第 49 卷第 4 期
2021 年 4 月

硅 酸 盐 学 报
JOURNAL OF THE CHINESE CERAMIC SOCIETY

Vol. 49，No. 4
April，2021

http://www.gxyb.cbpt.cnki.net

DOI：10.14062/j.issn.0454-5648.20200508

无微管缺陷六英寸 SiC 单晶的制备

张福生，杨 昆，刘新辉，路亚娟，牛晓龙，尚远航，李婷婷

(河北同光晶体有限公司，河北 保定 071051)

摘 要：SiC 单晶衬底中的微管缺陷对 SiC 基器件是一种致命的缺陷，会严重影响 SiC 功率器件的成品率。基于物理气相传输(PVT)法，通过改进生长设计装配制备了绝对零微管缺陷 6 in 的 *n* 型 4H-SiC 单晶。从结晶学和动力学原理对改进生长设计装配消除微管的机理进行分析，阐明了单晶生长过程中微管分解和闭合的机制。采用的优化生长设计方案不仅有利于提高 SiC 单晶生长的稳定性，更可以提高 SiC 单晶的结晶质量，达到快速降低微管缺陷目的。所制备的无微管缺陷、大尺寸 6 in *n* 型 4H-SiC 单晶更加适合制作高压以及特高压功率器件。

关键词：微管缺陷；碳化硅单晶；微管闭合
中图分类号：TB34 **文献标志码**：A **文章编号**：0454–5648(2021)04–0736–07
网络出版时间：2021–03–16

Growth of Six Inches SiC Single Crystals Without Micropipe Defect

ZHANG Fusheng, *YANG Kun*, *LIU Xinhui*, *LU Yajuan*, *NIU Xiaolong*, *SHANG Yuanhang*, *LI Tingting*
(Hebei Synlight Crystal Co.,Ltd, Baoding 071051, Hebei, China)

Abstract: The micropipe (MP) in silicon carbide (SiC) single crystal substrate is a fatal defect for SiC-based devices, which will seriously affect the yield of SiC power devices. In this paper, the 6 in *n*-type 4H-SiC single crystals without micropipe defect were prepared by the optimized growth design based on physical vapor transport (PVT) method. The effects of the optimized growth design on the elimination of micropipes were also studied. Based on the principle of crystallography and kinetics, the mechanism of micropipe decomposition and closing is clarified. In summary, the optimized growth design adopted in this paper not only promotes the stability of SiC single crystal growth, but also can improve the crystalline quality of SiC single crystal, and can quickly reduce the density of micropipes. The prepared large size 6 in *n*-type 4H-SiC single crystals without micropipe defect will be more suitable for making high-voltage and ultra-high-voltage power devices.

Keywords: micropipe defect; 4H-silicon carbide single crystals; micropipe closing

碳化硅(SiC)单晶是碳与硅原子以 1:1 的化学计量比组成的宽禁带半导体材料。通过共价键结合的晶体结构使得 SiC 具有许多独特的物化性能。作为新兴半导体材料，SiC 展现出来了高临界电场强度、高饱和载流子迁移速率、高硬度、高热导率、高抗辐射、耐高温、耐酸碱腐蚀等众多优异性能。这些独特的性能使得 SiC 单晶材料能够广泛地应用于大功率、高频、高温以及高辐射等严酷条件下的电力电子器件[1–2]。选用 SiC 单晶材料制备的肖特基势垒二极管(SBD)和金属场效应晶体管(MOSFET)已经应用在新能源电动汽车、机车牵引、大功率充电桩和智能电网等领域，并且展现出了优于第一代半导体材料硅基器件的良好性能[3–5]。另外，采用 SiC 基外延的氮化镓制作的高电子迁移率晶体管(HEMT)已经成功应用于大功率微波通讯和新兴 5G 通讯领域，相对于第二代半导体砷化镓基器件具有更高的频率和更大的带宽比性能[6–7]。

但是，SiC 单晶衬底中的各种缺陷对电子器件

收稿日期：2020–07–09。 修订日期：2020–08–17。
基金项目：河北省科技计划(19941022G)；河北省重点研发计划(19211106D)资助。
第一作者：张福生(1989—)，男，博士。
通信作者：杨 昆(1988—)，男，博士，高级工程师。

Received date: 2020–07–09. **Revised date:** 2020–08–17.
First author: ZAHNG Fusheng (1989–), male, Ph.D.
E-mail: wulizfs@163.com
Correspondent author: YANG Kun (1988–), male, Ph.D., Senior Engineer.
E-mail: yk@synlight.cn

的可用性、可靠性以及稳定性等性能指标有着极大的影响。如已报道的 SiC 单晶中的微管缺陷会增加漏电流和降低击穿电压，直接造成器件击穿而损坏[8–9]。经过近 30 年来，对 SiC 单晶生长工艺的改进和生长装配的改良，已将三维缺陷和二维缺陷控制在超低密度的水准，并且已有绝对无微管缺陷的 2~4 in 4H-SiC 单晶材料的报道[10–11]。但对于 SiC 基功率器件的发展，特别是在高压和特高压方面的应用，单个器件的需求尺寸面积更大。若在制备器件的 SiC 衬底内部出现一个致命微管缺陷，将导致整个器件失效，这将大大地降低制作器件的成品率。这将对 SiC 单晶衬底提出了更高的要求，不仅要求更大的晶圆衬底尺寸而且要求更高的质量品质。因此，对于大尺寸 SiC 单晶中微管缺陷降低和消除方法的研究，显然具有重要的研究价值。

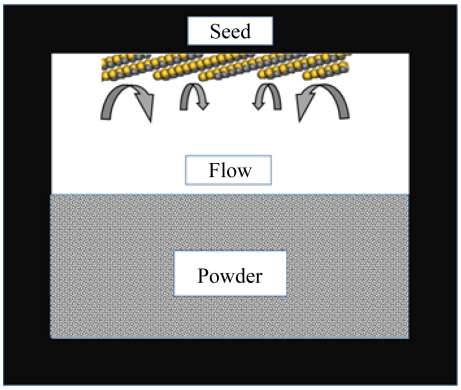
本工作将阐述如何通过优化生长工艺装配，以规避开微管产生和增殖的诱发因素，并创造出有利于微管闭合的生长条件，从而快速制备出绝对无微管缺陷的大尺寸 6 in 4H-SiC 单晶。

1　实验

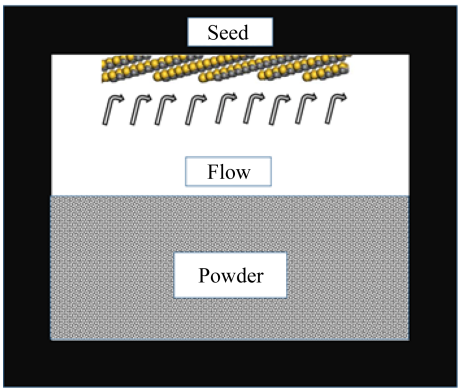
1.1　样品制备

采用现行最为成熟的物理气相传输(PVT)法生长 6 in *n* 型 4H-SiC 单晶。设备主要组成系统包括真空系统、感应加热系统、石墨生长系统、冷却系统以及自动控制系统。在实验中，使用具有低微管密度的 6 in 偏 4°非正向 4H-SiC 晶片作为籽晶，在生长温度 2 100~2 400 ℃，氩气和氮气混合压力 10~150 mbar 的条件下进行单晶生长。详细生长方法参见参考文献[12]。

与常规生长工艺装配设计(见图 1a)不同，本实验采用如图 1b 所示的改进型工艺装配设计方案。通过采用引流装配或非对称温场设计，在生长过程中能够调控生长组分的流向和组分流密度。从而形成与生长台阶方向向对的均匀组分流流动。由图 1 可以看出，在常规生长装配条件下，生长组分流的方向部分与生长台阶流方向同向，部分与台阶流方向相向。而在改进的装配设计中，生长组分流的方向几乎都与台阶流的方向相向。6 in *n* 型 4H-SiC 晶体如图 2a 所示。将获得的单晶晶锭经过切割、研磨、抛光后制备出标准的 6 in SiC 单晶衬底。为了验证能够将微管快速消除，特抽取靠近籽晶的第 5 片晶片作为检测样品(图 2b)，并标记为 TG-05。将本实验中采用的带有微管缺陷的 6 in 籽晶标记为 TG-SD。将常规生长的晶片标记为 TG-CO。为了更清楚地观察微管的消失，将用本实验方案生长的另一块晶体进行纵向切割，再通过研磨和抛光加工，获得纵切片样品，并标记为 TG-CS。



(a) Conventional design



(b) Optimized design

图 1　不同装配设计的 PVT 法生长 SiC 单晶示意图

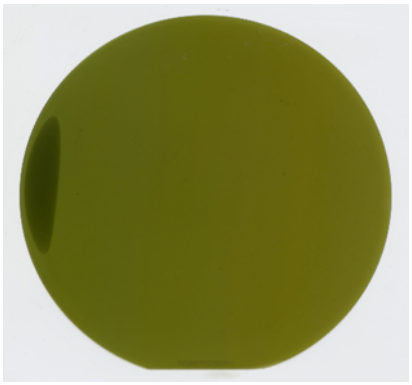
Fig. 1　Schematic diagrams of SiC single crystal growth by PVT method with different design

1.2　样品表征

用 Horiba HR Evolution 型共聚焦微区 Raman 光谱仪表征描绘了生长单晶晶型分布，测试条件：激发光源为 532 nm 固态激光器，最高分辨率能达到 0.73 cm^{-1}。用应力仪表征了 6 in 4H-SiC 单晶的内部应力。用 D8-Discover 型高分辨 X 射线衍射仪表征了 SiC 单晶体的结晶质量和晶格取向的变化，测试条件：Cu 靶，Cu 的 $K_{\alpha 1}$ 射线经单色器双晶 Ge (220)选择衍射后波长为 0.154 056 nm，测试了样品(004)衍射面的摇摆曲线。用 NC-80MAP 型非接触电阻率测试仪测试了晶片的电学性能参数分布。用 OLYMPUS-BX51 型光学显微镜在偏光模式下表征和统计了单晶中的微管缺陷。



(a) SiC ingot



(b) SiC wafer

图 2 获得的 6 in 4H-SiC 单晶的照片

Fig. 2 Photographs of the 6 in 4H-SiC single crystal

2 结果与讨论

2.1 SiC 单晶的结晶质量参数

SiC 晶体有 200 多种晶型，而在 2 000 ℃以上生长的 SiC 单晶中，最常出现的是 6H、4H 和 15R-SiC 晶型[13]。由于生长条件比较接近，在晶体生长过程中很容易产生晶型夹杂现象，即出现 2 种或 2 种以上的晶型。导致 SiC 单晶在生长过程中产生多型因素有多种：1) 生长组分中 C/Si 比例；2) 生长表面台阶形貌，过宽的台阶上会形成异相晶型成核生长；3) 异相组分(硅滴或碳颗粒)沉积在生长前沿表面，从而导致附着在异相颗粒上的 SiC 多型非均匀成核生长而产生多型体[14–15]。

而且，由于多型的晶格参数不同，在晶型交界处会存在晶格错位，往往会引发微管和位错等其他缺陷的伴生，这将会大大地降低 SiC 单晶的生长质量[10, 16–17]。因此，为了制备无微管缺陷的 6 in SiC 单晶，应当避免多型的产生。不同 SiC 晶型由于结构不同，声子 Raman 光谱表现出明显差别。因此，Raman 光谱检测是一种鉴定 SiC 晶型分布的可靠方法。通过 Raman 光谱扫描方式，对改进生长工艺装配生长的 SiC 单晶进行了晶型表征。扫描结果如图 3 所示，表明整个晶片全为单一的 4H-SiC 晶型。在晶型控制方面，改进后的工艺装配有着独特的优势点。从晶体生长动力学上，由于在生长过程中，除了小面区域，所调控的生长组分流方向一直与台阶的方向是相向的，所以单晶生长表面的组分原子很快能够达到生长台阶的扭折位，保证了原子台阶的有序推进。从而完整地复制了单晶的晶型结构。另外，台阶的有序推进不会产生台阶的聚并现象，就不会产生宽大的台阶，从而避免了由于宽台阶产生的二维多型成核现象。因此，改进后的生长工艺装配极大地提高了 6 in *n* 型 SiC 单晶晶型的稳定性。

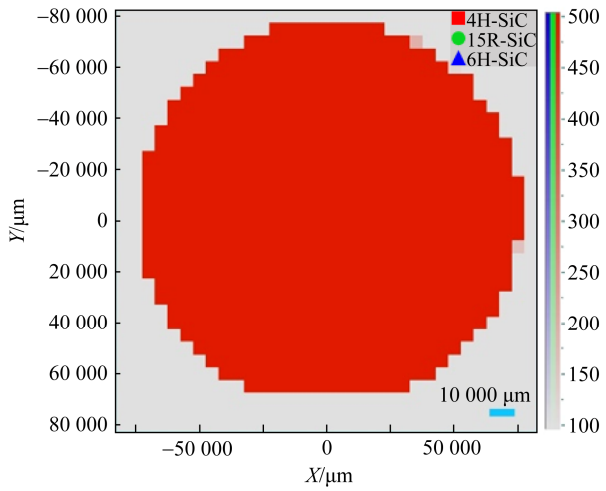
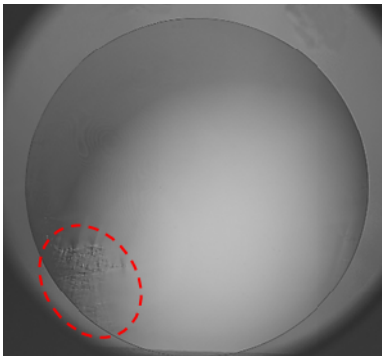


图 3 生长 6 in SiC 单晶晶型的 Raman 光谱扫描图

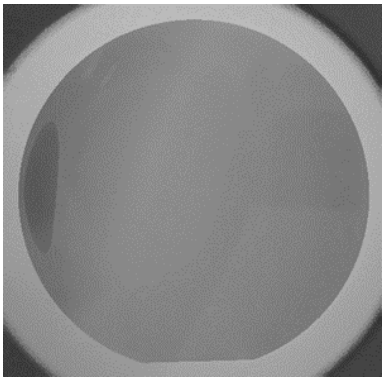
Fig. 3 Raman mapping of 6 in SiC wafer

利用偏光应力仪对常规工艺以及改进工艺的 SiC 单晶衬底进行了内部应力的表征，其结果如图 4 所示。从图 4 可以看出，常规工艺制备的 TG-CO 样品中存在着较大的应力聚集区，如图 4a 中虚线圆圈中的标识。这些应力区和晶体内部的大型缺陷有关，由于缺陷改变了晶体中原子排列方式，使得透射光线偏振方向发生转变，从而表现出来明亮的应力条纹。能引起应力斑的缺陷主要包括了多型、晶界、空洞、多晶以及大型微管或微管簇等[18–19]。当晶体中残余应力超过晶体阈值时，会造成单晶体的开裂。因此，高品质的 SiC 单晶体中不应存在任何的应力斑点。在改进生长工艺条件后，制备出来的 SiC 晶片中的应力分布如图 4b 所示。由图 4b 可以看出，整片 6 in SiC 晶片中无任何应力亮斑，说明生长的 SiC 单晶的结晶质量较好。



Stress area introduced by macro-defects showed in the dotted circle.

(a) Conventional technique



(b) Optimized technique

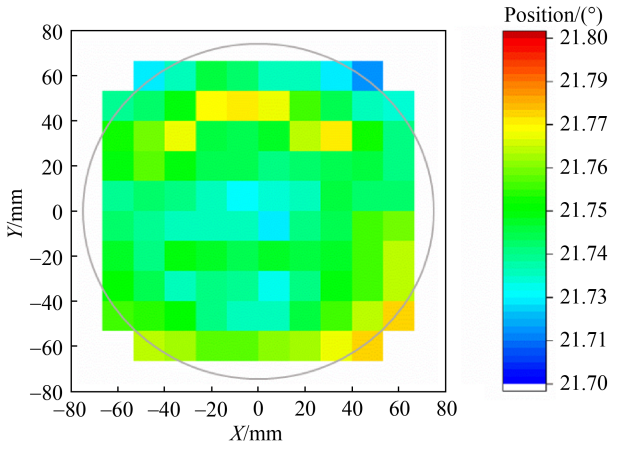
图 4　晶片偏光应力分布照片

Fig. 4　Photographs of stress distributions in the different wafers

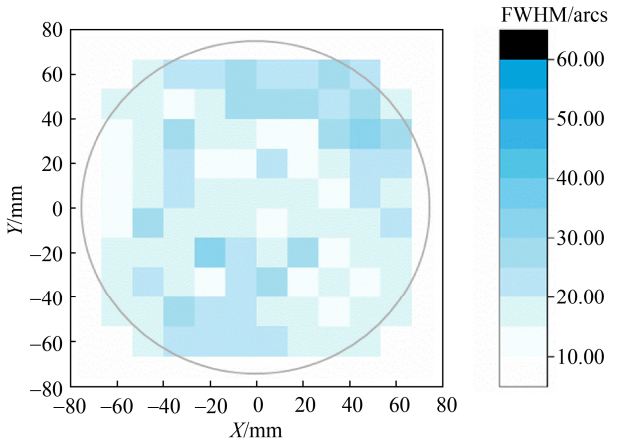
为了进一步验证改进工艺后的 SiC 单晶质量，使用高分辨 XRD 对生长后的 SiC 单晶的(004)晶面进行了摇摆曲线模式测试，结果如图 5 所示。基于高分辨 XRD 的分辨率能够达到 0.000 1°，能够探测到晶格参数的埃级(10^{-10} m)变化。因此，高分辨 XRD 常常用来表征晶体的晶格常数、基平面弯曲以及结晶总体质量。从图 5a 中峰位的分布变化，可以得出整个晶片的取向差在 0.04°以内，并且在 X 轴方向的曲率半径≥132 m。这表明制备的 6 in n 型 SiC 单晶的晶格基平面弯曲较小以及堆垛层错较少。另外，其测试摇摆曲线的半峰宽多数都在 30 弧秒以下，平均半峰宽为 19 弧秒。这表明制备的 6 in n 型 SiC 单晶的结晶质量非常高，内部不存在大量的微观缺陷。

2.2　SiC 单晶的电学性能

导电型的 SiC 衬底主要应用于电力电子功率半导体领域。对衬底的电学性能要求是电阻率越低越均匀越好，但必须是在保证结晶质量良好的前提下。SiC 单晶中的电阻率会受到掺杂浓度、掺杂原子类型、内部缺陷的影响。为了表征制备 6 in n 型 SiC 单晶晶片的电阻率分布情况。采用了非接触无损伤的涡流方法对其电阻率进行了测试。测试结果如图 6 所示，从图 6 中可以看出所制备出的 6 in n 型 4H-SiC 单晶晶片的电阻率值在 16.8~22.2 mΩ·cm 之间。电阻率分布均匀，统计的离散系数为 3.5%。平均电阻率值为 20.5 mΩ·cm，已能很好地满足功率器件的制作要求。



(a) Positions of peaks



(b) FWHMs of peaks

图 5　6 in SiC 单晶的(004)晶面高分辨 XRD 摇摆曲线扫描图

Fig. 5　HR-XRD rocking curves mappings of (004) reflection of 6 in SiC single crystal

除了 SiC 单晶的小面区域外，整体电阻率分布十分均匀。这主要是因为小面区域的生长模式的不同，此处为螺位错生长机制，为其他区域提供生长的台阶源。小面区域的生长速率较慢，发生了增强杂质掺杂效应。这就使得小面区域的掺杂浓度高于其他区域，表现为如图 2b 中的暗色椭圆区域。而整体电阻率较高的均匀性得益于改进的生长工艺。均匀的组分流供应以及稳定的台阶流推进，都是制备高质量高均匀导电 n 型 SiC 单晶的重要基础条件。

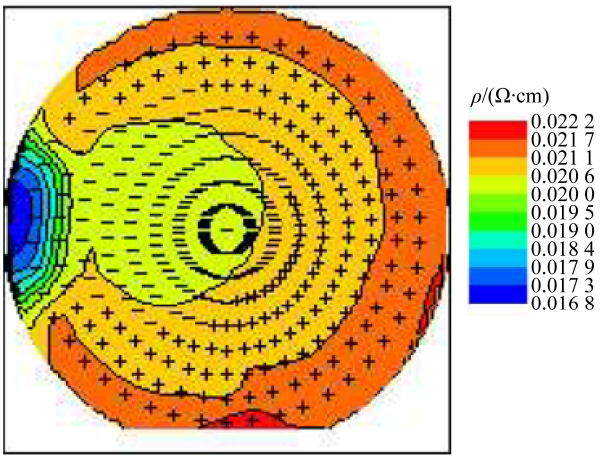


图 6 6 in *n* 型 SiC 单晶晶片的电阻率分布图

Fig. 6 Resistivity contours of 6 in *n*-type SiC wafer

2.3 微管缺陷的表征与消除机制

微管缺陷是一种核心中空的超级螺位错。当 SiC 单晶中螺位错缺陷(TSD)的 Burgers 矢量足够大时，就会因为应变能较大从而造成化学键的断裂，在螺位错中心形成中空的微管缺陷。Frank 根据形成中空释放的弹性应变能与空芯的自由表面能之间的能量关系，给出形成的微管半径 r_{MP} 满足如下关系式[20]：

$$r_{MP}=\frac{\mu|\boldsymbol{b}|^2}{8\pi\gamma} \tag{1}$$

其中：μ 为晶体的剪切模量；$\boldsymbol{b}$ 为 Burgers 矢量；γ 为晶体的比表面自由能。在 4H-SiC 晶体中，当螺位错的 Burgers 矢量为 3$\boldsymbol{c}$ ($\boldsymbol{c}$ 为晶格常数)及以上时，就会转变为微管。微管产生的原因除了上面提到的多型因素外，还有非均匀温场、非均匀成核、籽晶处理、污染等结晶学和晶体生长技术因素[21]。在此不再做详细讨论。为减少和消除微管缺陷密度，必须避免诱发和产生微管的条件。

在上述的偏光应力仪下，也能看到微管缺陷。但由于分辨率以及应力斑的形貌原因，难以区分微管和其他缺陷。因此微管检测需要用到特定的光学模式显微镜。微管的光学检测原理主要是微管引起的晶体内部的应力双折射现象，具体的检测原理如图 7a 所示。当自然光经过起偏片后，光束变成了特定方向的偏振光；偏振光经过样品中的微管区域时，晶体中的应力双折射使得原来的偏振光转变为椭圆偏光；而椭圆偏振光经过检偏片后，就会产生不同方位的光强分布。宁丽娜等曾提出微管的双折射应力斑的强度 I 计算公式如下[22]：

$$I=A/r^2\sin^2(2\theta-2\alpha)\quad r>r_{MP} \tag{2}$$

$$I=0\quad r\leqslant r_{MP} \tag{3}$$

其中：A 为光强常数；r 为半径；θ 为假设坐标系中 Y' 轴与 SiC 单晶坐标系 X 轴的夹角；α 为 SiC 单晶坐标系 X 轴与起偏片方向的夹角；r_{MP} 为微管的中空半径。最终可以观察到如图 7a 中插图所示的高亮度的蝴蝶斑形状。而在偏角的 SiC 晶片中看到的 4 个蝴蝶亮斑不是完全对称分布的，主要是因为偏角而造成光强分布有偏差。

采用正交偏光显微镜对改进工艺实验中的籽晶 TG-SD 样品以及生长后的 TG-05 样品进行了全片的微管检测和统计。在测试中，将 6 in 晶片样品划分为 10 mm×10 mm 的小方格，对每个小方格进行逐一检测统计。统计结果如图 7b 和图 7c 所示，可以看出在籽晶中存在少量的微管，而通过改进生长工艺装配后生长的 SiC 单晶中第 5 片晶片中已经看不到任何微管存在。这说明能够很快将微管完全消除，获得了无微管缺陷 6 in *n* 型 4H-SiC 单晶晶片。

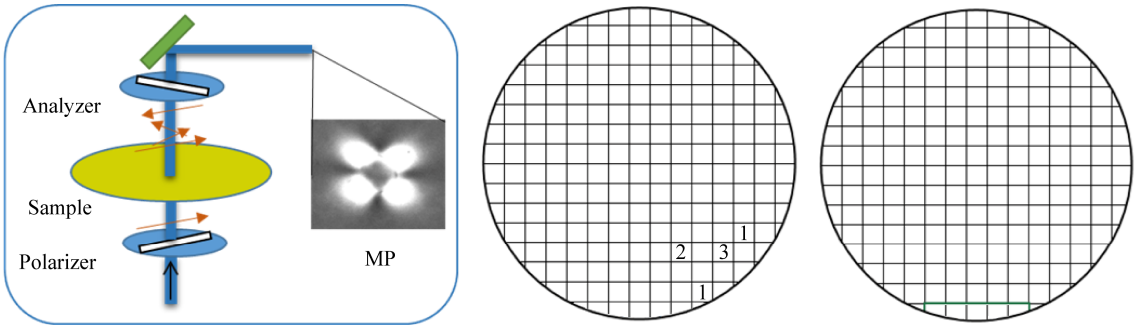
为了探究微管的消除机制，将同样在改进生长工艺设计条件下生长的另一块 SiC 晶锭进行纵向切割获得纵切片 TG-CS 样品。并采用显微镜对其微管的变化进行观察，结果如图 8a 所示。从图 8a 中可以看出微管很快地闭合并消失了，但是，也可以看到在 SiC 单晶体内部会有短微管形成，并且又很快地消失了。从结晶学和晶体生长动力学上进行分析，改进生长工艺装配后，生长组分流能够很快地到达晶体生长台阶的扭折位置固定下来，减少了生长原子在台阶平台面的停留时间。由此便创造了快速的台阶流推进生长模式，而快速的推进的台阶将跨过台阶平面内的微管，如图 8b 所示。而快速推进的台阶将使得原来的微管露头部发生向基平面内的分解，形成基平面内的层错缺陷，层错缺陷会再次转回为沿着 c 轴的螺位错缺陷[23]。经过多次转化后，原来的微管被完全分解为螺位错缺陷而闭合，基本过程如图 8c 所示。微管的闭合机理可以用如下公式来表示：

$$n\boldsymbol{c}(\text{micropipe})=n\times 1\boldsymbol{c}(\text{screw dislocation}) \tag{4}$$

即具有 $n\boldsymbol{c}$ 的 Burgers 矢量的微管可以分解为 n 个螺位错。而对于短微管的形成和消失，可以从图 8c 中看出，当分解后的层错缺陷遇到同向螺位错时发生聚并现象，即上述分解过程的逆过程，就会重新形成 $n\boldsymbol{c}$ 的微管。而这种微管在此生长条件下难以存在，又很快发生了微管的闭合而消失。由此推理，要想快速获得无微管缺陷的 SiC 单晶，必须采

用微管缺陷较少的籽晶。

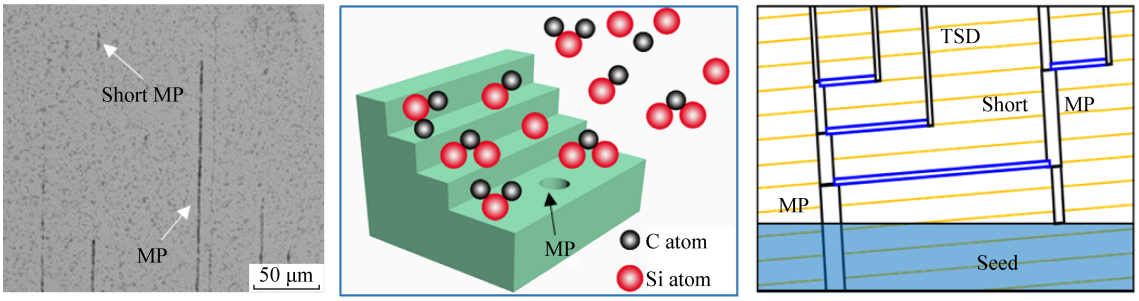
综上可知，改进后的生长工艺为微管的快速闭合创造了有利的生长条件，并由此实现了无微管缺陷 6 in *n* 型 4H-SiC 单晶的制备。



(a) Cross-polarizer micropipe imaging technique　(b) Seed of TG-SD　(c) Sample TG-05

图 7　正交偏光显微镜检测微管的原理示意图以及微管统计图

Fig. 7　Schematic diagram of cross-polarizer micropipe imaging technique and the counts of micropipes (MP)



(a) Image of micropipes closing　(b) SiC crystal growth process　(c) Micropipe closing and rebirth

图 8　SiC 单晶中微管闭合及短微管形成的图片和示意图

Fig. 8　Microscopic image and schematic diagrams of micropipe closing and short micropipe formation in SiC single crystal

3　结论

通过基于 PVT 生长方法的改进生长设计方案，成功制备出来了无微管缺陷 6 in *n* 型 4H-SiC 单晶。生长的 SiC 单晶为单一的 4H 晶型。优化工艺后，有利于生长台阶的有序推进，并提高 SiC 单晶晶型的稳定性。制备的 SiC 晶片中无任何的应力斑出现，表明晶片中无宏观缺陷。6 in SiC 单晶的晶格基平面弯曲较小并且结晶质量较高，其(004)衍射指数的平均半峰宽低至 19 弧秒。整个 6 in SiC 单晶片的电阻率分布均匀。研究了微管的快速消除机制。通过优化生长设计装配，以快速推进的台阶流模式增强了微管的快速分解和闭合。并从结晶学和动力学上进行解释。阐明了 SiC 单晶中短微管的产生和消失机理。

制备出来的无微管大尺寸 6 in *n* 型 4H-SiC 单晶更加适合制作高压以及特高压功率器件。

参考文献:

[1] CASADY J, JOHNSON R W. Status of silicon carbide (SiC) as a wide-bandgap semiconductor for high-temperature applications: A review[J]. Solid State Electron, 1996, 39(10): 1409–1422.

[2] SIERGIEJ R, CLARKE R, SRIRAM S, et al. Advances in SiC materials and devices: an industrial point of view[J]. Mater Sci Eng: B, 1999, 61: 9–17.

[3] JI S, ZHANG Z, WANG F. Overview of high voltage SiC power semiconductor devices: Development and application[J]. CES Transact Electr Syst, 2017, 1(3): 254–264.

[4] WANG F F, ZHANG Z. Overview of silicon carbide technology: Device, converter, system, and application[J]. CPSS Transact Power Electr Appl, 2016, 1(1): 13–32.

[5] ZHU J, KIM H, CHEN H, et al. High efficiency SiC traction inverter for electric vehicle applications[C]//2018 IEEE Appl Power Electr Conf Expos (APEC), San Antonio, US, 2018: 1428–1433.

[6] NAKATANI K, YAMAGUCHI Y, KOMATSUZAKI Y, et al. A Ka-band high efficiency doherty power amplifier MMIC using GaN-HEMT for 5G application[C]//2018 IEEE MTT-S International Microwave Workshop Series on 5G Hardware and System Technologies (IMWS-5G), Dublin, Ireland, 2018: 1–3.

[7] LI H, ZHUO J, LI Y, et al. A MMIC GaN Power Amplifier Design for

5G Communication System[C]//2019 IEEE 3rd Advanced Information Management, Communicates, Electronic and Automation Control Conference (IMCEC), Chongqing, China, 2019: 1788–1791.

[8] WAHAB Q, ELLISON A, HENRY A, et al. Influence of epitaxial growth and substrate-induced defects on the breakdown of 4H–SiC Schottky diodes[J]. Appl Phys Lett, 2000, 76(19): 2725–2727.

[9] NEUDECK P G, POWELL J A. Performance limiting micropipe defects in silicon carbide wafers[J]. Ieee Electr Dev L, 1994, 15(2): 63–65.

[10] BASCERI C, KHLEBNIKOV I, KHLEBNIKOV Y, et al. Growth of micropipe-free single crystal silicon carbide (SiC) ingots via physical vapor transport (PVT)[C]//Materials science forum, Newcastle, UK, 2006, 527: 39–42.

[11] LEONARD R, KHLEBNIKOV Y, POWELL A R, et al. 100 mm 4HN-SiC wafers with zero micropipe density[C]//Materials Science Forum, Nürnberg, Germany, 2009, 600: 7–10.

[12] SHENG S, XIAO-BO H, XIAN-GANG X. Growth and characterization of semi-insulating SiC single crystal[J]. J Synth Cryst, 2012, 41(S1): 166–169.

[13] JEPPS N, PAGE T. Polytypic transformations in silicon carbide[J]. Progr Cryst Growth Character, 1983, 7(1/4): 259–307.

[14] SCHMITT E, STRAUBINGER T, RASP M, et al. Polytype stability and defects in differently doped bulk SiC[J]. J Cryst Growth, 2008, 310(5): 966–970.

[15] LIU C J, CHEN X L, PENG T H, et al. Step flow and polytype transformation in growth of 4H-SiC crystals[J]. J Cryst Growth, 2014, 394: 126–131.

[16] WANG S, SANCHEZ E, KOPEC A, et al. Study of polytype switching *vs.* micropipes in PVT grown SiC single crystals[J]. Silicon Carbide Relat Mater, 2004, 457/460: 51–54.

[17] GAO P, XIN J, LIU X, et al. Control of 4H polytype of SiC crystals by moving up the crucible to adjust the temperature field of the growth interface[J]. Crystengcomm, 2019, 21(45): 6964–6968.

[18] WU P, YOGANATHAN M, ZWIEBACK I. Defect evolution during growth of SiC crystals[J]. J Cryst Growth, 2008, 310(7–9): 1804–1809.

[19] GUO J, YANG Y, RAGHOTHAMACHAR B, et al. Mapping of Lattice Strain in 4H-SiC Crystals by Synchrotron Double-Crystal X-ray Topography[J]. J Electron Mater, 2018, 47(2): 903–909.

[20] FRANK F. Capillary equilibria of dislocated crystals[J]. Acta Crystallogr, 1951, 4(6): 497–501.

[21] GLASS R, HENSHALL D, TSVETKOV V, et al. SiC seeded crystal growth[J]. Phys Status Solidi, 1997, 202(1): 149–162.

[22] NING L, HU X, XU X, et al. Birefringence images of micropipes viewed end-on in 6H-SiC single crystals[J]. J Appl Crystallogr, 2008, 41(5): 939–943.

[23] KAMATA I, TSUCHIDA H, JIKIMOTO T, et al. Influence of 4H–SiC growth conditions on micropipe dissociation[J]. Jpn J Appl Phys, 2002, 1(10B): L1137.