。考虑到图中 15R/6H 界面处还形成了一些包裹物，所以可以推测，这些微管在晶界处的终止，与晶界处包裹物的形成相关。在图 5.3 (b) 中，我们可以看到，在 15R/6H-SiC 晶界处，有一条微管形成并开始沿生长方向扩展。这条微管在扩展过程中，并没有受到下方的 6H/15R-SiC 晶界的影响。

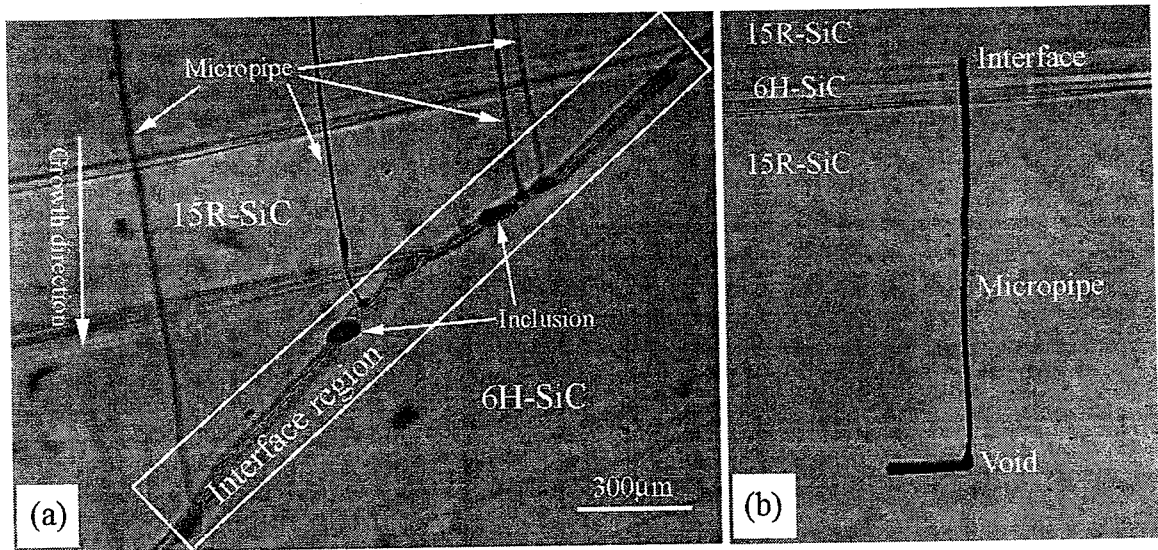


图 5.3 多型界面与微管的相互作用（沿 c 轴方向）

5.4 碳化硅晶体中的平面六方空洞与微管的相互作用

SiC 晶体中的平面六方空洞在生长过程中往往是与微管相互关联的，已经有相关研究报道了平面六方空洞会诱导微管的形成[8]，我们在实验中也观察到平面六方空洞形成后微管的形成，其沿 c 轴方向上的形貌如图 5.4 所示。图 5.4 中右上方的平面六方空洞沿晶体生长方向形成微管，微管的扩展随后即被包裹物所消除。

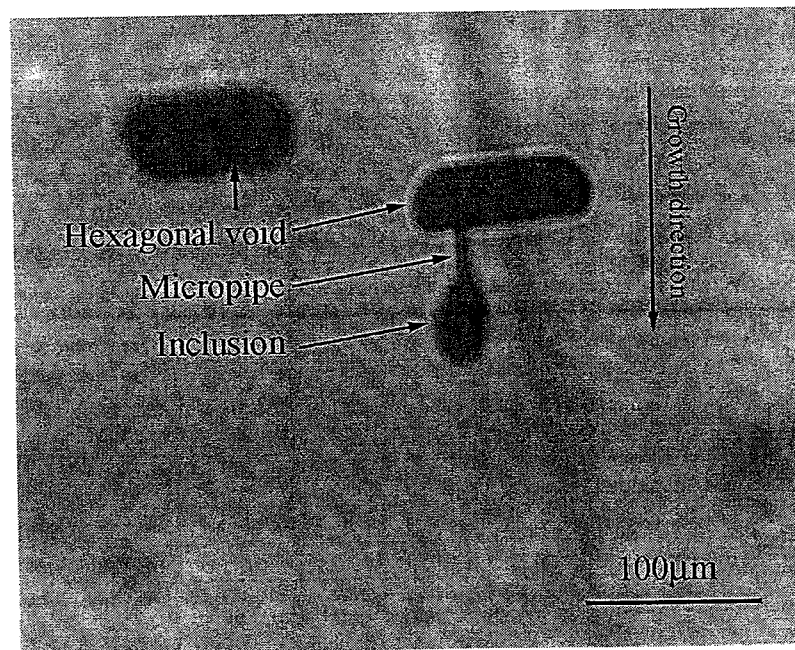


图 5.4 平面六方空洞对微管形成的诱导

（光学显微镜的透过光模式观察，沿 c 轴方向）

微管沿生长方向的扩展, 也会被平面六方空洞所终止, 如图 5.5 所示。图 5.5 (a) 和 (b) 中所示为在 $[001]$ 晶面观察到的微管和平面六方空洞相互作用的典型形貌, 使用透过显微观察对同一位置在晶体内部的不同深度聚焦得到, 微管位于平面六方空洞的中心位置附近。图 5.5 (c) 中的平面六方空洞是在 SiC 晶片的其它位置发现的, 其内部存在生长台阶形貌, 平面六方空洞的右上角为微管缺陷。图 5.5 (d) 所示为沿晶体生长方向 (c 轴方向) 观察到的微管与平面六方空洞的相互作用。图 5.5 (d) 中箭头所指的微管, 可以分别对应于图 5.5 中 (a)、(b) 和 (c) 的微管位置。需要指出的是, 图 5.5 (a)、图 5.5 (c) 和图 5.5 (d) 中的形貌分别对应于三个不同的 SiC 样品。图 5.5 (d) 中的平面六方空洞终止了三条微管沿 c 轴的扩展, 其中最左边的微管可以对应于图 5.5 (c) 中右上方的微管, 中部的两条微管可以对应图 5.5 (a) 和 (b) 中的微管。

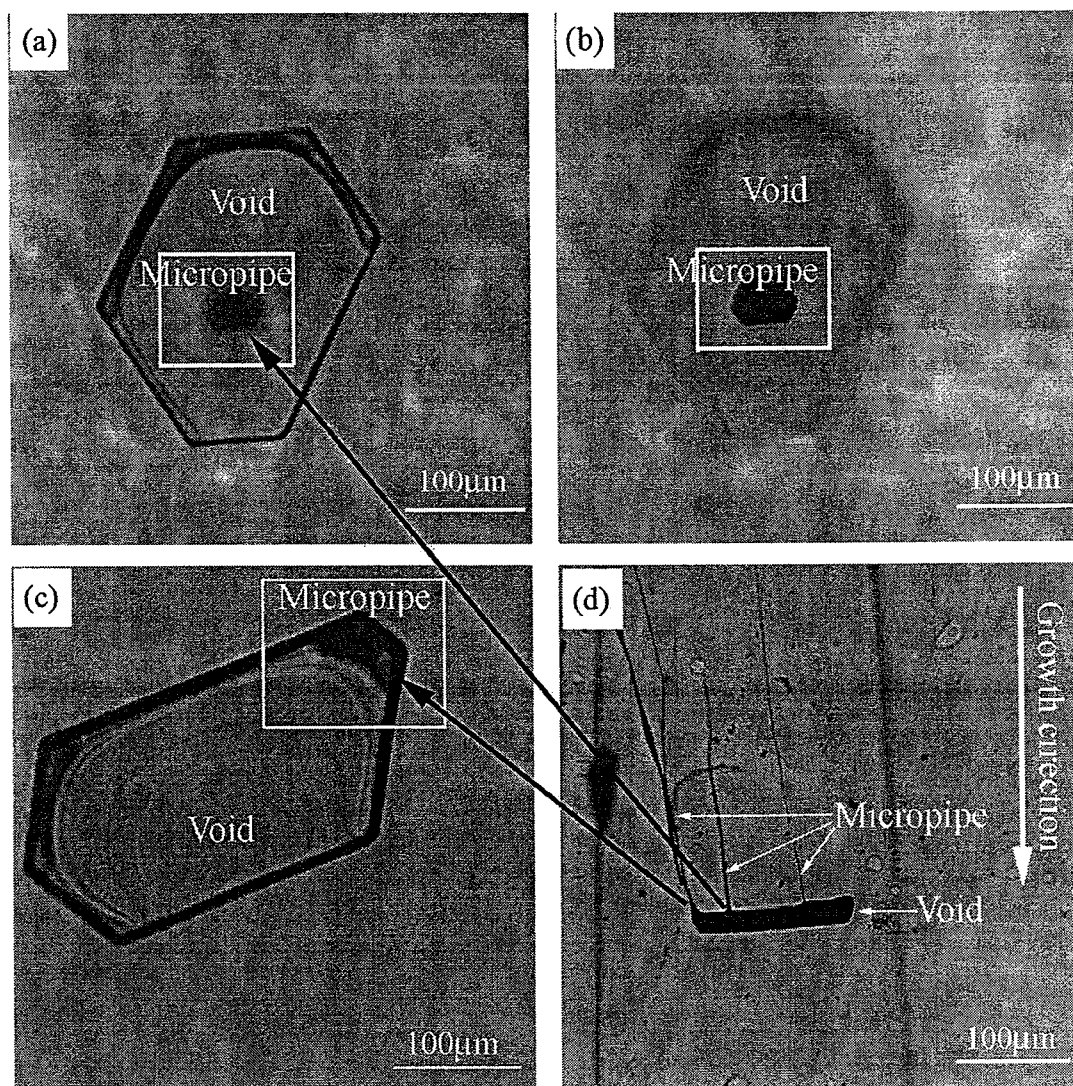


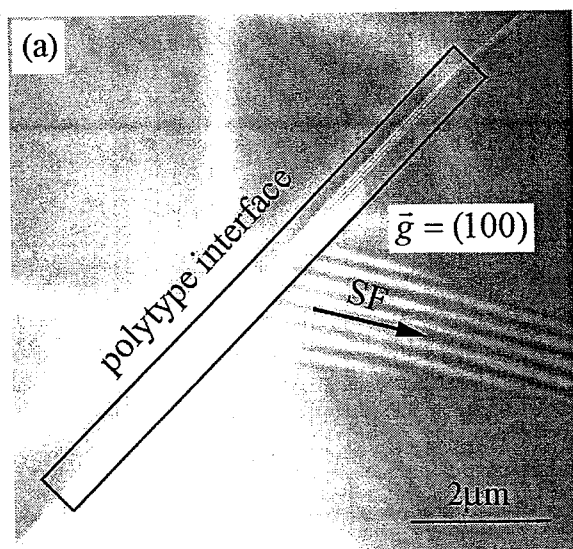
图 5.5 平面六方空洞与微管的相互作用

关于微管与平面六方空洞之间的相互作用,相关报道主要从两个方向进行了研究。一个是从平面六方空洞中出现的台阶形貌出发,认为在晶体生长中该区域为气相包裹物。在晶体生长的降温阶段,气相包裹物在晶体内部沉积,由于 SiC 晶体本身的各向异性,所以呈六方结构形貌。平面六方空洞内台阶的扩展方式与 SiC 晶体生长前沿的台阶扩展方式相似,表明其形成过程具有一定的相似性[9]。另外一个关注点,主要是平面六方空洞与微管的形成之间的联系。我们在论文工作中,证明了 Kuhr 等人[10]提出的关于平面六方空洞的形成、发展及其与微管相互作用的机制。

5.5 碳化硅晶体中的层错与多型界面的相互作用

在 SiC 晶体的多型界面处,常常会发现层错出现。使用透射电镜观察,我们获得了如图 5.6 中所示的衍射衬度像,图 5.6 (a) 为明场像,图 5.6 (b) 为暗场像。图 5.6 (a) 中的晶界右侧,可以看到一些平行分布的亮条纹,即层错结构衍衬像,晶界左侧的则没有缺陷被表征出来。图 5.6 (b) 中有三个相交于一点的晶界,如图中箭头所指的晶界 1、晶界 2 和晶界 3。在晶界 1 和晶界 3 之间,可以看到有平行分布的明暗相间的条纹像,即层错结构衍衬像。在晶界 1 和晶界 2 之间、晶界 2 和晶界 3 之间均无层错形成。

基于第一原理密度函数模型,目前已经有一些理论研究计算出了在形成多种 SiC 晶型所需的层错能[11, 12], Iwata 等人[13]已经报道了层错附近区域的局部电子态,发现了 4H-SiC 和 6H-SiC 晶体中的某些层错会导致清晰的类量子井结构。



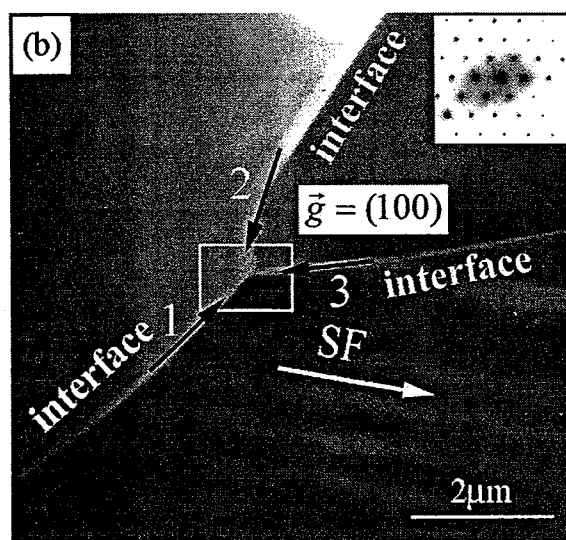


图 5.6 层错与多型界面的相互作用

5.6 本章小结

本章中，我们主要研究了 SiC 晶体中多种缺陷之间的相互作用，包括异质包裹物与微管之间、多型界面与微管之间、平面六方空洞与微管之间、层错与多型界面之间的相互作用。

发现晶体中的异质包裹物的形成，在较大程度上影响着微管的形成、发展和结束。微管在包裹物存在的地方其径向尺寸有较大变化，微管会在包裹物处形成，也会在包裹物位置发生合并和分解。包裹物阻碍微管扩展，其典型形貌为水滴状、平顶水滴状和箭头状。

SiC 晶体的多型界面成为微管和包裹物易于形成的位置，它有可能成为微管扩展的障碍，也有可能成为微管形成的起点。平面六方空洞的形成与发展经常伴随着微管的形成与消失，多型界面处常常发现层错存在。

参考文献

1. Heindl J, Strunk H P, Heydemann V D and Pensl G, Micropipes: hollow tubes in silicon carbide, Phys. Stat. Sol. A, 1997 (162): 251-262.
2. Pirouz P, On micropipes and nanopipes in SiC and GaN, Philos. Mag. A, 1998 (78): 727-736.
3. Tsvetkov V, Glass R, Henshall D, Asbury D and Carter C H, Jr, SiC seeded boule

- growth, Mater. Sci. Forum, 1998 (264-268): 3-8.
4. Glass R C, Augustine G, Balakrishna V, Hobgood H M, Hopkins R H, Jenny J, Skowronski M and Choyke W J, The role of residual impurities in SiC grown by physical vapor transport, Inst. Phys. Conf. Ser. 1996 (142): 37-39.
5. Hofmann D, Schmitt E, Bickermann M, Kölbl M, Wellmann P J and Winnacker A, Analysis on defect generation during the SiC bulk growth process, Mater. Sci. Eng. B 1999 (61-62): 48-53.
6. Dudley M, Huang X R, Huang W, Powell A, Wang S, Neudeck P and Skowronski M, The mechanism of micropipe nucleation at inclusions in silicon carbide, Appl. Phys. Lett., 1999 (75): 784-786.
7. Tuominen M, Yakimova R, Glass R C, Tuomi T and Janzén E, Crystalline imperfections in 4H SiC grown with a seeded Lely method, J. Cryst. Growth, 1994 (144): 267-276.
8. Powell A, Wang S and Brandes G, Growth of low micropipes density SiC wafers, Mater. Sci. Forum, 2000 (338-342): 437-440.
9. Hofmann D, Bickermann M, Hartung W and Winnacker A, Analysis on the formation of filamentary and planar voids in silicon carbide bulk crystals, Mater. Sci. Forum, 2000 (338-342): 445-448.
10. Kuhr T A, Sanchez E K, Skowronski M, Vetter W M and Dudley M, Hexagonal voids and the formation of micropipes during SiC sublimation growth, J. Appl. Phys., 2001 (89): 4625-4630.
11. Momeen and Khan M Y, Stacking fault energy of silicon carbide (SiC) polytypes, Cryst. Res. Tech., 1995 (30): 1127-1133.
12. Lindefelt U, Iwata H, Öberg S and Briddon P R, Stacking faults in 3C-, 4H-, and 6H-SiC polytypes investigated by an ab initio supercell method, Phys. Rev. B, 2003 (67): 155204-(1-12).
13. Powell J A and Larkin D J, Process-induced morphological defects in epitaxial CVD silicon carbide, Phys. Stat. Sol. (b), 1997 (202): 529-548.

第六章 碳化硅晶体的退火处理研究

6.1 引言

目前采用 PVT 法生长的 SiC 单晶仍然有如前几章中所述的各种缺陷, 严重限制了 SiC 单晶的应用[1—6]。最近, 这方面的研究主要是从改进 PVT 法的生长条件[7]和采用“重复 a 面生长法”[8]来进行的。改进 PVT 法的生长条件, 只能在一定程度上减少 SiC 晶体缺陷的形成, 效果有限。使用“重复 a 面生长法”, 其过程复杂, 对晶体加工要求较高, 所以其应用前景有待进一步考虑。本章中, 我们采用了一种新的路线来提高 SiC 晶体的质量, 即对生长后的 SiC 单晶进行退火处理。由于 X-射线衍射摇摆曲线能够有效的表征晶体的整体质量, 所以我们采用了摇摆曲线结合显微观察的方法对退火的效果进行了分析和对比。下面, 我们将从退火工艺研究、退火对 SiC 单晶质量的影响及退火对微管和包裹物缺陷的消除三个方面进行讨论。

6.2 碳化硅晶体的退火工艺研究

SiC 晶体的退火工艺, 主要从 SiC 样品的制备及表面预处理、退火过程中样品的放置方式及位置、退火温度和退火时间几个方面来进行研究。选择合适的退火条件, 能够降低晶体的缺陷密度, 减少在晶体生长和加工过程中引起的内应力, 改善晶体质量的均匀性, 提高 SiC 晶体的质量。

6.2.1 碳化硅晶体的退火设备及退火过程

SiC 晶体的退火使用石墨体加热退火装置进行, 该装置的照片及其示意图分别如图 6.1 和图 6.2 所示。该设备使用石墨作为发热体, 最大工作电流和电压分别为 800A 和 40V, 以石墨毡作为保温材料, 温度最高可达 2400°C, 温度梯度可达 10—30°C/cm, 系统真空度可达 10^{-3} Pa。

退火前, 将 SiC 晶体与粉料一起放入石墨坩埚中。然后将坩埚放入石墨加热退火装置, 抽真空至几十帕。循环向炉内充入和抽出 Ar 气几次后, 在退火前保持 Ar 气压力约为 0.5atm。之后, 设定在一定时间内升温至预定退火温度并保温, 退火时间结束后, 采用较低的速度降温至室温。SiC 晶体的退火温度范围为

1400°C—1800°C，退火时间范围为 1 小时—48 小时，退火中的保护气氛 Ar 气的压力范围为 0.75-0.85atm。

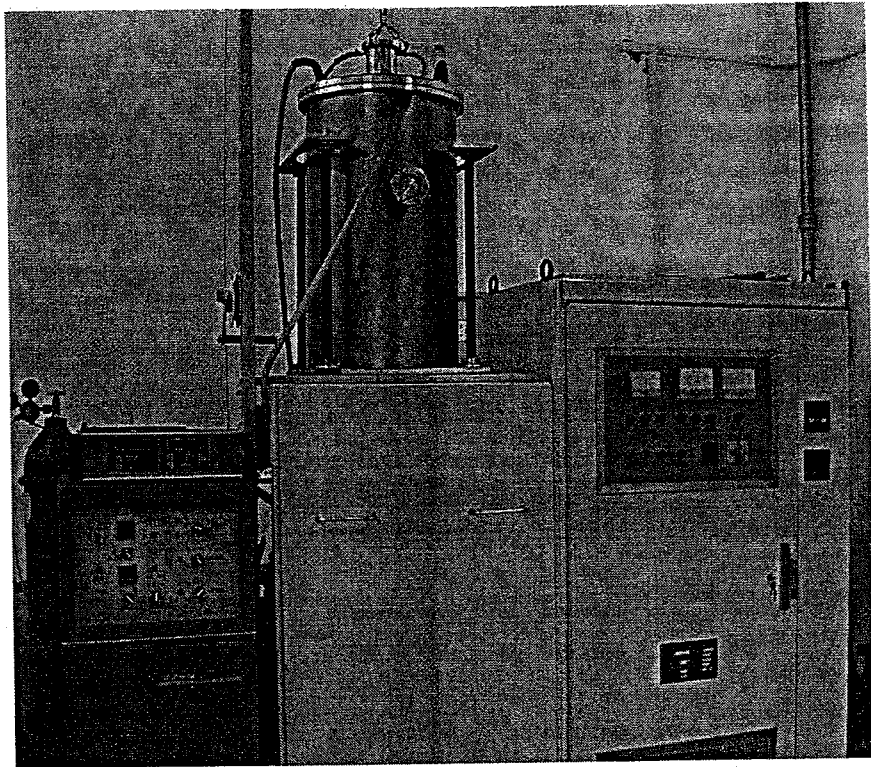


图 6.1 石墨加热晶体退火设备照片

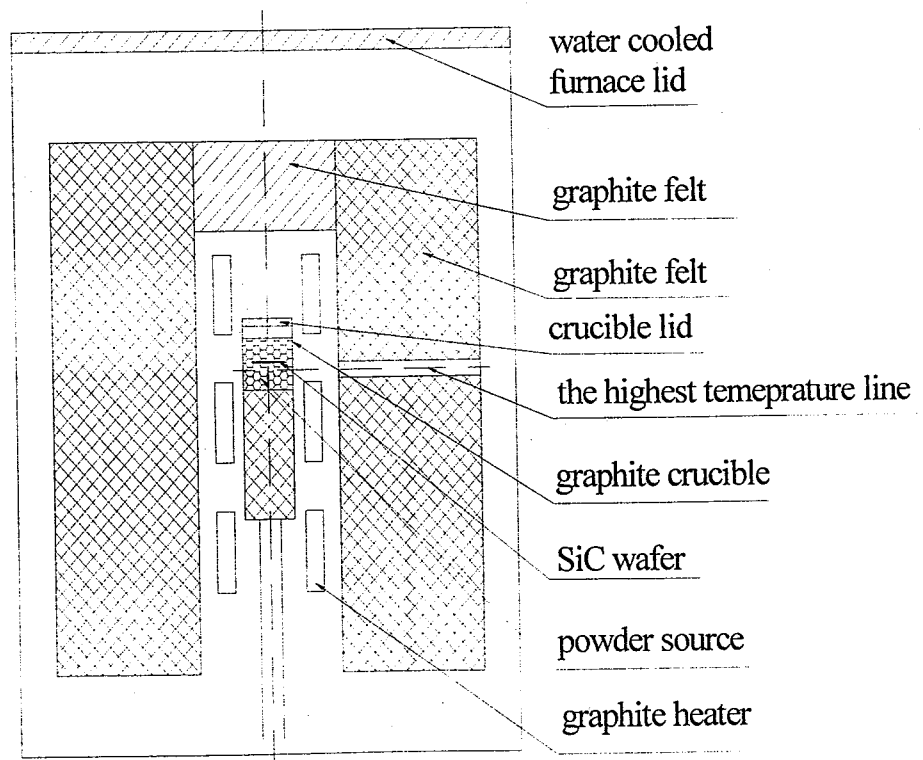


图 6.2 石墨加热晶体退火装置示意图

6.2.2 碳化硅样品制备及表面预处理

进行退火处理的 SiC 晶片，是在中频感应加热晶体生长设备上采用 PVT 法生长获得的。晶体生长条件如下：生长温度 2200°C — 2400°C ，流动氩气保护，生长过程中氩气压力为 1000Pa — 3000Pa 。将生长出的 SiC 晶锭使用滚外圆设备进行处理后，使用内圆切割机切割成厚度约为 1mm 的晶片。将待处理晶片使用颗粒度为 $40\mu\text{m}$ — $1\mu\text{m}$ 的金刚石粉料进行研磨和抛光后，进行退火前预处理。

样品的抛光表面在退火前进行的预处理，是在晶片表面涂覆一层碳膜，从而在晶体退火过程中，这层碳膜与坩埚中富硅的蒸气结合，从而在晶片表面重新生成 SiC 晶体，进而在微管中继续生长，达到消除晶体缺陷、提高晶体质量的目的。我们主要采用了以下几种方式来给 SiC 表面覆膜：

- (1) 将 SiC 晶片在层状石墨纸上摩擦覆碳膜；
- (2) 将 SiC 晶片在高密度石墨块上摩擦覆碳膜；
- (3) 将 SiC 晶片在管式炉中通乙炔气体反应形成碳膜；
- (4) 将 SiC 晶片表面涂一层 914 胶，高温下胶反应后使用残留的碳作为碳源。

对以上几种晶体表面的预处理方法进行比较后，发现使用石墨纸和石墨块向 SiC 晶片表面覆碳膜是比较有效的方式来改善晶体质量，有利于在晶片表面形成厚度均匀的致密的碳膜，另外操作过程比较简单。使用乙炔气体反应形成碳膜的方法获得的碳膜比较疏松，并且晶片表面的碳膜厚度不均匀，对晶片整个区域质量的提高效果有限。通过晶片表面涂覆的 914 胶在高温下残留的碳作为碳膜，由于杂质含量较多，碳膜较疏松，因此也无法获得较好的退火效果。本论文中选用了前两种方法对 SiC 晶片进行预处理。

6.2.3 石墨坩埚内的粉料

坩埚内的料源主要采用多晶 SiC 粉料，粒度为 200 目。退火时，一般需要在多晶 SiC 粉料中均匀掺入少量 Si 粉，目的是为了在退火过程中能够获得富 Si 的蒸气，以便与经过表面预处理的 SiC 晶片表面的石墨结合，有利于在原 SiC 表面生长出新的 SiC 膜，进而新生长的晶体填入微管等缺陷，改善晶体质量。Si 粉与 SiC 粉料的重量百分比一般在 1% — 2% 范围内。

6.2.4 石墨坩埚中碳化硅晶片的放置方式

退火处理时, SiC 晶体和粉料置于高密度石墨坩埚中并加石墨坩埚盖。坩埚内壁尺寸为 $\phi 68\text{mm} \times 95\text{mm}$, 侧壁厚度为 6mm, 底部厚度为 15mm, 坩埚盖尺寸为 $\phi 80\text{mm} \times 15\text{mm}$ 。

SiC 晶体在粉料中的几种放置方式如图 6.3 所示。图 6.3 (a) 中 SiC 晶片水平埋于 SiC 多晶粉料中; 图 6.3 (b) 中 SiC 晶片与水平成一定角度埋于 SiC 多晶粉料中; 图 6.3 (c) 中 SiC 晶片水平置于 SiC 粉料上方一定距离, 选用的支架材料为 SiC 块状晶体; 图 6.3 (d) 中 SiC 晶片与水平成一定角度置于 SiC 粉料上方一定距离。

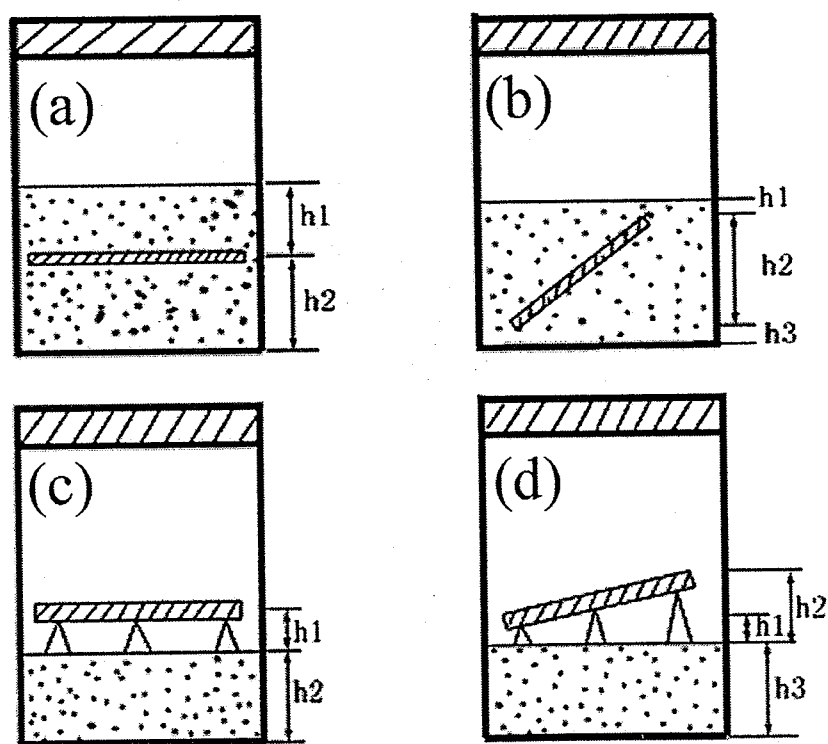


图 6.3 石墨坩埚内 SiC 晶片放置方法示意图

选择将 SiC 晶片按照图 6.3 中的几种放置方法, 其目的在于探索退火过程中减少微管缺陷的有效方式。结果表明, 将 SiC 晶片放置在粉料上方退火时易于在晶片表面形成一层碳膜, 不利于 SiC 的重结晶, 如图 6.4 所示。在退火前, 2 英寸 6H-SiC 晶片呈绿色, 如图 6.4 (a) 所示。晶片在 1700°C 的温度下保温 3 小时后缓慢降温, 获得的晶片表面颜色为灰黑色, 如图 6.4 (b) 所示。对退火后的晶片表面进行 EDX 分析, 结果表明退火后晶体表面的主要成分为碳。

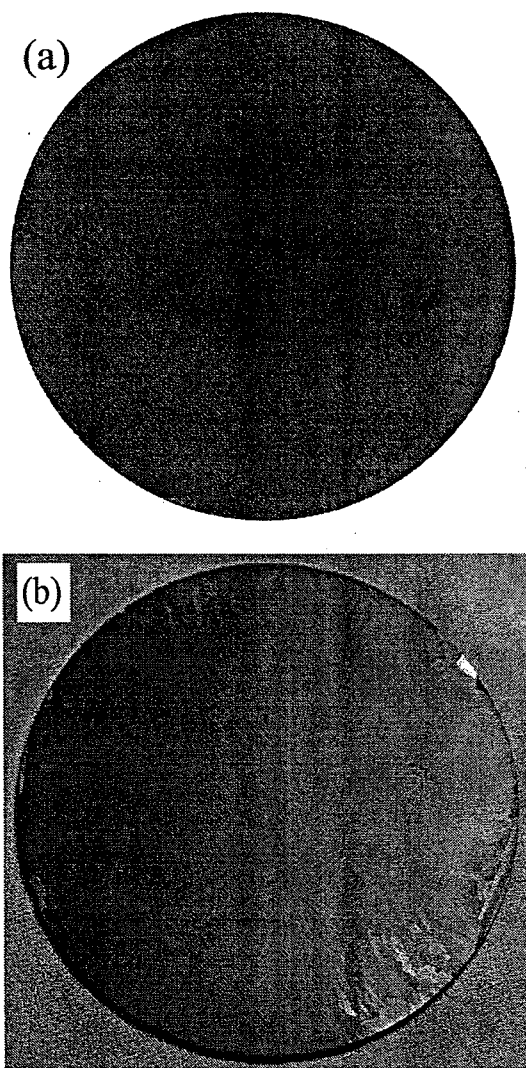


图 6.4 退火前 (a) 和退火后 (b) SiC 晶体的表面
(1700°C/3h, Ar 气压 0.75atm@1700°C)

将晶片置于粉料中退火后,新生长的表面呈现出与退火前 SiC 晶片相近的颜色,EDX 测试结果表明,退火后晶片表面的主要成分为 Si 和 C,其原子百分比接近 1:1,这表明 SiC 晶片经过退火后在表面又重新生成了 SiC 晶体。但是,将 SiC 晶片置于粉料中退火,易于在晶片表面粘连一些 SiC 粉料的颗粒,需要在晶片的后续研磨和抛光工序中进行处理,从而减少了 SiC 晶片的厚度,并且晶片的机械加工应力有所增加。

6.2.5 退火温度和保温时间

通过不同条件下对 SiC 晶片进行退火,发现较高的温度、较长的保温时间和较低的保护气氛压力都会使 SiC 晶片表面沉积一层较厚的晶体膜,退火对新生膜

包裹着的晶片缺陷的改善作用有限。另一方面,如果退火温度较低,保温时间较短,那么晶体表面容易产生自发形核和生长。比如说,15R-SiC 晶片在 1500°C 的温度下、 0.75atm 的 Ar 气压下保温 5 小时后,退火表面出现了多个自发形核和生长的二维生长面,如图 6.5 所示。自发形核晶体的生长前沿为台阶生长模式,台阶形貌具有三方对称的特征。对自发形核区进行 EDX 分析,得知该区域的成分为 Si 和 C,原子百分比接近 1:1,如图 6.5 (b) 中的插图所示。对退火前的晶片表面和退火后自发形核区域表面进行拉曼光谱分析,发现自发形核生长的晶体同退火前的晶体晶型相同,均为 15R-SiC 晶体,如图 6.6 所示。从图 6.6 可知,退火后的晶片表面拉曼光谱,在 174.6cm^{-1} , 257.8cm^{-1} , 770.9cm^{-1} 和 969.4cm^{-1} 这些峰位与退火前晶片表面的拉曼光谱完全相同,仅在 569.7cm^{-1} , 785.5cm^{-1} 和 798.3cm^{-1} 三个峰位分别有 -1.0cm^{-1} , 0.6cm^{-1} 和 -0.5cm^{-1} 的拉曼位移。退火后自发形核区域的拉曼光谱在较低波数下的背底比退火前的晶片高,但是对应于 15R-SiC 晶体不同拉曼峰位频率的峰强比较一致,只有 798.3cm^{-1} 的峰强度比退火前晶片在该波数下的拉曼峰强稍弱。

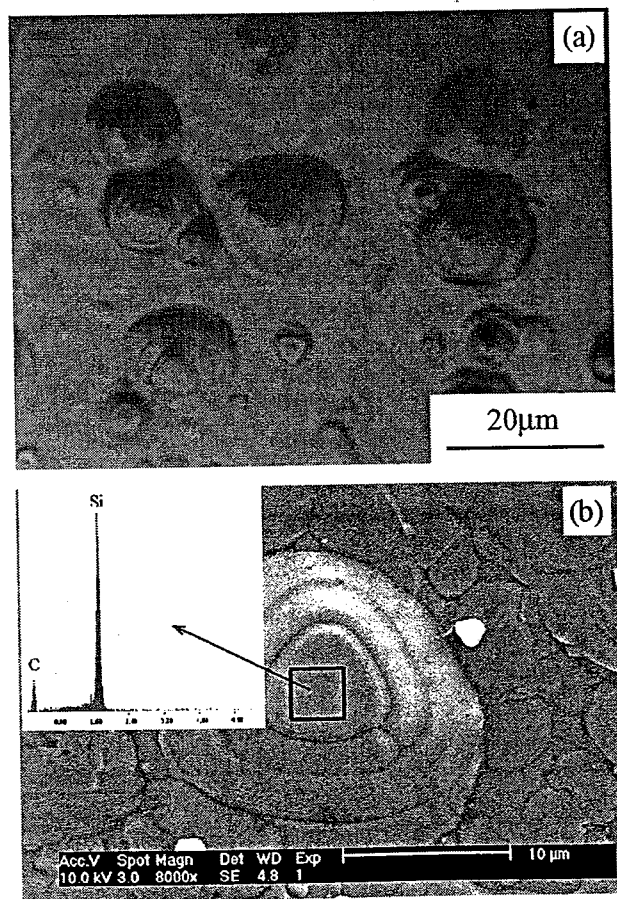


图 6.5 晶片表面的自发形核与生长

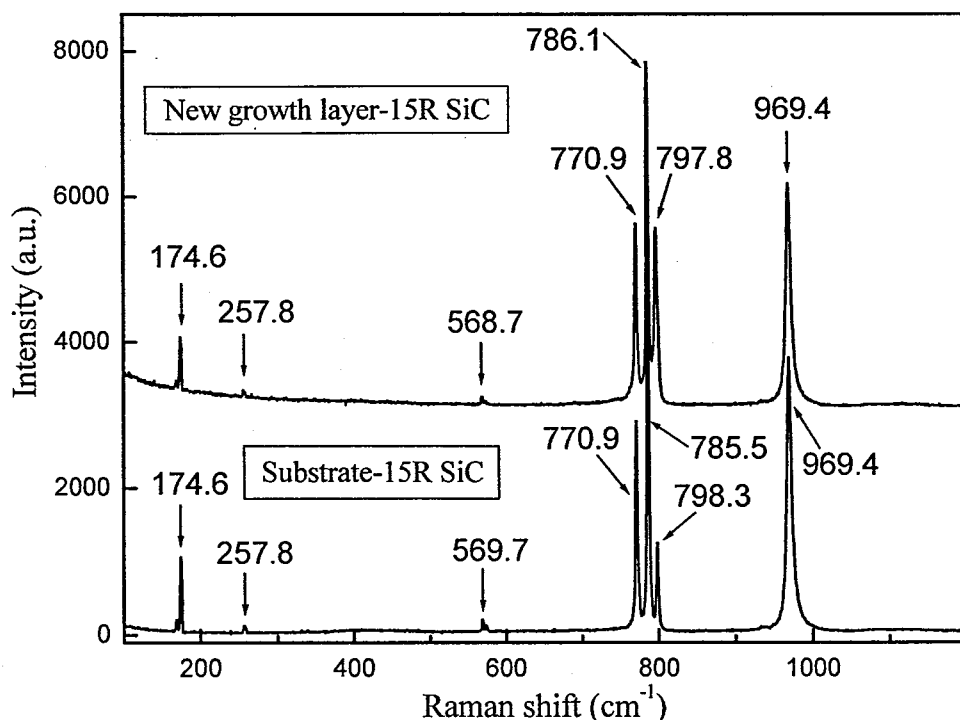


图 6.6 退火前和退火后晶片表面的拉曼光谱对比

6.3 退火处理对 2 英寸碳化硅晶体质量的提高

本节中研究了三步退火处理方法对 2 英寸 6H-SiC 晶体质量的改善和提高。退火前和退火后的晶片质量表征手段,主要采用了 X-射线衍射双晶衍射仪来获得 SiC 晶体在 (006) 晶面的摇摆曲线,通过光学显微镜的反射光模式和透过光模式来观察退火前和退火后的晶体缺陷和晶片应力。

6.3.1 退火处理条件

本节中退火使用的 2 英寸 6H-SiC 晶片,是从 PVT 法生长的晶坯中选择中间的晶片,经过切割、研磨和抛光后获得的。SiC 晶片的硅面经过单面抛光后,照片如图 6.7 所示。该晶片大部分面积为 6H-SiC,在边缘部分存在一些 4H 和 15R-SiC 的多型,如图 6.7 中箭头所示。2 英寸 SiC 晶片边缘部分存在较多的多晶,主要是由于在 PVT 法生长过程中,坩埚内壁附近位置与中心位置的温度不同,且坩埚壁附近的气相偏离化学计量比比较严重造成的。退火前,将该晶片的碳面使用石墨纸覆一层碳膜,然后向下放入坩埚中,放置位置如图 6.8 所示。图 6.8 中晶片的硅面距粉料表面距离 h_1 为 19mm,晶片的碳面距坩埚内壁底部距离 h_2 为 17mm,晶片厚度 h_3 为 1.3mm。

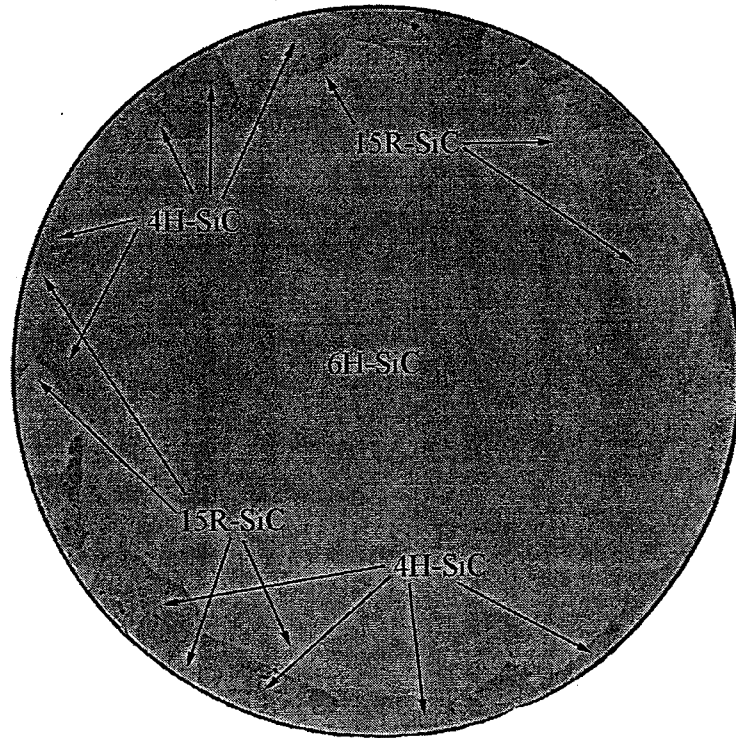


图 6.7 待退火处理的 2 英寸 6H-SiC 晶体照片

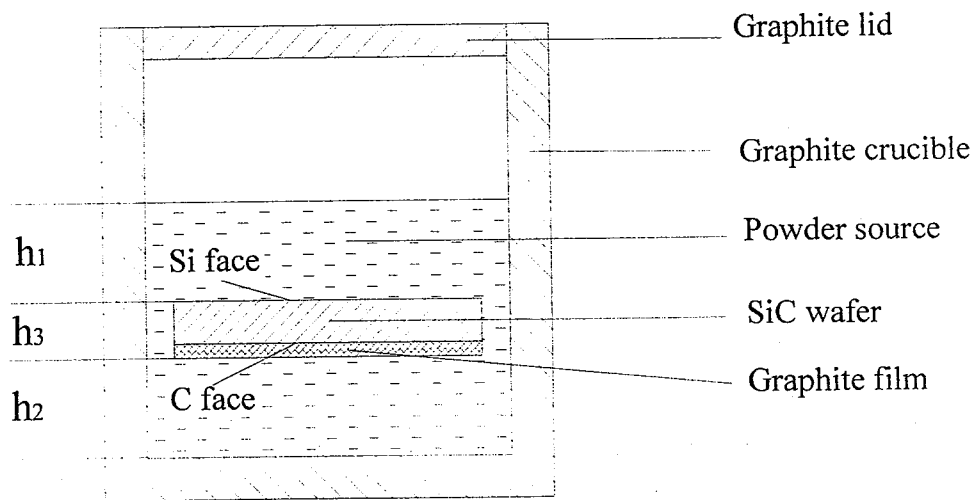


图 6.8 SiC 晶片在石墨坩埚内的放置位置示意图

该 2 英寸 6H-SiC 晶片的三步退火处理过程的示意图如图 6.9 所示，包括三个阶段：（1）晶片升温至 1400°C 并保温 1 小时；（2）将晶片从 1400°C 升温至 1800°C ，并保温 2 小时，然后冷却至室温；（3）再次将晶片从室温升至 1600°C 并长时间保温 48 小时，待保温时间结束后，逐渐冷却至室温。第一阶段的退火是为了降低坩埚中粉料在高温下所产生的杂质，第二阶段的退火是为了使 1800°C

下从粉料中蒸发出的气相与晶片发生反应, 以达到减少 SiC 晶体中缺陷的目的; 第三阶段的目的是降低残存在 6H-SiC 晶体中的退火内应力。

在室温下退火设备的初始 Ar 气压力为 0.5atm, 在 1400°C—1800°C 的退火温度下, Ar 气压力维持在 0.75atm—0.85atm 的范围内。实验中选择较高的保护气氛压力, 主要是为了降低坩埚中的气相在 SiC 晶片表面的生长速度。

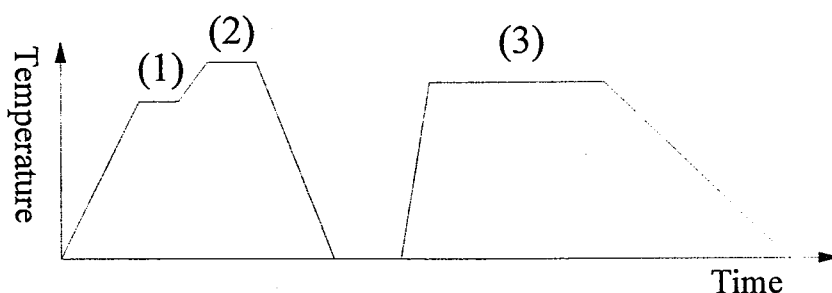


图 6.9 SiC 晶片的退火处理过程示意图

(1) 1400°C/1h; (2) 1800°C/2h; (3) 1600°C/48h

6.3.2 晶体质量表征方法

实验中使用 X-射线双晶摇摆曲线对 SiC 晶片的 (006) 晶面进行表征, 实验仪器为 Philips 公司生产的 X'pert-MRD 型号的 X-射线衍射仪。该衍射仪利用 Cu K α_1 辐射, X-射线束从 Cu 靶的 X-射线管出来, 经过单色器入射到样品上, 然后经分析晶体后进入探测器。单色器由两组四块高完整性的锗单晶体组成, 利用锗晶体的 {220} 表面反射。这样设置后, 四晶单色器就能够产生低发散、单色性好、波长为 0.1540563nm 的 X 射线辐射源。检测时, SiC 晶片放置在测角仪上, 测角仪由脉冲马达驱动, 步进角为 0.001°。

为了表征整个 2 英寸面积内晶片的质量, 实验中在晶片上选取了 29 个在 2 英寸面积上对称分布的区域进行摇摆曲线测量。测量区域选取示意图如图 6.10 所示。所选定的 29 个测量区域分别为 C, Ln ($n=\pm 1, \pm 2, \pm 3, \pm 4$), Hn ($n=\pm 1, \pm 2, \pm 3, \pm 4$), Am ($m=\pm 1, \pm 2, \pm 3$) 和 Bm ($m=\pm 1, \pm 2, \pm 3$)。这些区域的直径为 0.2 英寸, 圆心位置分布在 $\phi 0.6$ 英寸、 $\phi 1.0$ 英寸、 $\phi 1.4$ 英寸和 $\phi 1.8$ 英寸的圆环上, 各个方向的夹角均为 45°。为了在退火前后测得的摇摆曲线具有可比性, 我们使用型号为 MA6 的紫外曝光设备和型号为 PlasmaLab 80 Plus 的反应离子刻蚀系统对 SiC 晶片进行定位刻蚀处理。

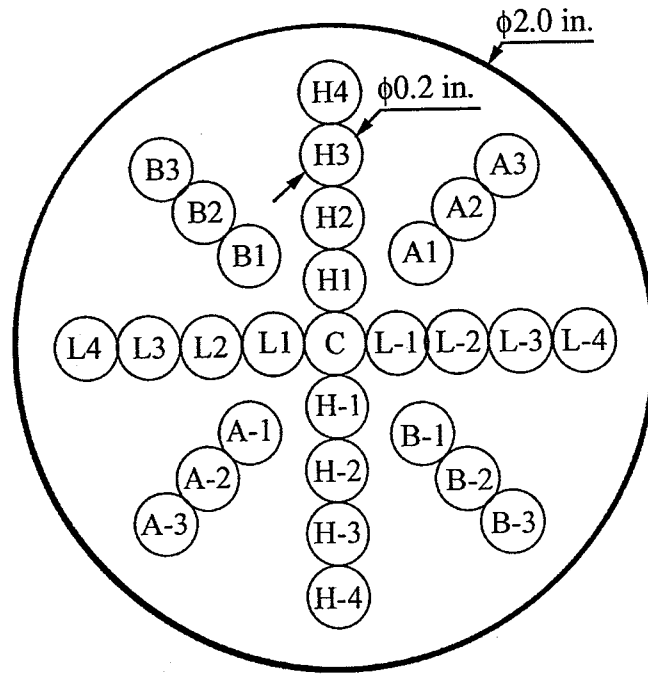


图 6.10 在 2 英寸面积内对 SiC 晶片的测量区域示意图

6.3.3 退火前后的摇摆曲线对比

2 英寸 6H-SiC 晶体在退火前和退火后分别进行了摇摆曲线测定。结果表明, 经过退火后晶体各个测定区域的摇摆曲线半高宽都有明显的减少, 退火后摇摆曲线中峰的个数也有了显著的降低。图 6.11 中所示为 L-3 区域在退火前、退火第二阶段后和退火第三阶段后的摇摆曲线。退火前, 在 L-3 区域测得 (006) 晶面的摇摆曲线峰较多, 对其进行高斯单峰拟和后, 得到的总半高宽为 0.314° ; 在退火第二阶段完成后, SiC 晶片 L-3 区域的 (006) 晶面摇摆曲线显示出双峰特征, 对这两个峰进行高斯单峰拟和后得到的总半高宽为 0.127° , 比退火前降低了 59.6%; 在 1600°C 温度下长时间保温 48 小时后, 即完成退火的第三阶段后, 测得的摇摆曲线在 L-3 区域呈单峰特征, 其半高宽进一步减少到 0.094° , 比退火前降低了 70.1%。

需要指出的是, 退火后摇摆曲线峰数目减少和半峰宽的降低并非是某一测量区域所特有的。图 6.12 为退火前和退火后沿着晶片的 H_n ($n=\pm 1, \pm 2, \pm 3, \pm 4$) 直径线区域测量的摇摆曲线。从图 6.12 中可知, 退火前在 H_n 区域 (除 H_4 区域) 摇摆曲线的多峰在退火后有一部分已经消失, 有部分区域, 如 H_1 、 H_2 、 H_3 和 $H-3$, 已经呈单峰曲线。除 H_4 外, H_n 区域在退火后得到的摇摆曲线半高宽有所

降低。退火前，除 H4 外的 Hn 区域的摇摆曲线平均半峰宽为 0.219° 。而这些区域在退火后的摇摆曲线平均半峰宽为 0.158° ，比退火前减小 0.061° ，减少了 27.9%。这些都表明，退火对晶体质量的整体提高是有一定效果的。H4 区域在退火后进行摇摆曲线测量，得到的曲线比退火前有更多的峰，并且峰型宽化比较严重，这主要是由于 H4 区域为 15R 和 6H 两种晶型的 SiC 晶体共存区，退火后多型界面区域有微管密集分布的现象，如图 6.13 所示。对 Ln、Am 和 Bm 区域分别进行以上比较，发现退火后大多数区域的摇摆曲线都有所改善，峰的数目有一定减少，半高宽也有大小不等的降低。

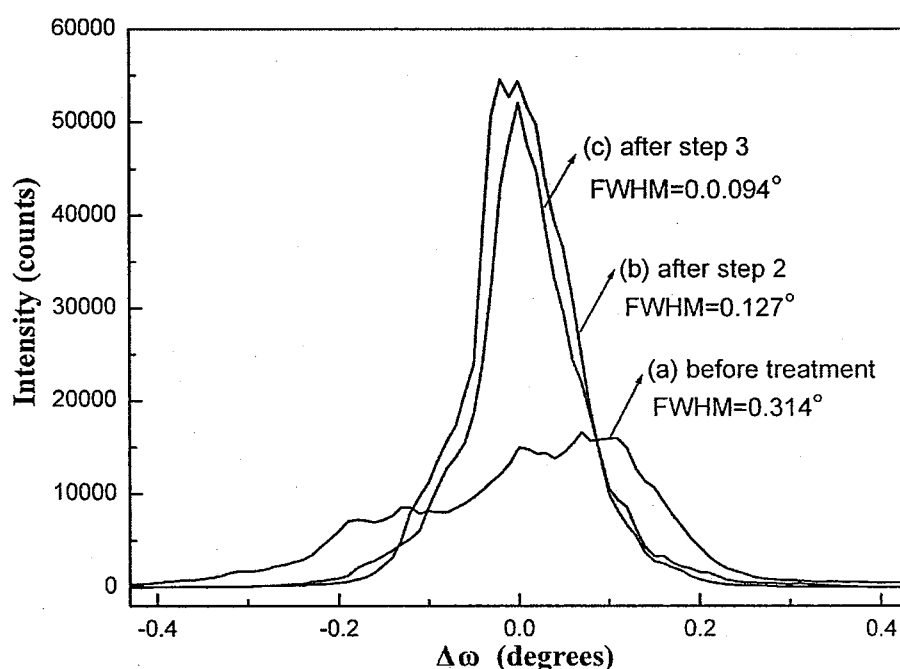


图 6.11 晶片中 L-3 区域退火前和退火后的摇摆曲线

值得注意的是，从图 6.12 中可知，在 2 英寸区域的 6H-SiC 晶片上摇摆曲线的半峰宽分布是不对称的。例如，从图 6.12 (a) 中所示的 Hn 区域所在直径上可知，H1、H2、H3 和 H4 区域的半峰宽平均值为 0.159° ，而在 H-1、H-2、H-3 和 H-4 区域获得的平均半峰宽为 0.264° ，大小相差 0.105° 。从图 6.12 (b) 中所示的 Hn 区域所在直径上可知，H1、H2 和 H3 区域的半峰宽平均值为 0.132° ，而在 H-1、H-2 和 H-3 区域获得的平均半峰宽为 0.173° ，大小相差 0.041° 。由此可知，退火后晶片在 Hn 区域内的质量对称性有所提高。同样，Ln、Am 和 Bm 区域在退火后也有相似的结果。

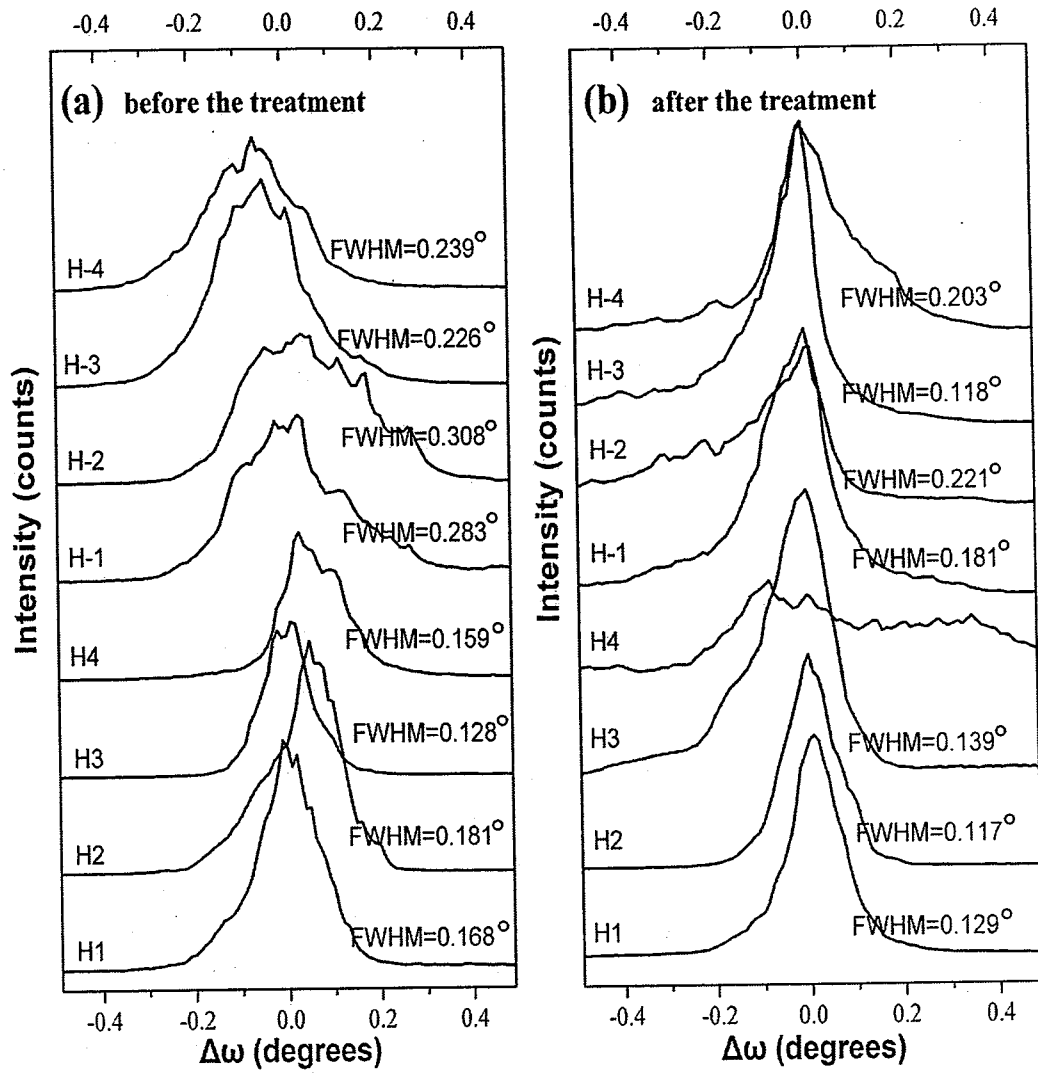


图 6.12 Hn 区域在退火前和退火后的摇摆曲线

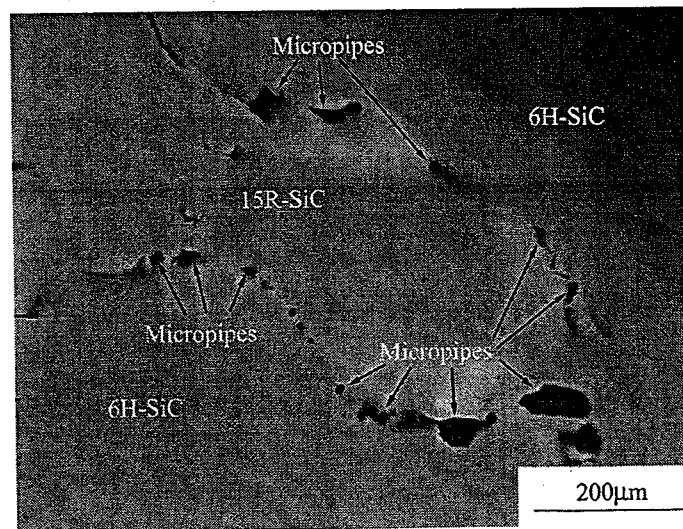


图 6.13 晶片边缘区域 H4 的多型界面与微管形貌

从前面的结果可以看出,退火对 SiC 晶片质量有一定程度的改善。晶片质量的提高,可能的贡献有晶体缺陷(如位错、层错、小角晶界、微管、异质包裹物和平面六方空洞等)的减少和内应力(包括晶体生长内应力和后加工残留应力)的释放。在本章中,我们主要考虑了退火对 SiC 晶片中最常见的微管缺陷和异质包裹物的影响。

6.4 退火处理对碳化硅晶体中微管缺陷的作用

退火前后对 SiC 晶体中微管缺陷的研究,主要使用了反射光模式和透过光模式的光学显微镜及 Hitachi (Tokyo, Japan) S4200 场发射扫描电镜(FE-SEM)进行分析对比。退火前,使用熔融态的 KOH 在 480°C 的温度下对 SiC 晶片表面进行化学腐蚀,获得了退火前图 6.10 中各个测量区域的微管数目。退火后,我们对这些相应区域的微管分别计数,结果表明,除了边缘多晶型共存区域产生微管的聚集外,其余区域均有部分微管被新生长的 SiC 晶体所填充。

图 6.14 中所示为退火后微管缺陷的典型形貌。从图 6.14 (a) 中看出,微管被新生长的 6H-SiC 晶体所填充,但是与其它区域的晶体仍有六方结构的界面。图 6.15 为新生长部分和生长前的 SiC 晶体区域的拉曼光谱图,图中两个曲线的峰位基本相同且峰强相近,均为 6H-SiC 晶体的拉曼特征峰,表明微管中新生长的晶体与生长前的晶体相同,均为 6H-SiC 单晶,且结晶质量良好。微管在退火过程中被新生长的晶体所填充,我们对其生长过程进行以下简单的分析。

退火前,晶片的碳面被石墨膜覆盖,在碳面上有露头的微管位置也会被石墨膜所覆盖。在退火第二阶段蚀,由于在 1800°C 的高温下退火,坩埚中的粉料升华并主要分解为 Si、Si₂C 和 SiC₂ 的气相组成。其中富硅的气相 Si 与 Si₂C 会与晶片表面的石墨膜反应并在 SiC 晶片表面发生重结晶而生成 SiC 晶体。然后,新生成的晶体将沿着微管继续生长并最终完全填充。

但是并非所有的微管在退火后都会被新生长的 SiC 晶体所填充,如图 6.14 (b) 中所示。图 6.14 (b) 中的微管在退火表面继续延伸,并且在微管边缘部分出现凸起的典型形貌。微管的继续扩展,主要是因为退火过程中微管附近的局部区域气相富碳,在微管处无法形成 SiC 晶体,加上其它区域的晶体填充不到微管中而造成的。

由于 SiC 晶体的中空管状微管对器件的应用范围及使用寿命具有非常致命

的影响[9, 10], 所以降低微管密度是提高 SiC 基器件的性能不可忽视的重要研究课题。近年来, 很多研究人员致力于通过优化生长工艺来降低 PVT 法生长 SiC 晶体的微管密度, 也有研究通过使用“重复 a 面生长法”来获得无微管的 SiC 晶体。但是这两种方法都还有很多不足之处。前者对于 SiC 晶体微管密度的降低效果有限, 并且在晶体生长的重复性和稳定性方面需要进一步探索; 后者因为晶体生长方法复杂并且对晶体后加工的要求较高, 导致晶体生长成本较高且周期较长, 实验室的研究成果很难迅速实现应用。我们通过采用生长后退火处理的方法, 实现了 SiC 晶体中微管的填充。该方法具有工艺简单, 容易实现, 成本较低等特点。通过优化退火条件和相关工艺, 我们发现该方法对于减少 SiC 晶体微管密度、降低异质包裹物和消除晶体生长中所产生的内应力是十分有效的。退火处理能够成为晶体生长结束后降低微管密度的有益补充, 为提高 SiC 晶体的质量提供了一种新的途径和方法。

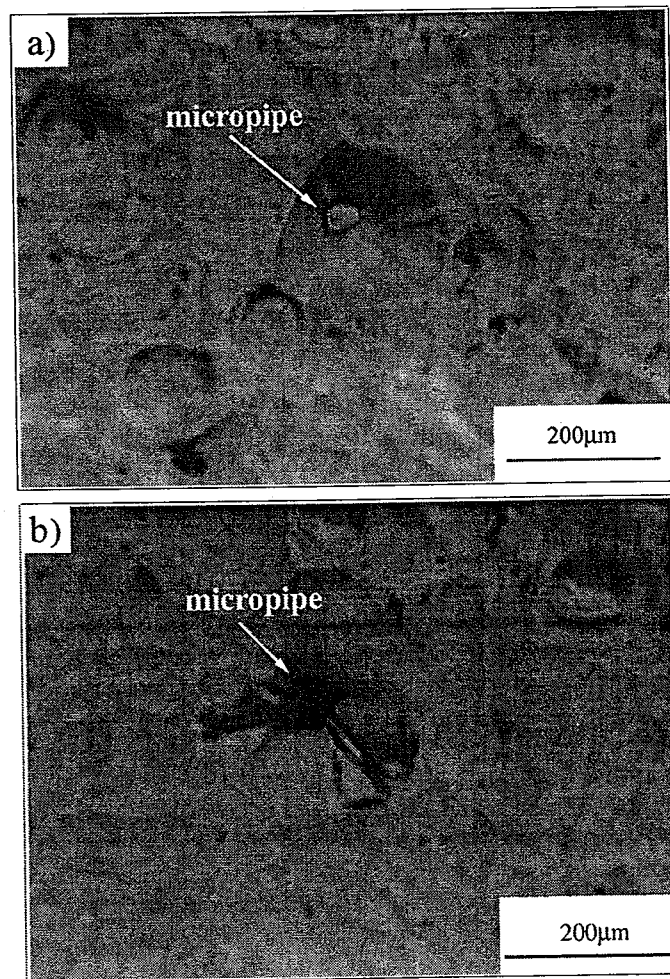


图 6.14 退火后微管缺陷的典型形貌

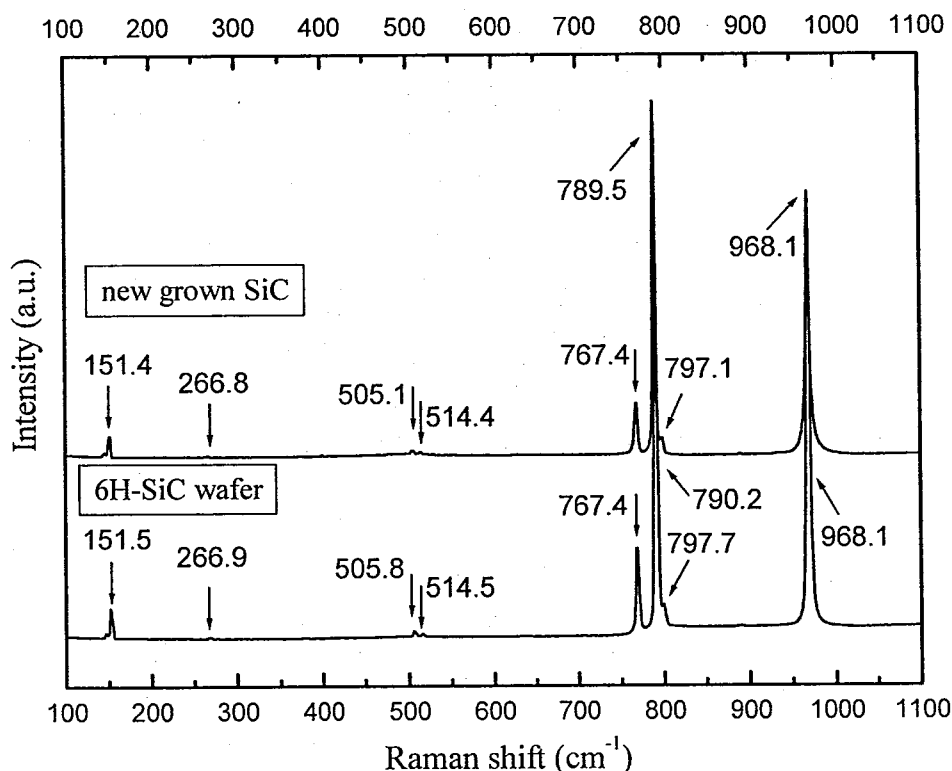


图 6.15 退火中新生长的晶体和退火前的晶体拉曼对比图

6.5 退火处理对碳化硅晶体中异质包裹物的作用

通过对退火前后晶片的显微观察,我们发现一些异质包裹物在高温退火处理后会消失,即退火处理减少了 SiC 晶体的包裹物密度。图 6.16 所示为退火前在 2 英寸 6H-SiC 晶片上观察到的异质包裹物的典型形貌。该形貌是对 2 英寸 6H-SiC 晶片抛光,进行 KOH 腐蚀后,使用反射光模式的光学显微镜获得的。从图 6.16 中可知,晶片分布了尺寸大小不等的异质包裹物,对其进行 EDX 分析结果表明,它们的主要成分为 C、Si、N、O、S 和 Na,如图 6.16 中的插图所示。除 C 和 Si 成分外,其它杂质成分可能来自于 PVT 法生长 SiC 过程中坩埚内的粉料杂质、石墨坩埚所含杂质、保护气氛 Ar 气中所含的少量氮气等。晶体退火结束后,对该区域进行抛光和化学腐蚀并进行光学显微观察,发现这些包裹物都消失了。它们可能在退火的第二阶段同 SiC 粉料蒸发的气相相互作用,使得包裹物内的 Si/C 比值接近 1:1 并产生重结晶,最后与 SiC 体单晶融合起来。这些区域在第三阶段的长时间退火过程中其化学成分与其它 SiC 单晶区域逐渐趋于一致,这一过程主要是通过固态扩散来实现的。

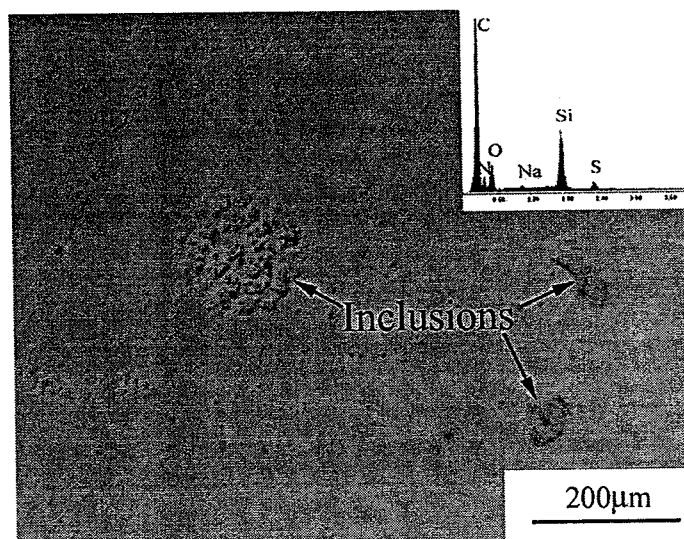


图 6.16 在 6H-SiC 晶片中异质包裹物的形貌

由于 PVT 法生长 SiC 晶体的过程中，气相成分不稳定，局部区域的富碳或者富硅会导致晶体中产生碳颗粒或者硅液滴等包裹物[11]。由于生长原料、生长室和保护气氛中都不可避免的存在一些杂质成分，在生长过程中这些杂质成分也易于吸附在晶体生长前沿，与新生长的晶体相结合形成多成分的包裹物。这些包裹物的存在，也会影响到 SiC 晶体的性质，尤其是影响到半导体特性，如电导率等。尽管我们在晶体生长过程中有目的地抑制包裹物的出现，但很难完全消除包裹物的形成。通过生长后退火处理的方法，我们有效消除了一部分异质包裹物，从而改善了晶体质量。

6.6 本章小结

本章主要研究了 SiC 晶体的退火工艺、退火对 SiC 晶体的作用以及退火前后 SiC 晶体中的微管缺陷和异质包裹物的变化。

SiC 晶体的退火工艺研究主要包括对退火温度、退火时间、退火过程中的保护气氛压力、SiC 样品的制备与表面预处理、坩埚中的粉料、SiC 单晶在坩埚中的放置方式等几个主要方面的研究。

本章中采用了 X-射线衍射摇摆曲线来表征 SiC 晶体在退火前后质量的变化。通过对 SiC 晶片的 29 个对称区域进行摇摆曲线检测，发现退火后晶片的摇摆曲线峰型和半高宽有很大改善。L-3 区域退火后的摇摆曲线半峰宽为 0.094° ，比退火前测量的摇摆曲线半峰宽 0.314° 降低了 70.1%。Hn、Ln、Am 和 Bm 区域

的摇摆曲线测量结果均与 L-3 区域相似, 退火对大多数上述区域的摇摆曲线均有效果不等的优化作用。

退火对 SiC 单晶质量的提高, 可能的原因为晶体缺陷的减少和应力的降低。我们在本章中主要讨论了退火对 SiC 晶体中最常见的微管缺陷和异质包裹物缺陷的影响。退火过程中部分微管空洞被新生长的 SiC 晶粒所填充, 降低了 SiC 晶体的微管密度, 异质包裹物在退火过程中与气相反应并重结晶, 然后通过固态扩散融入到 SiC 晶格中, 这些都成为 SiC 晶体退火后质量提高的可靠依据。

参考文献

1. Iwata H P, Lindefelt U, Öberg S and Briddon P R, Stacking faults in silicon carbide, *Physica B*, 2003 (340-342): 165-170.
2. Glass R C, Henshall D, Tsvetkov V F and Carter C H, SiC Seeded Crystal Growth, *Phys. Stat. Sol. B* 1997 (202): 149-162.
3. Madar R, Pernot E, Anikin M and Pons M, Defects in sublimation-grown SiC bulk crystals, *J. Phys.: Condens. Matter*, 2002 (14): 13009-13018.
4. Hofmann D, Schmitt E, Bickermann M, Kölbl M, Wellmann P J and Winnacker A, Analysis on defect generation during the SiC bulk growth process, *Mater. Sci. Eng. B*, 1999 (61-62): 48-53.
5. Ha S, Nuhfer N T, Rohrer G S, Graef M D and Skowronski M, Origin of domain structure in hexagonal silicon carbide boules grown by the physical vapor transport method, *J. Cryst. Growth*, 2000 (220): 308-315.
6. Ohtani N, Fujimoto T, Katsuno M, Aigo T and Yashiro H J, Growth of large high-quality SiC single crystals, *J. Cryst. Growth*, 2002 (237-239): 1180-1186.
7. Li H Q, Chen X L, Ni D Q and Wu X, An analysis of seed graphitization for sublimation growth of SiC bulk crystal, *Diam. Relat. Mater.*, 2004 (13): 151-156.
8. Nakamura D, Gunjishima I, Yamaguchi S, Ito T, Okamoto A, Kondo H, Onda S and Takatori K, Ultrahigh-quality silicon carbide single crystals, *Nature*, 2004 (430): 1009-1012.
9. Casady J B and Johnson R W, Status of silicon carbide (SiC) as a wide-bandgap

semiconductor for high-temperature applications: a review, Solid State Electron., 1996 (39): 1409-1422.

10. Neudeck P G and Powell J A, Performance limiting micropipe defects in silicon carbide wafers, IEEE Electron Device Lett., 1994 (15): 63-65.
11. Rost H -J, Dolle J, Doerschel J, Siche D, Schulz D and Wollweber J, Growth related distribution of secondary phase inclusions in 6H-SiC single crystals, Mater. Sci. Forum, 2000 (353-356): 29-32.

第七章 结论与展望

本论文研究了物理气相传输法生长的 SiC 单晶中的晶体缺陷的形成与相互作用,使用多种手段对 SiC 单晶中的微管、异质包裹物、位错、层错、多型界面、平面六方空洞等进行了系统的表征,并利用生长后退火处理的方法有效的降低了 SiC 晶体中的缺陷密度。所得主要结论如下:

1. 通过对 SiC 单晶在 450—500°C 的熔融态氢氧化钾熔液中腐蚀 10—20 分钟,我们获得了微管在 SiC 单晶的碳面、硅面和平行于晶体学 c 轴方向上的典型形貌,并研究了三种类型的微管的形成和发展。第一类微管主要是由晶体生长过程中的包裹物、平面六方空洞、多型等缺陷诱导产生的;第二类微管主要是从籽晶中继承下来并在晶体生长过程中不断扩展形成的;第三类微管主要是由于晶体生长过程中,已经存在的微管发生分裂与闭合而形成的。由于微管经过熔融 KOH 腐蚀后在碳面和硅面的形貌不同,从而成为辨别 SiC 晶体极性面的方法之一。同时,我们通过观察 SiC 晶片的腐蚀形貌,获得了硅面的浅六方结构蚀坑和碳面的圆形、椭圆形、三角形蚀坑,其中碳面的三角形蚀坑在前人的研究中从未有过报道;
2. 使用 SEM 和 EDAX 表征了枝晶状和颗粒状的硅包裹物、椭圆形的碳包裹物和具有分形结构特征、含金属和氧元素的包裹物。使用拉曼光谱的方法鉴别了 SiC 晶体的多种晶型,如 4H、6H 和 15R—SiC,并用 TEM 和 HRTEM 研究了 4H 和 6H—SiC 多型界面处的微结构。对 SiC 晶体中的平面六方空洞进行表征并分析其形成原因。层错在 $\bar{g} = (100)$ 的形貌为一些平行分布的明暗相间的条纹,位错在 SiC 晶体中常常以位错网的形式出现。另外,我们对位错环和位错钉扎的形貌进行了 TEM 表征;
3. 研究了异质包裹物与微管之间、多型界面与微管之间、平面六方空洞与微管之间、层错与多型界面之间的相互作用,并对这些相互进行了表征。异质包裹物的形成对微管的形成、发展和终止都有一定的影响。微管尺寸在包裹物处有显著增加,包裹物处易于发生微管的形成、分裂、合并和终止。

SiC 的多型界面处会诱导形成微管和包裹物等缺陷,平面六方空洞的形成伴随着微管的形成和消失,多型界面处成为层错出现的区域;

4. 获得了有效提高 SiC 晶体质量的退火工艺,如退火温度、退火时间、保护气氛压力、SiC 样品的表面处理、坩埚中的粉料及 SiC 样品的放置方式等。通过对退火前后 2 英寸 6H-SiC 晶片上 29 个对称区域进行 X-射线衍射摇摆曲线表征,表明退火可以有效的提高 SiC 的单晶质量。SiC 单晶质量的提高,与退火过程中微管和包裹物的减少有很大关系。退火过程中,部分微管空洞被新生长的 SiC 晶粒所填充,异质包裹物与气相发生反应经过重结晶和固态扩散的过程而消失。

虽然本论文已经对 SiC 晶体中经常出现的缺陷进行了系统研究,并且使用晶体生长后进行后处理的方法降低了 SiC 晶体中的微管和包裹物缺陷,但是对于 SiC 晶体中各种缺陷对晶体生长前沿的影响缺乏有力的证据。晶体生长前沿的好坏直接决定了 PVT 法生长的 SiC 晶体质量高低,因此可以将不同生长条件下、不同生长阶段的 SiC 晶体生长表面形貌进行系统研究,获得优化 SiC 晶体生长条件的直接依据,并对晶体生长的过程进行有效的缺陷密度控制。另外,由于在论文中对 SiC 晶体中杂质元素的种类及其含量考虑较少,这些杂质元素对 SiC 晶体生长过程和 SiC 晶体中各种缺陷的形成是否有一定的影响,值得进一步系统研究。