

Wzrost politypu 3C-SiC z roztworu metodą TSSG

Marcin Raczkiewicz, Emil Tymicki, Tadeusz Łukasiewicz†

Instytut Technologii Materiałów Elektronicznych
ul. Wólczyńska 133, 01 - 919 Warszawa;
e-mail: Marcin.Raczkiewicz@itme.edu.pl
Emil.Tymicki@itme.edu.pl

Streszczenie: W tej pracy przedstawiono metodę wzrostu węgla krzemu politypu 3C. Jako zarodki posłużyły monokryształiczne płytki węgla krzemu o politypach heksagonalnych 4H-SiC oraz 6H-SiC. Zbadano wzrost na płaszczyznach o orientacji (0001) oraz (000-1). Określony został zakres temperatur, pozwalający na otrzymanie struktur o wysokiej jednorodności politypowej, która została potwierdzona analizą fazową otrzymanego materiału oraz pomiarami widma Ramana.

Słowa kluczowe: polityp 3C, SiC, wzrost z roztworu

Solution growth of 3C-SiC by TSSG method

Abstract: In this paper, solution growth of 3C-SiC was demonstrated. Monocrystalline 4H-SiC and 6H-SiC wafers were used as seeds. Growth was observed on (0001) and (000-1) planes. The temperature range enabling the fabrication of 3C-SiC structures of high polytypic homogeneity was determined and 3C-SiC growth was confirmed by XRD and Raman spectroscopy.

Key words: polytype 3C, SiC, solution growth

1. Wstęp

Spośród wielu odmian politypowych węgla krzemu interesujące właściwości aplikacyjne wykazuje polityp 3C o strukturze regularnej. W stosunku do innych politypów SiC materiał ten charakteryzuje się wysoką ruchliwością nośników i prędkością dryfu elektronów, co sprawia, że jest doskonałym materiałem do konstrukcji urządzeń elektronicznych pracujących w wysokich częstotliwościach i dużej mocy typu MOS-JFET (*Metal Oxide Semiconductor – Junction Field Effect Transistor*) [1 - 3] wykorzystywanych m.in. w technologii MEMS (*Micro Electromechanical System*) [4 - 5].

Węgiel krzemu politypu 3C wykazuje mniejszą przerwę energetyczną niż politypy heksagonalne, więc urządzenia wytworzone na tym materiale cechuje niższa wartość pola przebicia elektrycznego, niemniej w tranzystorach wykonanych w oparciu o 3C-SiC uzyskuje się znacznie większą ruchliwość nośników prądu. Spowodowane jest to tym, że pułapki brzegowe w politypie 3C-SiC występują w paśmie przewodnictwa, natomiast w politypach o strukturze heksagonalnej pułapki te znajdują się w obszarze przerwy wzbronionej [6].

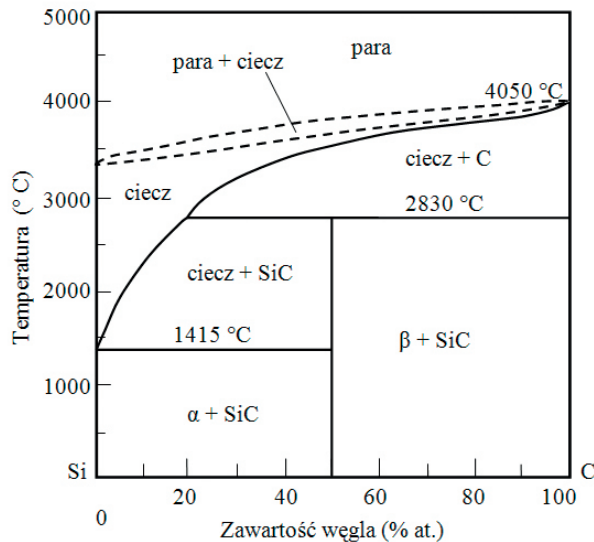
Polityp 3C-SiC wymieniany jest jako dobry materiał podłożowy do otrzymywania grafenu, jednakże z braku podłoża 3C-SiC większość badań prowadzono na strukturach, w których na materiał podłożowy (np. szafir, krzem lub heksagonalne politypy SiC) metodami epitaksji wytwarzano 3C-SiC, a następnie na tych warstwach uzyskiwano grafen [7 - 10].

Mimo dużej aplikacyjności politypu 3C komercjalizacja tego materiału jest mocno utrudniona ze względu na problemy z jego otrzymywaniem.

Węgiel krzemu praktycznie nie występuje w fazie ciekłej. Do jego stopienia potrzebna jest bardzo wysoka temperatura, powyżej 2500°C, oraz wysokie ciśnienie rzędu kilkudziesięciu tysięcy atmosfer. SiC nie posiada również punktu kongruentnego - faza ciekła nie jest roztworem stechiometrycznym. Niemniej, SiC w temperaturach wyższych niż 1800°C ulega intensywnemu rozkładowi termicznemu, co umożliwia wytwarzanie kryształów objętościowych SiC z fazy gazowej metodą transportu fizycznego par. Takie procesy technologiczne, w celu uzyskania zadowalających szybkości wzrostu (rzędu co najmniej kilkudziesięciu mikronów na godzinę) wymagają temperatury powyżej 2100°C. Polityp 3C krystalizuje w szerokim zakresie temperatury tj. 1300 - 2750°C [11], z tym, że największy procentowo udział powstawania źródeł krystalizacji politypu 3C jest w temperaturze poniżej 1800°C. Wraz ze wzrostem temperatury procesu rośnie też liczba centrów krystalizacji politypów heksagonalnych, w związku z tym otrzymanie jednorodnych politypowo kryształów 3C - wykorzystując metodę PVT - jest bardzo utrudnione ze względu na niskie stężenie par SiC.

2. Opis metody TSSG

Od kilku lat trwają na świecie badania mające na celu ocenę możliwości otrzymywania politypu 3C-SiC innymi metodami, niż transportu fizycznego par. W latach 2010 - 2014 został zrealizowany w ITME projekt mający na celu opracowanie metody wytwarzania kryształów 3C-SiC metodą TSSG (*Top Seeded Solution Growth*), która polega na wroście kryształu na zarodku zanurzonym



Rys. 1. Układ równowagi fazowej Si-C [15].

Fig. 1. Si-C phase diagram.[15]

w roztworze Si-C. Roztwór uzyskuje się poprzez stopienie krzemu w grafitowym tyglu. Podczas tego procesu ścianki tygla trawione są przez krzem, przez co uwolnione atomy węgla przedostają się do cieczy tworząc roztwór węgla w krzemie. W temperaturze korzystnej dla wzrostu politypu 3C węgla krzemu, zgodnie z układem równowagi faz Si-C (Rys. 1) osiągnięte stężenie węgla w roztworze krzemu jest na poziomie pojedynczych procent atomowych. Z danych literaturowych wynika, że rozpuszczalność węgla w roztworze może zostać zwiększona poprzez wprowadzenie do wsadu krzemowego domieszek metalicznych. Najlepszymi katalizatorami rozpuszczania grafitu są chrom, tytan, mangan, żelazo oraz glin [12 - 14]. Metale te dodawane są zazwyczaj w ilości 20 - 60% at.

Proces wzrostu kryształów SiC metodą TSSG zależy od następujących zjawisk:

- rozpuszczania węgla w krzemie;
- transportu węgla do powierzchni wzrostu kryształu;
- procesów adsorpcji i desorpcji atomów węgla i krzemu;
- dyfuzji powierzchniowej atomów i cząsteczek do krawędzi stopni krystalizacji.

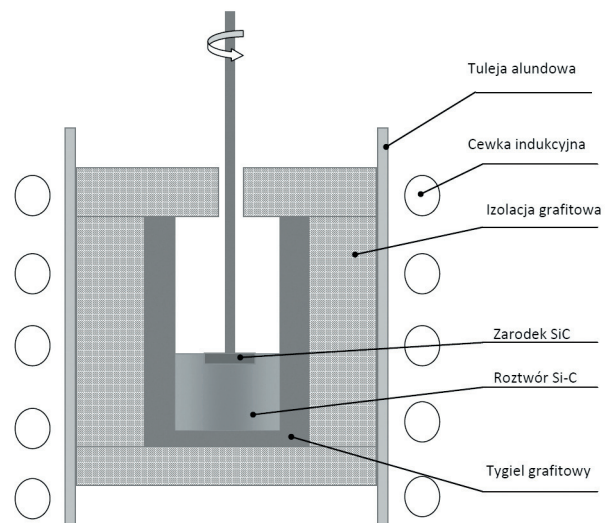
Wszystkie powyższe procesy zachodzą jednocześnie i mają istotny wpływ na otrzymywanie kryształu - szybkość wzrostu, polityp oraz jakość strukturalną powstającej struktury. Szybkość rozpuszczania węgla w krzemie zależy od temperatury procesu, ilości i rodzaju zastosowanej domieszki, oraz szybkości transportu węgla do powierzchni kryształu, która obniża nasycenie węgla w roztworze w strefie znajdującej się przy ściankach tygla. Transport węgla do powierzchni wzrostu wywołany jest zjawiskami konwekcji oraz dyfuzji wymuszonej przez gradient temperatury i gradient stężeń. Z kolei stosunek adsorpcji i desorpcji cząsteczek zależy od przesylenia roztworu w pobliżu strefy krystalizacji. Wspomniane powyższej zjawiska odpowiadają za szybkość wzrostu kryształu.

Dyfuzja powierzchniowa, która zależy od temperatury zarodka oraz szybkości procesów adsorpcji i desorpcji na powierzchni determinuje właściwości otrzymanej struktury. Uzyskanie wysokiego przesylenia roztworu przy niskiej szybkości dyfuzji powierzchniowej prowadzi do niestabilnego wzrostu i powstawania struktur polikrystalicznych. Z drugiej strony, zbyt niskie nasycenie roztworu atomami węgla w bliskim otoczeniu strefy krystalizacji wywołane np. powolnym transportem węgla w roztworze, spowoduje rozpuszczanie zarodka. Mając na uwadze powyższe zagadnienia można wnioskować, że wytworzenie odpowiedniego pola temperatury jest najistotniejszym elementem odpowiadającym za otrzymanie kryształu.

3. Układ wzrostu stosowany w eksperymentach

Eksperymenty opisane w niniejszej pracy zostały przeprowadzone w piecu firmy MSR przystosowanym pierwotnie do otrzymywania kryształów metodą Czochralskiego. Urządzenie pozwalało na utrzymywanie w komorze ciśnienia do 2000 hPa i umożliwiało obrót zarodka wokół osi pionowej. Procesy prowadzono w argonowej atmosferze ochronnej mającej na celu ograniczenie zużycia grafitowych elementów układu cieplnego (izolacji i tygla). Temperatura dna tygla kontrolowana była za pomocą pirometru.

Układ wzrostu składał się z zewnętrznej tulei wykonanej z ceramiki alundowej. Wewnątrz tulei umieszczony był tygiel grafitowy oraz izolacja z filcu grafitowego. Schemat układu wzrostu przedstawiono na (Rys. 2).



Rys. 2. Schemat układu wzrostu używanego w metodzie TSSG.
Fig. 2. Scheme of the TSSG growth system.

4. Badanie wpływu stosowanych domieszek na rozpuszczalność węgla w krzemie

W celu jakościowego określenia ilości rozpuszczonego węgla w zależności od rodzaju stosowanej domieszki przeprowadzone zostały w identycznych warunkach termicznych (temperatura powierzchni wsadu 1480°C), trzy procesy: bez użycia domieszki (jako wsad wykorzystano proszek Si o czystości 99,95%) oraz z domieszkami chromu i tytanu. Koncentracja użytych domieszek wynosiła 20% at. Procesy trwały po 10 godzin. Po zakończonych eksperymentach, tygiel wraz z materiałem był ważony, a następnie, przy użyciu mieszaniny kwasów HF:HNO₃ (2:1), usuwany był niezwiązany krzem. Przyjęto założenie, że podczas procesu studzenia cały rozpuszczony w roztworze węgiel zostaje związany z krzemem jako SiC. Założone również zostało, że domieszki metali (Ti, Cr) nie wchodzi w reakcje chemiczne z węglem i krzemem, oraz są w całości usuwane podczas wytrawiania krzemu. Tygiel, po usunięciu z niego krzemu ważony był ponownie, a ilość rozpuszczonego węgla m_c określono z zależności danej wzorem (1), gdzie Δm przedstawia zmianę masy po wytrawieniu krzemu, a m_w jest masą materiału wsadowego, która w każdym z trzech omawianych procesów wynosiła 75 g. Węgiel krzemu jest związkem o stechiometrii 1:1, więc na każdy niewytrawiony atom krzemu przypada jeden związany w SiC atom węgla. Stosunek masy atomów węgla i krzemu wynosi 0,43. Dysponując powyższymi danymi można było określić masę węgla, który został związany w tyglu w postaci nierozpuszczalnego przez mieszaninę trawiącą węgla krzemu. Otrzymane wyniki przedstawiono w Tab. 1.

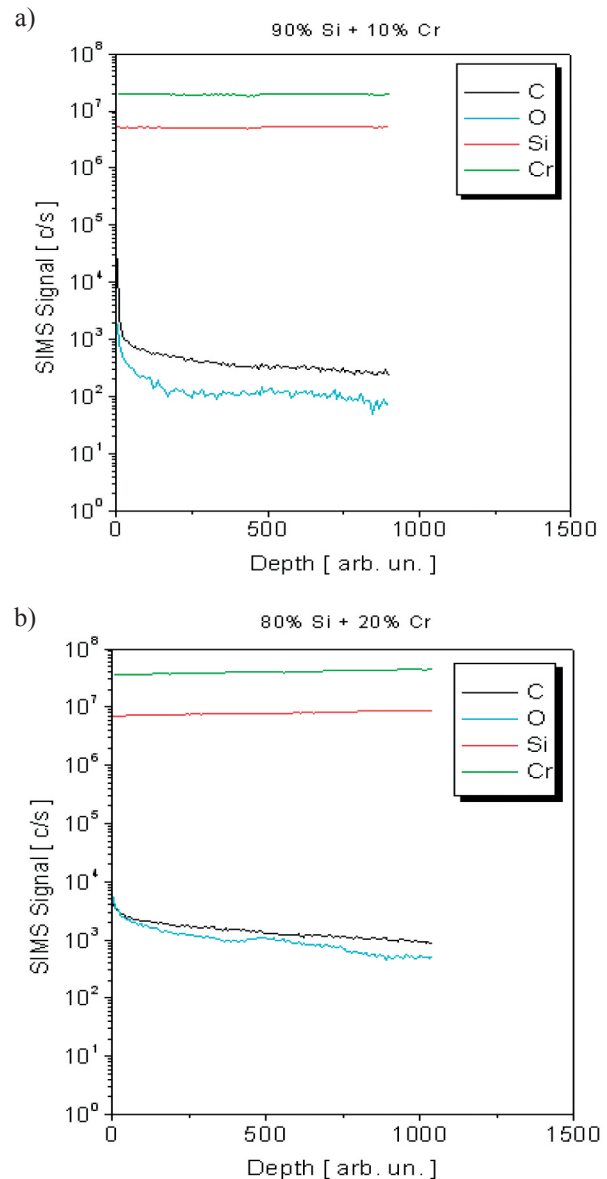
$$m_c = 0,43 (m_w - \Delta m) \quad (1)$$

Przeprowadzono również eksperymenty, w których wykorzystano różną ilość domieszki chromu w materiale wsadowym. Z zakrzepniętych roztworów zostały wycięte próbki, które następnie zbadano za pomocą spektroskopii mas jonów wtórnych. Zgodnie z przewidywaniami, pomiary potwierdziły, że w przypadku zastosowania większej ilości domieszki chromu rozpuszczalność węgla była większa, o czym świadczyła większa zawartość atomów węgla w roztworze (Rys. 3).

Tab. 1. Masa węgla wytrawionego z tygla w różnych mieszaninach materiału wsadowego w temperaturze 1480°C w czasie 10 godzin.

Tab. 1. Weight of carbon etched in the crucible using different source material compositions at 1480°C in 10 hours.

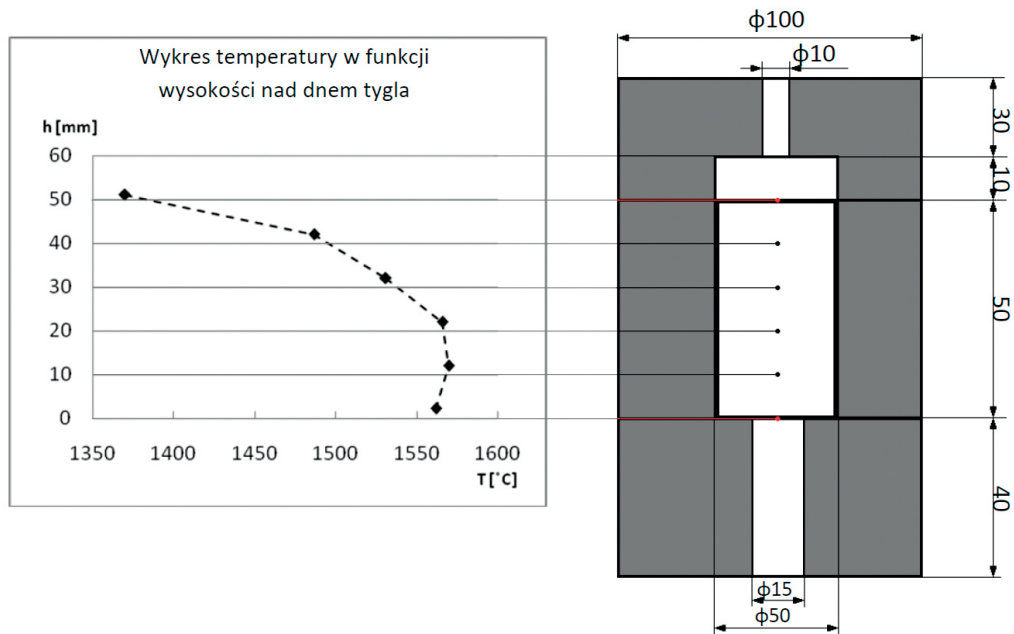
wsad	m_w [g]	Δm [g]	m_c [g]
Si	75	72,4	1,12
Si-Ti	75	70,6	1,89
Si-Cr	75	70,8	1,81



Rys. 3. Pomiar SIMS próbek zakrzepniętego materiału wsadowego 90% Si + 10% Cr (a) i 80% Si + 20% Cr (b). Profile wykonane dla jonów C, O, Si, Cr

Fig. 3. SIMS diagrams for samples of the source material having the following composition: 90% Si + 10% Cr (a) and 80% Si + 20% Cr (b). Profiles of C, O, Si and Cr ions.

Eksperymenty potwierdziły, że dodatek metalicznej domieszki wpływa korzystnie na szybkość wzrostu SiC badaną metodą poprzez zwiększenie rozpuszczalności węgla w krzemie. W dalszych pracach korzystano głównie z materiału wsadowego, w skład którego wchodził tytan w ilości 18% at. Zgodnie z wykresem równowagi faz Ti-Si, taki skład jest zbliżony do składu eutektycznego i ulega stopieniu w temperaturze 1330°C. Pozwoliło to na prowadzenie badań w temperaturze poniżej 1400°C.



Rys. 4. Z lewej: wykres temperatury w funkcji odległości od dna tygla. Z prawej: schemat układu izolacji zastosowanego podczas pomiaru.

Fig 4. Diagram showing temperature as a function of distance from the bottom of a crucible (on the left - hand side). Scheme of the insulation system used (on the right - hand side).

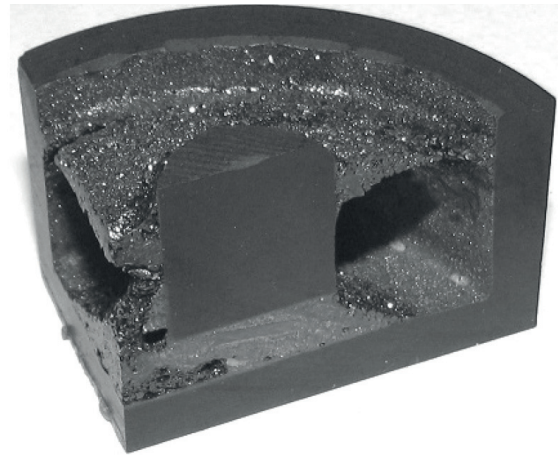
5. Wpływ temperatury na wzrost kryształów 3C-SiC z roztworu

W celu określenia rozkładu temperatur w pustym tyglu zastosowano jednoczesny pomiar termoparą i pirometrem. Umieszczony pod komorą urządzenia pirometr skierowany był w górę i odczytywano za jego pomocą temperaturę dna tygla, natomiast termopara umieszczona została wewnątrz rurki ceramicznej, do której zazwyczaj mocowany był zarodek. Dzięki takiemu rozwiązaniu można było prowadzić odczyt temperatury w funkcji wysokości nad dnem (Rys. 4).

Przeprowadzony pomiar pozwolił stwierdzić, że w tak skonstruowanym układzie izolacji najcieplejsze miejsce w tyglu o głębokości 45 mm znajduje się na wysokości ~ 12 mm nad dnem. Zarówno w górę tygla, jak i w kierunku jego dna, temperatura malała, co pozwoliło stwierdzić, że najkorzystniejsze dla krystalizacji warunki powinny znajdować się jak najbliżej dna tygla, bądź w okolicach powierzchni stopionego krzemu – w miejscach najchłodniejszych.

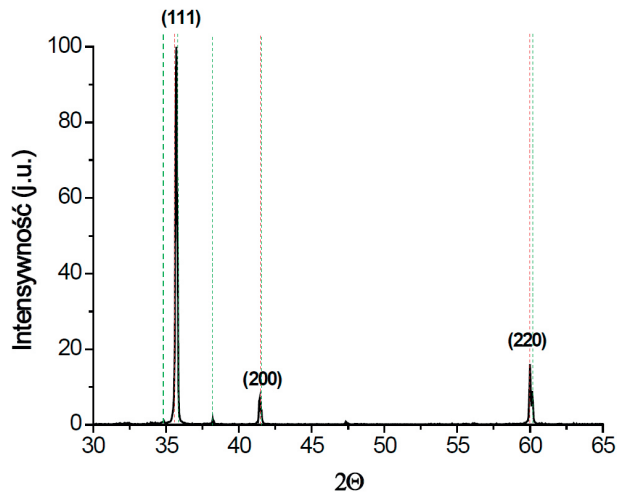
Poprawność pomiaru zweryfikowana została eksperymentem, w którym uzyskano wytrącenie polikrystalicznego węgla krzemu w stopionym krzemie. Materiał został podgrzany do temperatury powyżej 1700°C w celu uzyskania większej koncentracji węgla, a następnie temperaturę obniżano aż do zakrzepnięcia roztworu. Po procesie tygiel został przecięty wzdłuż osi pionowej, a pozostały krzem został wytrawiony mieszaniną kwasów $\text{HF}:\text{HNO}_3$ (1:2). Efektem eksperymentu był polikrystaliczny

ny węgiel krzemu, którego kształt odpowiadał rozkładowi pola temperatur w tyglu (Rys. 5). Badania widma ramana wyciętej z polikryształu próbki pokazały, że w przeprowadzonym procesie uzyskano ziarna dwóch politypów: 3C-SiC oraz 6H-SiC, co wynikało z temperatury procesu, zbyt wysokiej do otrzymania jednorodnego politypu 3C.



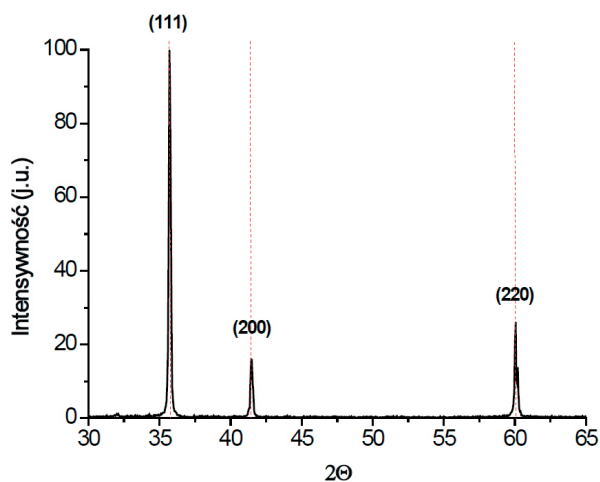
Rys. 5. Zdjęcie przekroju tygla po chemicznym wytrawieniu krzemu. Na środku widoczny jest fragment grafitowego walca do którego mocowane były zarodki. Kształt polikrystalicznego SiC odzwierciedla rozkład temperatur w tyglu – krystalizacja następowała w najchłodniejszych miejscach układu.

Fig. 5. Cross-section of the crucible after wet chemical etching. Part of a graphite crystal holder is presented in the middle. The shape of polycrystalline SiC reflects the temperature gradient in the crucible – crystallization occurred in areas with the lowest temperature.



Rys. 6. Analiza fazowa materiału otrzymanego w procesie w temperaturze 1600°C. Widoczne piki widma charakterystyczne są dla politypów 6H-SiC (znaczniki zielone) i 3C-SiC (znaczniki czerwone).

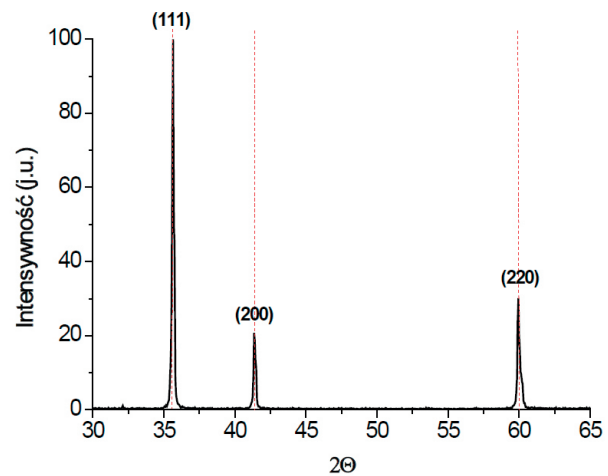
Fig. 6. XRD analysis of the material fabricated at 1600°C. The visible spectrum peaks are typical of 6H-SiC (green markers) and 3C-SiC (red markers) structures.



Rys. 7. Analiza fazowa materiału otrzymanego w procesie w temperaturze 1450°C. Widoczne piki widma charakterystyczne są dla politypu 3C-SiC (znaczniki czerwone).

Fig. 7. XRD analysis of the material fabricated at 1450°C. The visible spectrum peaks are typical of the 3C-SiC structure (red markers).

Podczas testowania warunków cieplnych najkorzystniejszych do krystalizacji politypu 3C sprawdzono zakres temperatur od 1350°C do 1600°C. W procesach nie stosowano krystalicznej zarodki – krystalizacja zachodziła spontanicznie w najchłodniejszych miejscach układu. Po przeprowadzonych procesach nadmiarowy krzem był wytrawiany chemicznie z tygła mieszaniną kwasów (HF + HNO₃). Z pozostałego w tygłu materiału próbki poddano rentgenowskiej analizie fazowej. Otrzymane wyniki zaprezentowano poniżej (Rys. 6 - 8).



Rys. 8. Analiza fazowa materiału otrzymanego w procesie w temperaturze 1350°C. Widoczne piki widma charakterystyczne są dla politypu 3C-SiC (znaczniki czerwone).

Fig. 8. XRD analysis of the material fabricated at 1350°C. The visible spectrum peaks of are typical of the 3C-SiC structure (red markers).

Tab. 2. Wpływ temperatury procesu na szybkość wzrostu węglika krzemu metodą TSSG. T_d – temperatura dna tygla, V – szybkość wzrostu.

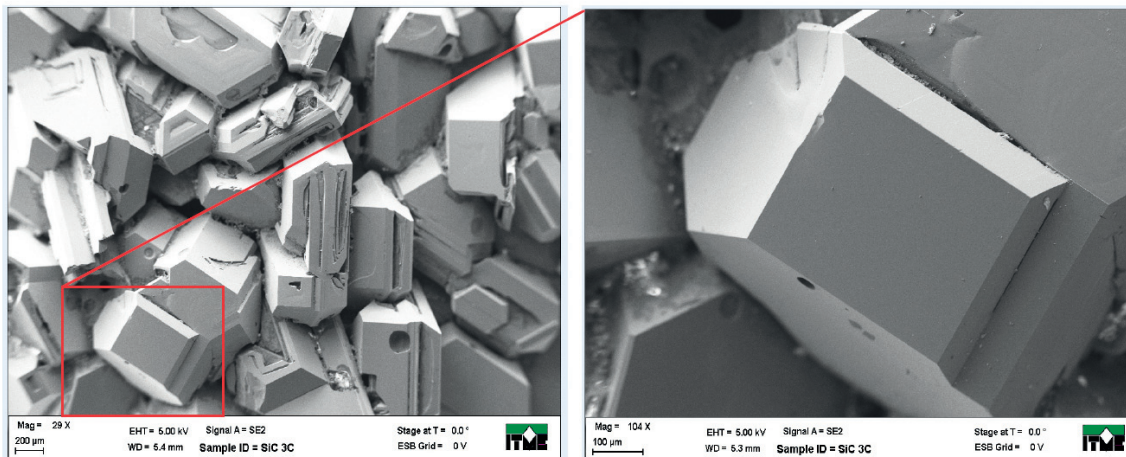
Tab. 2. Influence of the process temperature on growth speed in the TSSG technique. T_d – temperature at the bottom of the crucible, V – growth speed.

T_d [°C]	V [mm/h]
1450	0,46
1420	0,42
1380	0,14

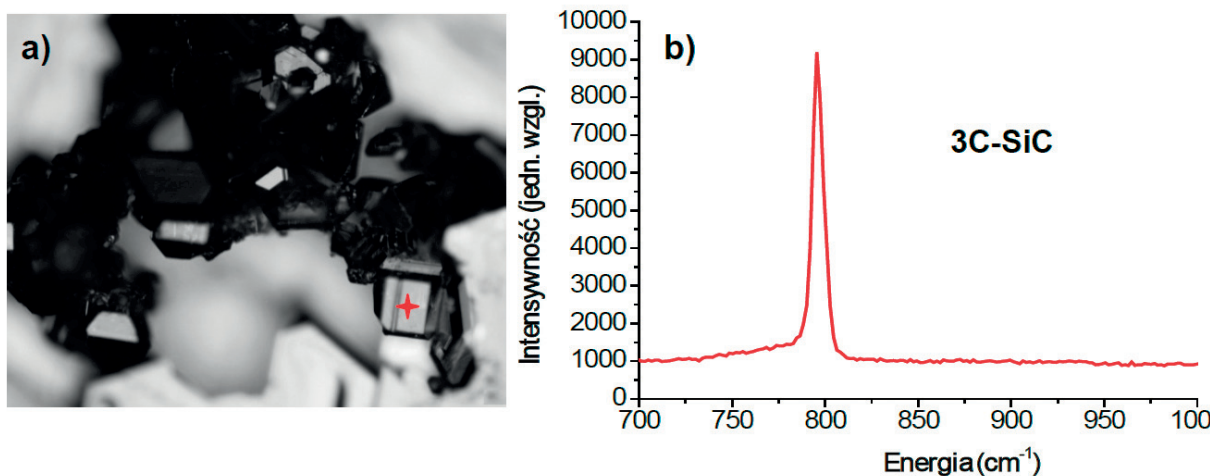
Analiza fazowa wykazała, że w temperaturze 1450°C i niższej nie powstają już inne politypy, niż 3C-SiC. W związku z tym, dalsze prace badawcze prowadzono w zakresie temperatur od 1350°C do 1450°C.

W celu określenia wpływu temperatury na szybkość krystalizacji wykonano serię procesów, w których jako wsad użyto mieszaninę proszków krzemu z domieszką 20% Ti at. i masie 75 g. Zarodkami były płytki monokryształów 6H-SiC o wymiarach 10 x 10 x 1 mm i orientacji (0001). W każdym z procesów zarodek zanurzony był w cieczy przez 10 godzin. Temperatura dna tygla podczas poszczególnych procesów wzrostu była stała i wynosiła odpowiednio 1450°C, 1400°C i 1380°C. Uzyskane szybkości wzrostu zaprezentowano w Tab. 2.

W przypadku wzrostu kryształów w temperaturze 1450°C obserwowano tworzenie się na powierzchni pojedynczych kryształów. Dalszy wzrost w takich warunkach prowadził do powstawania polikryształu (Rys. 9). Spektroskopowe badania struktury wykazały, że są to kryształy 3C-SiC (Rys. 10).



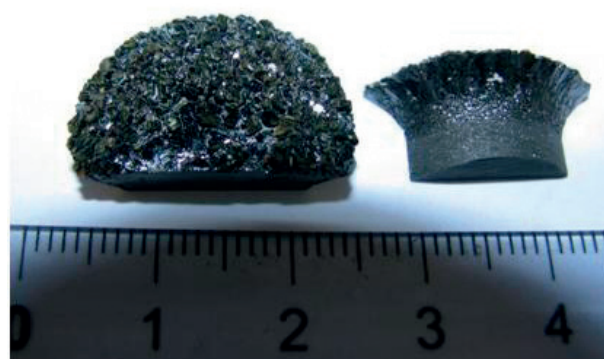
Rys. 9. Obraz polikryształu z mikroskopu SEM.
Fig. 9. SEM image of the polycrystalline structure.



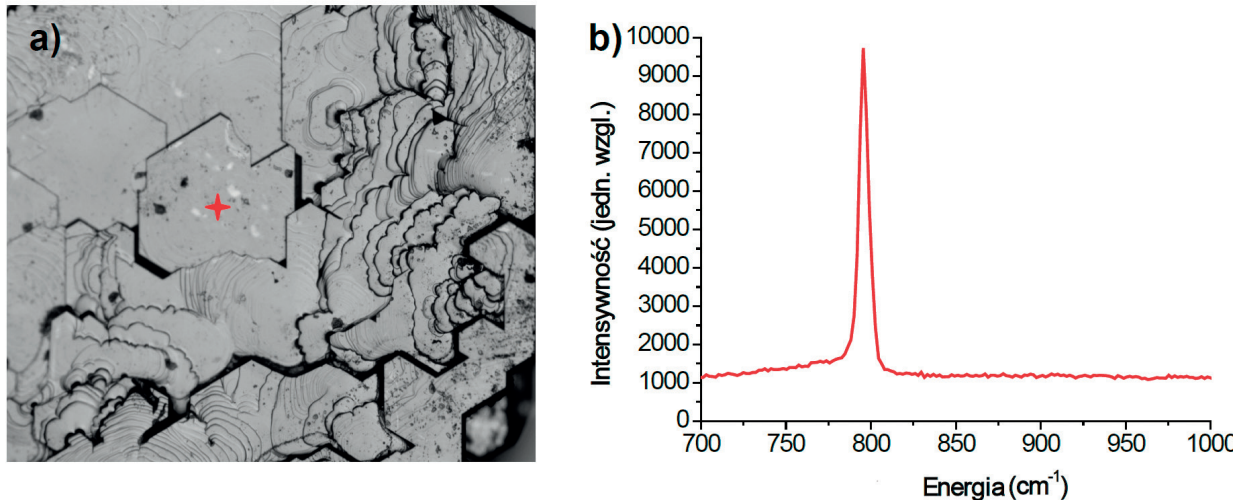
Rys. 10. Widmo Ramana pojedynczego ziarna krystalicznego otrzymanego w temperaturze 1450°C. Badany obszar (znacznik czerwony) (a). Otrzymane widmo charakterystyczne dla struktury 3C-SiC (b).
Fig. 10. Raman spectrum of a single crystal grain fabricated at 1450°C. The red marker indicates the area of measurement (a). Observed Raman shift of the 3C-SiC structure (b).

Obniżanie temperatury procesu powodowało spadek przesylenia w strefie krystalizacji. Skutkowało to obniżeniem prędkości wzrostu, lecz również pozwalało na zmniejszenie udziału polikryształów w powstającej strukturze i uzyskanie warstw monokrystalicznych. W kryształach otrzymanych w temperaturze 1380°C zaobserwowano lokalnie wzrost monokrystaliczny (Rys. 11). Strukturę politypu 3C-SiC otrzymanych warstw potwierdziły badania widma Ramana (Rys. 12).

W celu uzupełnienia badań o określenie wpływu politypu i orientacji zarodka na krystalizację przeprowadzono kolejne trzy procesy w temperaturze 1450 °C. W jednym z procesów wykorzystano zarodek politypu 6H-SiC i orientacji (000-1), w kolejnych dwóch użyto zarodków politypu 4H-SiC o orientacjach (0001) oraz (000-1). Przeprowadzone pomiary wykazały występowanie politypu 3C niezależnie od orientacji i politypu zastosowanego zarodka, szybkość wzrostu we wszystkich procesach również wynosiła 0,46 mm/h.



Rys. 11. Przekrój kryształu uzyskanego w temperaturze 1380°C. Poza wzrostem monokrystalicznych ziaren, w części centralnej kryształu zaobserwowano monokrystaliczne warstwy otrzymane na zarodku 6H-SiC o orientacji (0001).
Fig 11. Cross-section of the crystal fabricated at 1380°C. With the exception of polycrystalline structures, the single crystal layers obtained on a (0001) 6H-SiC seed are visible in the central part of the crystal.



Rys. 12. Widmo Ramana dla pojedynczego ziarna krystalicznego otrzymanego w temperaturze 1380°C. Badany obszar (czerwony znacznik) (a). Otrzymane widmo charakterystyczne jest dla struktury 3C-SiC (b).

Fig. 12. Raman spectrum of a single crystal grain fabricated at 1380°C. The red marker indicates the area of measurement (a). Observed Raman shift of the 3C-SiC structure (b).

6. Dyskusja wyników

Bardzo ważnym zagadnieniem proponowanej przez autorów metody wzrostu jest rozpuszczalność węgla w krzemie. Optymalny skład roztworu Si-C, z którego krystalizowałyby węglík krzemu powinien wynosić 1:1, jednak jest to niemożliwe ze względu na właściwości tego materiału. Zgodnie z wykresem równowagi faz, rozpuszczalność węgla w krzemie rośnie wraz z temperaturą i w temperaturze 2000°C wynosi zaledwie ~8%. Zastosowanie domieszek metali, np. chromu czy tytanu, istotnie zwiększa rozpuszczalność węgla w krzemie, kilkakrotnie zwiększając szybkość wzrostu kryształów.

Przeprowadzone eksperymenty wykazały, że najkorzystniejszy dla wzrostu politypu 3C jest przedział temperatur poniżej 1600°C. Na podstawie badań materiału otrzymanego w temperaturze 1600°C stwierdzono, że w tej temperaturze, obok krystalizacji politypu 3C zachodzi również nukleacja politypów o strukturze heksagonalnej. Nie stwierdzono natomiast, aby polityp (4H- lub 6H-SiC) oraz polarność zarodka, miały wpływ na wzrost struktur 3C-SiC przedstawioną metodą.

Ze względu na brak dostępności kryształów 3C-SiC o odpowiednich rozmiarach badania prowadzono wyłącznie na zarodkach o strukturze heksagonalnej. Podczas wzrostu węgla krzemu zmiany politypowe są powszechne, jednakże zmiana rodzaju struktury niejednokrotnie powoduje powstawanie wielu defektów struktury. Podstawowym problemem stosowania zarodki o strukturze heksagonalnej do wytwarzania kryształów 3C-SiC jest fakt, że na takim zarodku polityp 3C może nukleować z równym prawdopodobieństwem w dwóch różnych orientacjach, obróconych względem siebie o 60°. Skutkuje to tym, że nawet w korzystnych warunkach wzrostu powstają defekty typu DPB (*Double Positioning Boundaries*), czyli

granice pomiędzy połączeniami dwóch struktur [16], co pogarsza ciągłość wytwarzanych warstw oraz ułatwia powstawanie polikryształu.

7. Podsumowanie

Podstawową zaletą metody TSSG jest możliwość krystalizacji węgla krzemu w temperaturze poniżej 1600°C, która sprzyja wytwarzaniu jednorodnych politypowo struktur 3C-SiC. Charakterystyka materiałów uzyskanych w przedstawionej pracy jednoznacznie wykazała ich powstawanie, a w temperaturze poniżej 1450°C nie zaobserwowano nukleacji innych politypów.

Mimo wyraźnych korzyści metody nie istnieje obecnie na świecie opracowana technologia umożliwiająca wzrost objętościowych kryształów politypu 3C o rozmiarach umożliwiających otrzymanie zarodków, dlatego badany jest przede wszystkim wzrost 3C-SiC na podłożach o heksagonalnych odmianach politypowych 4H-SiC oraz 6H-SiC. W przypadku stosowania zarodków o powyższych strukturach, tworzenie źródeł politypu 3C obróconych względem siebie o 60° zachodzi z równym prawdopodobieństwem. W przypadku prób uzyskania objętościowych kryształów 3C-SiC, zjawisko takie prowadzi często do powstawania polikryształu.

W celu uzyskania jednorodnych struktur politypu 3C jednym z rozwiązań może być kontynuacja wzrostu wyselekcjonowanych ziaren. W tym celu konieczne byłoby przeprowadzenie szeregu następujących po sobie procesów i powiększanie objętości otrzymanych we wstępnej fazie wzrostu ziaren do momentu, w którym możliwe by było wycięcie jednorodnego zarodka politypu 3C-SiC o określonej orientacji. Jest to zadanie bardzo czasochłonne, wymagające szeregu udanych prób i doskonałej kontroli parametrów wzrostu, co stanowi bardzo duże wyzwanie technologiczne.

8. Podziękowania

Autorzy serdecznie dziękują dr. Ryszardowi Diduszko za przeprowadzenie badań XRD oraz dr. Kacprowi Grodeckiemu za wykonanie pomiarów widma Ramana. Ponadto, dziękujemy również dr. Rafałowi Jakiele za wykonanie pomiarów SIMS oraz dr Annie Piątkowskiej za badania powierzchni z wykorzystaniem techniki mikroskopowej SEM. Badania zostały przeprowadzone z funduszy Narodowego Centrum Nauki w ramach projektu badawczego o numerze umowy 2313/B/T02/2011/40.

9. Bibliografia

- [1] The status of silicon carbide and related materials – Proceedings of the 6th International Conference on Silicon Carbide and Related Materials (ICSCRM 1995), Kyoto, Japan, September 1995
- [2] Nelson W. E., Halden F. A., Rosengreen A.: Growth and properties of β -SiC single crystals, *J. Appl. Phys.*, 1966, 37, 333
- [3] Pensl G., Bassler M., Ciobanu F., Afanas V., Yano H., Kimoto T., Matsunami H.: Traps at the SiC/SiO₂ Interface, *Mater. Res. Soc. Symp.*, 2001, H3.2, 640
- [4] Locke C., Kravchenko G., Waters P., Reddy J. D., Du K., Volinsky A. A., Frewin C. L., Sadow S. E.: Growth of single crystal 3C-SiC (111) on a poly-Si seed layer, *Mater. Sci. Forum*, 2009, 633, 615 – 617
- [5] Reyes M., Waits M., Harvey S., Shishkin Y., Geil B., Wolan J. T., Sadow S. E.: Increased growth rates of 3C-SiC on Si (100) substrates via HCl growth additive, *Mater. Sci. Forum*, 2006, 527-529, 310
- [6] Bakowski M. i in.: Development of 3C-SiC MOS-FETs, *J. Telec Information Tech.*, 2007, 2, 49 – 56
- [7] Yazdi G. R., Vasiliauskas R., Iakimov T., Zakharov A., Syväjärvi M., Yakimova R.: Growth of large area monolayer graphene on 3C-SiC and comparison with other SiC polytypes, *Carbon*, 2013, 57, 477 – 484
- [8] Portail M., Michon A., Vézian S., Lefebvre D., Chenot S., Roudon E., Zielinski M., Chassagne T., Tiberj A., Camassel J., Cordier Y.: Growth mode and electric properties of graphene and graphitic phase grown by argon–propane assisted CVD on 3C-SiC/Si and 6H-SiC, *J. Cryst. Growth*, 2012, 349, 27 – 35
- [9] Suemitsu M., Jiao S., Fukidome H., Tateno Y., Makabe I. and Nakabayashi T.: Epitaxial graphene formation on 3C-SiC/Si thin films, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 2014, 47, 094016, 11
- [10] Hsia B., Ferralis N., Senesky D. G., Pisano A. P., Carraro C., Maboudian R.: Epitaxial graphene growth on 3C-SiC(111)/AlN(0001)/Si(100). *Electrochem. Solid-State Lett.*, 2011, 14, 2, 13
- [11] Knippenberg W. F.: Growth phenomena in silicon carbide, *Philips Res. Rept.*, 1963, 18, 161
- [12] Tanaka A., Shiozaki N., Katsuno H.: Synthesis and growth of 3C SiC crystals from solution at 950°C, *J. Cryst. Growth*, 2002, 1202, 237 – 239
- [13] Tanaka T., Yashiro N., Kusunoki K., Kamei K., Yau-chi A.: Solution growth of 3C-SiC single crystals by cold crucible technique, *Mater. Sci. Forum*, 2008, 191, 600 – 603
- [14] Syväjärvi M., Yakimova R. and Janez E.: Growth of SiC from the liquid phase: Wetting and dissolution of SiC, *Diamond and Related Materials*, 1997, 6, 1266
- [15] T. Tsvetkov: Phase diagram in Si-C system [1988], http://www.ioffe.rssi.ru/SVA/NSM/Semicond/SiC/figs/tairov884_SiC.gif
- [16] Yakimova R., Vasiliauskas R., Eriksson J., Syväjärvi M.: Progress in 3C-SiC growth and novel applications, *Mater. Sci. Forum*, 2012, 711, 3