

## Рост отрицательных нитевидных кристаллов в процессе электроэрозии карбида кремния

© В.А. Карачинов

Новгородский государственный университет им. Ярослава Мудрого,  
173003 Новгород, Россия

(Поступило в Редакцию 2 сентября 1997 г.)

Описаны опыты, позволившие показать, что в условиях действия импульсных тепловых нагрузок в SiC формируется нарушенный слой, который наследует типичные эрозионные дефекты (лунки, сколы, микротрещины).

1. Для ряда технических применений карбида кремния требуются как объемные профилированные монокристаллы, так и нитевидные, обладающие своеобразной формой и специфическими свойствами [1–4]. Наряду с целенаправленным, ориентированным получением нитевидных кристаллов, в том числе и в условиях электрического поля, может происходить их сопутствующий рост в виде дефектов при проведении процессов кристаллизации на затравках из паровой фазы или с участием металлов растворителей [5,6]. При этом находят проявление две формы нитевидных кристаллов: структуры роста и структуры испарения (отрицательные кристаллы). В роли структурных несовершенств они изменяют морфологию, оптическую прозрачность и другие свойства выращиваемых кристаллов [4,7].

Известно, что методы эрозионной технологии обеспечивают равномерное профилирование пластинчатых и объемных кристаллов карбида кремния [8]. Однако процессы и явления, сопутствующие этим методам, изучены еще недостаточно. В настоящей работе приводятся результаты экспериментальных исследований эрозионных следов, образующихся в кристаллах карбида кремния при воздействии импульсных электрических разрядов.

2. Электроэрозионная обработка карбида кремния осуществлялась как на промышленной, так и лабораторной установках по принципу прошивания с объемным копированием формы электрода [8,9]. Технологические процессы проводились в трансформаторном масле. Использовались профилирующие электроды простой и сложной формы (ребристые, полусферические), изготовленные из меди, алюминия, латуни, никеля, стали, кремния, графита, карбида кремния и сплавов олова. Исходным материалом для исследований служили пластинчатые монокристаллы карбида кремния политипа 6H, с  $N_d - N_a \approx 5 \cdot 10^{17} - 3 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ , толщиной  $d \approx 450 - 500 \text{ }\mu\text{m}$ .

Результаты экспериментов, в ходе которых изготавливались сквозные отверстия, полости, изучались вопросы гравировки, показали, что в условиях действия импульсных тепловых нагрузок в SiC формируется нарушенный слой, наследующий типичные эрозионные дефекты (лунки, сколы, микротрещины).

Известно, что элементарной формообразующей ячейкой в процессах эрозионного профилирования металлов является лунка [9]. Исследования эрозионных следов на полярных гранях кристаллов SiC (0001)C и (0001)Si оптическими методами (металлографический микроскоп) позволили установить, что отдельная эрозионная лунка может иметь сложное строение. Следует отметить, что углеродное самодекорирование эрозионного фронта лунок в условиях оптической прозрачности кристалла создавало условия для детального анализа их структуры и проведения достоверных измерений. Как правило, наблюдались лунки с плоским дном, а также лунки, внутри которых имелись группы кратеров либо гексагональных ямок травления. Каждая лунка содержала продукты эрозии: углерод, шлаки, расплав. Причем с увеличением энергии электрического импульса доля углерода и шлаков возрастала. Несмотря на то что в рамках настоящей работы не проводился анализ химического состава расплава, можно предположить, что в основе его лежит кремний как продукт разложения SiC, а также металл электрода (либо силицид). Это хорошо согласуется с результатами эксперимента, когда в качестве профилирующего электрода использовался SiC, а в эрозионной лунке был обнаружен расплав. Появление расплава в процессе эрозии приводит к травлению по-

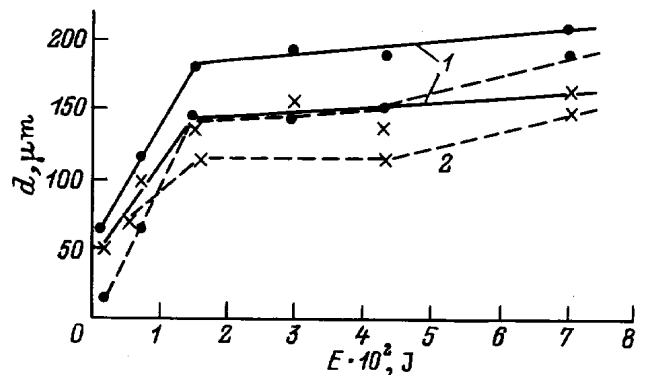
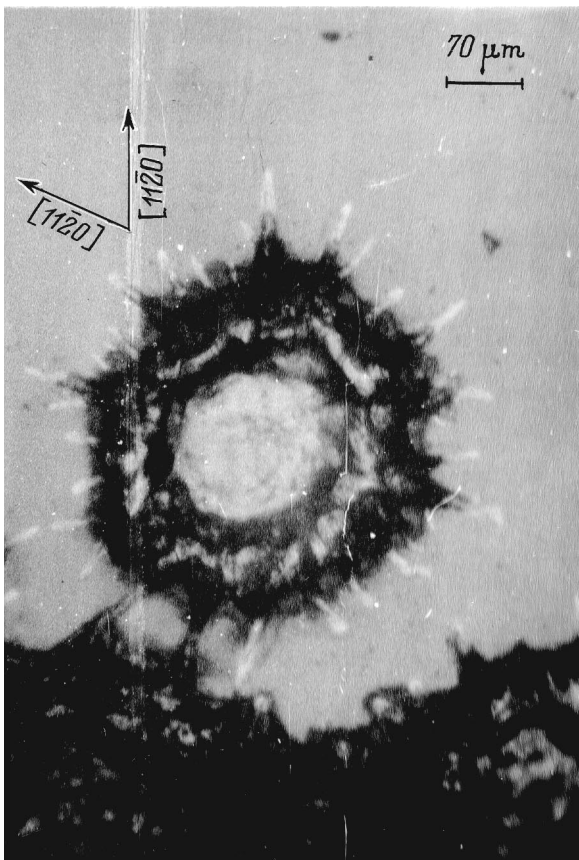


Рис. 1. Экспериментальные зависимости среднего диаметра лунки от энергии импульса 6H-SiC, трансформаторное масло. ● — (0001)C, × — (0001)Si; 1 — медный электрод (сплошные кривые), 2 — SiC электрод (штриховые).



**Рис. 2.** Полный эрозионный дефект типа EFT. 6H-SiC, грань (0001)Si, медный электрод,  $E_p = 1.48 \cdot 10^{-2}$  J.

верхности кристалла и возникновению огранки лунок на (0001)Si. Геометрические размеры лунок зависели от энергии импульса и кристаллографического направления (рис. 1). Однако процесс увеличения диаметра лунки с ростом энергии импульса быстро достигал насыщения, и одиночные лунки с диаметром более  $300 \mu\text{m}$  не наблюдались.

3. При исследовании первичных эрозионных следов был обнаружен новый тип эрозионного дефекта в карбиде кремния (рис. 2). Из-за внешнего вида дефект получил название EFT<sup>1</sup> — “erosion flat thorn” (эрозионная плоская колючка). EFT является дефектом, локализованным в пределах поверхности кристалла. Его структура базируется на эрозионной лунке, ограниченной протяженными полостями в виде шипов, имеющих продолжение под поверхностью кристалла. Кристаллографический характер дефекта проявлялся в преимущественном росте шипа в направлении  $[11\bar{2}0]$ . Как видно из рис. 2, лунка частично заполнена застывшим расплавом, следы которого ограничивают стенки той части шипов, которые расположены на поверхности кристалла. В экспериментах находили проявление следующие разновидности EFT: полные и фрагментарные. Полные дефекты обособлены

и проявляются на начальных стадиях эрозии. Они могут образовываться как на кремниевой, так и углеродной гранях (0001) кристалла. Однако на грани (0001)C присутствовали дефекты с короткими тупыми шипами. Аналогичная структура шипов наблюдалась на грани (0001)Si при больших энергиях импульса.

Фрагментарные EFT содержали ограниченное количество шипов различной длины и часть лунки. Они наиболее часто наследуются от края отверстия (полости) в процессе эрозии кристалла.

Наиболее структурно активным элементом EFT-дефекта являются шипы. Может происходить не только ветвление и изгибание шипов, но посредством них осуществляется взаимодействие обособленных дефектов. Шипы в процессе развития проявляют чувствительность также к наследуемым дефектам роста кристаллов SiC.

Анализ изложенных выше экспериментальных фактов позволил сделать вывод о том, что обнаруженный EFT-дефект образован системой отрицательных нитевидных кристаллов [4]. Зарождение и их рост напрямую связаны с эволюцией жидкой фазы, образующейся в локальном эрозионном объеме SiC. Фактически реализуется рост отрицательных нитевидных кристаллов по механизму кристалл-жидкость-пар [10]. Сложный рельеф EFT-дефекта (рис. 2) обусловлен тем, что испарение SiC с участием жидкой фазы происходит в условиях сильного отклонения от равновесия и носит взрывоподобный характер. Так, линейная скорость роста шипа в направлении  $[11\bar{2}0]$  при длительности импульса  $\tau_p = 100 \mu\text{s}$ , исходя из эксперимента, составляла  $\sim 0.7 \text{ m/s}$ .

4. В заключение приведем основные результаты работы: а) геометрические размеры эрозионных лунок и их внутреннее заполнение зависят от энергии электрического импульса и кристаллографического направления; б) образования расплава в процессе эрозии вызывает огранку лунок и рост нитевидных отрицательных кристаллов; в) EFT-дефект имеет явно выраженный кристаллографический характер; г) шипы EFT-дефекта являются структурноактивными элементами.

## Список литературы

- [1] Левин В.Н., Таиров Ю.М., Траваджян М.Г., Цветков В.Ф. // Изв. АН СССР. Сер. Неорган. материалы. 1978. Т. 14. № 6. С. 1062–1066.
- [2] Карачинов В.А. // Дислокационная структура профилированных монокристаллов карбида кремния политипа 6H. Межвуз. сб. Новгород: НРИ, 1989. С. 81–86.
- [3] Максимов А.Ю., Мальцев А.А., Юшин Н.К., Бараиш И.С. // Письма в ЖТФ. 1995. Т. 21. Вып. 10. С. 20–24.
- [4] Гиваризов Е.И. Рост нитевидных и пластинчатых кристаллов из пара. М.: Наука, 1977. 304 с.
- [5] Муратова В.И. // Нитевидные кристаллы для новой техники. Воронеж, 1979. С. 45–49.
- [6] Сафаралиев Г.К., Билалов Б.А., Эфендиев А.В. // ЖТФ. 1984. Т. 54. Вып. 10. С. 2016–2020.

<sup>1</sup> EFT — авторское название дефекта.

- [7] *Лилов С.К., Таиров Ю.М., Цветков В.Ф., Чернов М.А.* // Нитевидные кристаллы. Воронеж, 1975. С. 106.
- [8] *Баженов О.Г., Карачинов В.А.* // Письма в ЖТФ. 1996. Т. 22. Вып. 21. С. 26–29.
- [9] *Лившиц А.Л., Кравец А.Г., Рогачев Н.С., Сосенко А.Б.* Электроимпульсная обработка металлов. М.: Машиностроение, 1967. 295 с.
- [10] *Wagner R.S.* // J. Cryst. Growth. 1968. Vol. 3. N 4. P. 159–161.