

Контроль формирования слоев графена на подложках 6H-SiC(0001) методом *in situ* дифракции быстрых электронов на отражение

© Д.Е. Дураков^{1,2}, А.С. Петров^{1,2}, Д.И. Роголо^{1,2}, А.А. Макеева¹, Д.А. Насимов¹, Д.Ф. Никифоров^{1,2}, Н.Н. Курусь¹, А.Г. Милехин¹, Д.В. Щеглов¹, А.В. Латышев^{1,2}

¹ Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова Сибирского отделения Российской академии наук, 630090 Новосибирск, Россия

² Новосибирский государственный университет, 630090 Новосибирск, Россия

E-mail: durakov@isp.nsc.ru

Поступила в Редакцию 2 июня 2025 г.

В окончательной редакции 16 июня 2025 г.

Принята к публикации 30 июня 2025 г.

Исследовано изменение дифракционных картин в режиме *in situ* в процессе формирования графена на поверхности подложек 6H-SiC(0001). Определены характерные особенности изменения дифракционных картин при индуцированных термическим отжигом морфологических переходах от изначально шероховатой поверхности 6H-SiC(0001) к ступенчато-террасированной с последующим формированием на ней буферного углеродного слоя и, далее, эпитаксиального графена. С помощью *ex situ* методов атомно-силовой микроскопии, сканирующей электронной микроскопии и комбинационного рассеяния света установлена корреляция морфологии, стехиометрического состава и степени совершенства поверхности образцов с наблюдаемыми дифракционными картинками, полученными на соответствующих этапах формирования графена.

Ключевые слова: графен, SiC, ACM, KPC, СЭМ, ДБЭО.

DOI: 10.61011/FTP.2025.02.60984.8241

1. Введение

Графен — это углеродный материал толщиной в один атомарный слой, кристаллическая структура которого представляет собой двумерную сотовую решетку. Графен обладает, хорошей теплопроводностью, гибкостью и упругостью, высокой подвижностью носителей заряда из-за чего привлекает к себе внимание с фундаментальной и прикладной точки зрения. На основе графена уже разработано множество приборов, функционирующих в лабораторных условиях [1], в том числе и транзисторы [2]. Стоимость изготовления, масштабируемость производства и другие факторы напрямую зависят от метода роста. Однако одной из главных трудностей в создании электронных приборов на основе графена является получение качественных слоев графена, закрепленных на подложке. В связи с этим перспективным является метод термического разложения карбида кремния (SiC) для получения на его поверхности графена.

Для достижения полного контроля в формировании графена методом термического разложения необходимо умение управлять изменением стехиометрического состава приповерхностных слоев непосредственно в процессе отжига. К настоящему времени была продемонстрирована возможность выращивания идеально контролируемых слоев графена на подложках SiC(0001) с помощью термического отжига в печи в инертной атмосфере Ar [3]. Ряд исследований был посвящен графитизации и формированию первого слоя графена [4–10], который образуется при последовательном формировании ряда сверхструктурных реконструкций, из которых

основными для контроля количества и качества графеновых слоев являются структура $(6\sqrt{3} \times 6\sqrt{3}) R30^\circ$ (в дальнейшем $6\sqrt{3}$) буферного слоя и структура (1×1) графена. В работах [11,12] установили, что в ходе отжига при $T = 1200–1400^\circ\text{C}$ в условиях сверхвысокого вакуума (СВВ) сначала формируется буферный слой с реконструкцией $6\sqrt{3}$. Данный слой состоит из атомов углерода, но не проявляет двумерных свойств графена из-за несогласованности параметров решетки графена и карбида кремния, к тому же он связан с подложкой ковалентными связями, а не ван дер Ваальсовыми. Далее, буферный слой на поверхности подложки трансформируется в графен с реконструкцией (1×1) , а под ним формируется заново другой буферный слой.

В исследовании [3] авторы сходятся во мнении, что атомы кремния слишком быстро сублимируют с поверхности SiC в условиях СВВ, что делает контроль формирования слоев графена сложной задачей. Тем не менее даже в условиях СВВ и при высокой скорости сублимации Si наблюдение за формированием сверхструктур из остаточных атомов углерода в процессе отжига позволит лучше контролировать каждую фазу формирования графена. Традиционным *in situ* методом наблюдения за изменением структуры поверхности в вакуумных условиях, неразрушающим материал, является метод дифракции быстрых электронов на отражение (ДБЭО). Помимо этого, этот метод позволяет отслеживать совершенство кристаллической структуры исследуемых материалов и гладкость поверхности, контролировать однородность формирования материалов и другие параметры, которые напрямую влияют на воспро-

изводимость роста материалов и базовые электронные свойства будущих приборов. Данная работа посвящена исследованию кристаллической структуры приповерхностного слоя подложки 6H-SiC(0001) методом *in situ* ДБЭО и *ex situ* анализа морфологии поверхности, наличия наноразмерных дефектов, однородности покрытия графена, непосредственно влияющих на пригодность материала для приборов.

2. Методика проведения эксперимента и измерений

В работе использовались образцы размером $8.8 \times 1.5 \times 0.33$ мм, вырезанные из легированной донорным водородоподобным азотом проводящей подложки 6H-SiC(0001) с шириной запрещенной зоны, равной 3 эВ, и удельным сопротивлением 0.02–0.1 Ом · см. Выбор подложек обусловлен методикой отжига, который осуществляется посредством пропускания постоянного или переменного электрического тока.

Отжиг образцов осуществлялся в СВВ камере отражательного электронного микроскопа [13]. Температура образцов измерялась с помощью оптического пирометра. Наблюдение за изменением поверхностной структуры подложек 6H-SiC(0001) и формированием графена осуществлялось в режиме *in situ* методом ДБЭО. Метод основывается на анализе дифракционных картин (ДК), полученных упруго рассеянными электронами от исследуемой поверхности, которые регистрировались на люминесцентном экране в кристаллографических направлениях $[1100]$, $[\bar{1}100]$, $[11\bar{2}0]$ под углом падения электронного пучка относительно подложки, не превышающим 3° .

Для дальнейшего анализа морфологии и наличия дефектов у образцов, полученных в результате отжига, применялась атомно-силовая микроскопия (АСМ, Bruker Multimode 8). Для определения стехиометрического состава полученных на поверхности пленок и качества их кристаллической структуры измерялся спектр комбинационного рассеяния света (КРС) с помощью спектрометра (XploRa Plus, Horiba, $\lambda = 532$ нм). Для определения областей с разным стехиометрическим составом использовался сканирующий электронный микроскоп (СЭМ, Hitachi SU8220, ускоряющее напряжение 2 кВ).

3. Результаты и обсуждение

Формирование высококачественного графена на подложках 6H-SiC(0001) можно разделить на два этапа: получение ступенчато-террасированной структуры поверхности подложки 6H-SiC(0001), получение углеродных слоев, среди которых отдельно можно выделить буферный слой, характеризующийся поверхностной реконструкцией $6\sqrt{3}$, и слои графена со сверхструктурой (1×1) .

Изначальная поверхность подложек 6H-SiC(0001) SiC характеризуется множественными шероховатостями и нанопарапинами, образующимися при полировке пластин SiC в процессе их производства, с перепадом высот в диапазоне 5–10 нм, как показано на рис. 1, а. Соответствующая АСМ-изображению ДК (рис. 1, с) демонстрирует вертикальные стержневые рефлексы в нулевой зоне Лауэ и линии Кикучи, типичные для подложек SiC с гексагональным политипом. Особо выделяется центральный рефлекс, что говорит о высокой степени совершенства объемной кристаллической структуры подложки. Боковые рефлексы, обозначенные стрелкой на рис. 1, а, широкие и имеют слабую интенсивность, что свидетельствует о наличии несовершенств и загрязнений на изначально неотожженной поверхности, что заметно и на АСМ-изображении (рис. 1, а).

Изменения ДК наблюдались непосредственно в процессе отжига в режиме *in situ*. Как видно из рис. 1, d, после 10 мин, отжига при $T = 1250^\circ\text{C}$ боковые рефлексы стали более интенсивными по сравнению с ДК до отжига и улучшилась система линий Кикучи, что говорит об улучшении кристаллической структуры поверхностного слоя. Об улучшении структуры поверхности также свидетельствуют АСМ-изображения поверхности после отжига (рис. 1, b), на которых наблюдается ступенчато-террасированная морфология поверхности с резким краем границ атомных ступеней и неполным заполнением слоями SiC узких террас шириной 400–500 нм.

Дальнейший отжиг приводит к реконструированию поверхности SiC. Как видно из рис. 1, e, к стержневым рефлексам в нулевой зоне Лауэ, соответствующим кристаллической структуре SiC, добавились короткие рефлексы в дробной зоне Лауэ, имеющие дугообразное расположение. Появление этих рефлексов указывает на начало формирования буферного слоя с реконструкцией $6\sqrt{3}$ [14]. Формирование буферного слоя также можно определить и по появлению в спектре КРС на рис. 1, f характерных линий на частотах $\approx 1350\text{ см}^{-1}$ (D-подобная полоса) и $\approx 1580\text{ см}^{-1}$ (G-подобная полоса), которые обозначены на рисунке как пики D и G соответственно. Важно отметить, что природа этих полос буферного слоя отличается от пиков D и G графена, связанных с дефектами и оптическими фононами зоны Бриллюэна [15]. У буферного слоя возникновение G-подобной полосы вызвано ковалентным связыванием атомов углерода буферного слоя с атомами кремния подложки SiC(0001), а D-подобная полоса в буферном слое обусловлена специфическими структурными искажениями, вызванными несоответствием постоянных решеток углеродного слоя и SiC [16–18]. Это несоответствие приводит к возникновению напряжений, разрыву связей и формированию сверхструктуры $6\sqrt{3}$.

Отжиг при $T = 1250^\circ\text{C}$ длительностью от 10 мин индуцирует значительную сублимацию атомов кремния, что в свою очередь приводит к заметному избытку атомов углерода на поверхности и частичному покрытию

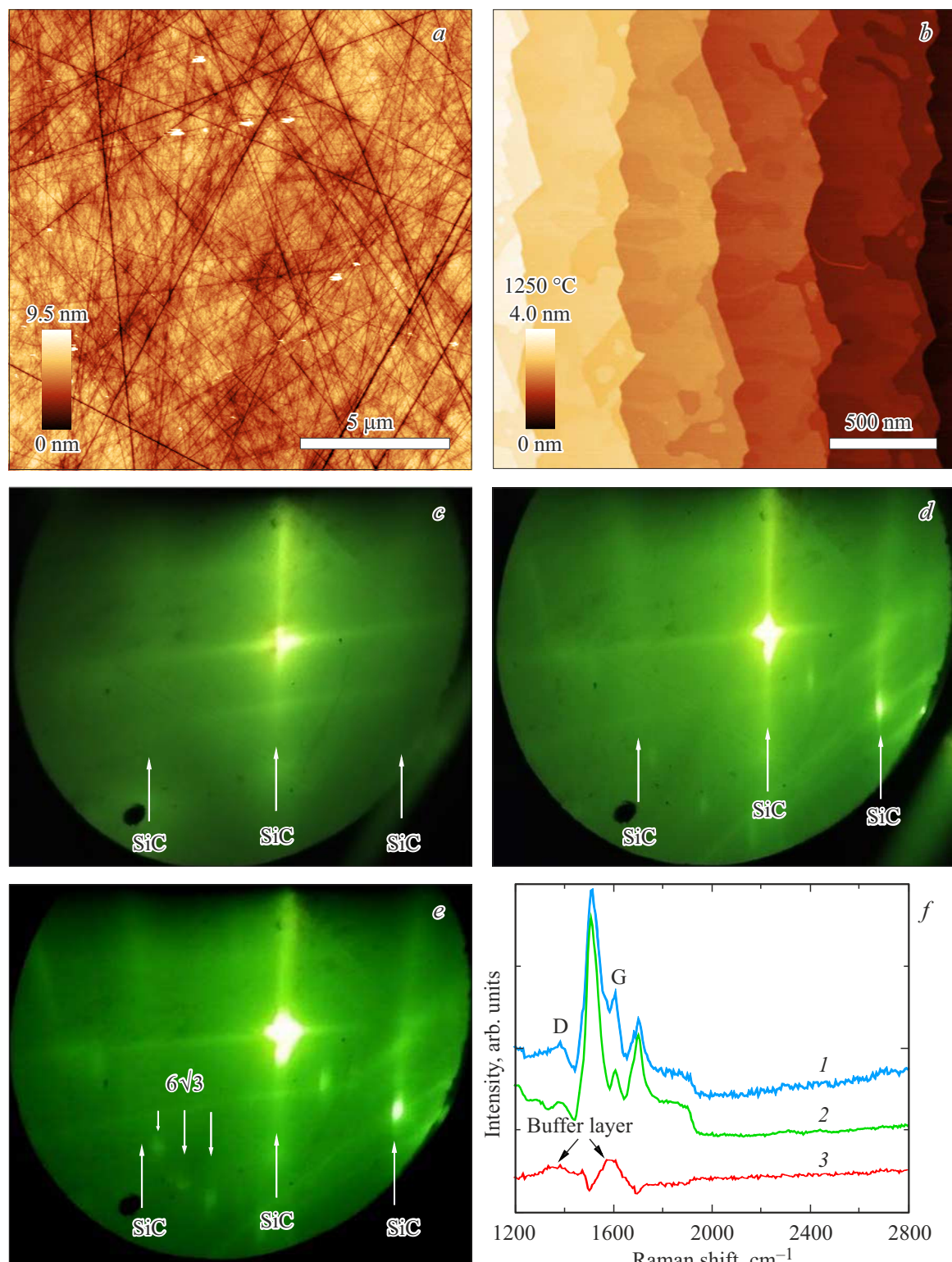


Рис. 1. Исследование первого этапа формирования эпитаксиального графена на подложках 6H-SiC(0001): *a* — АСМ-изображение поверхности образца до отжига; *b* — АСМ-изображение поверхности образца после отжига при $T = 1250\text{ }^{\circ}\text{C}$; *c* — ДК до отжига; *d* — ДК после 10 мин отжига при $T = 1250\text{ }^{\circ}\text{C}$; *e* — ДК после 20 мин отжига при $T = 1250\text{ }^{\circ}\text{C}$; *f* — КРС спектры после отжига $t = 20$ мин при $T = 1250\text{ }^{\circ}\text{C}$ — кривая 1, до отжига — 2, разница спектров до и после отжига — 3. ДК получены вдоль направления [1100] и соответствуют АСМ-изображениям.

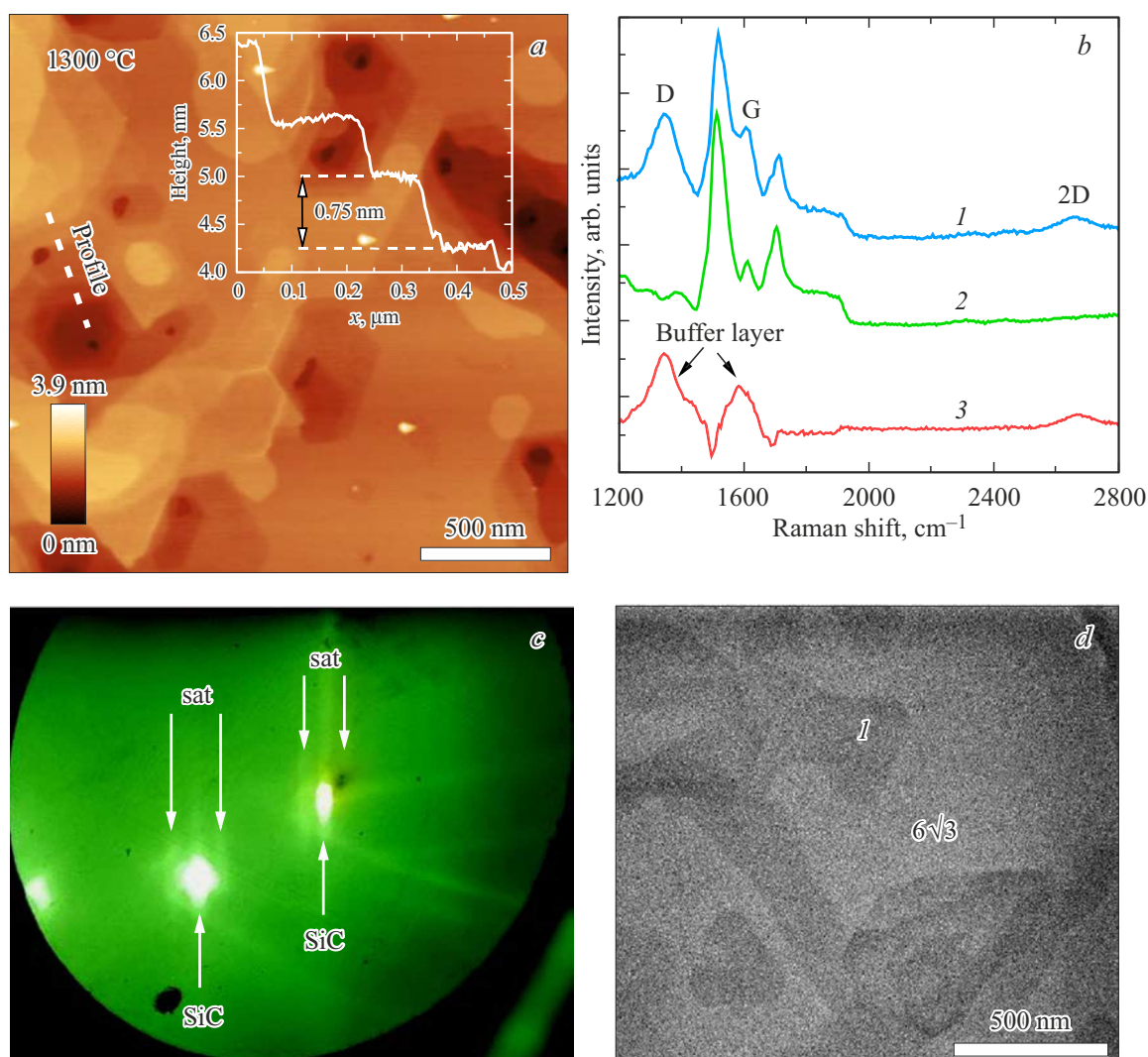


Рис. 2. Исследование формирования углеродного буферного слоя на подложках 6H-SiC(0001): *a* — АСМ-изображение поверхности образца после отжига $t = 5$ мин при $T = 1300^\circ\text{C}$, на ставке изображен профиль поверхности, измеренный вдоль пунктирной линии; *b* — КРС спектры после отжига $t = 5$ мин при $T = 1300^\circ\text{C}$ — кривая 1, до отжига — 2, разница спектров до и после отжига — 3; *c* — ДК, наблюдаемая вдоль направления $[11\bar{2}0]$ в процессе отжига при $T = 1300^\circ\text{C}$; *d* — СЭМ-изображение поверхностных слоев в режиме детектирования обратно рассеянных электронов после отжига $t = 5$ мин при $T = 1300^\circ\text{C}$, метками „ $6\sqrt{3}$ “, „1“ обозначены области, соответствующие покрытию поверхности образца буферным слоем и одним слоем графена.

поверхности углеродным буферным слоем, что подтверждается появлением коротких рефлексов в дробной зоне на ДК (рис. 1, *e*) и появлению D-подобной и G-подобной полос на спектре КРС (рис. 1, *f*). При этом поверхность террас образца остается не полностью заполненной слоями SiC, что видно на АСМ-изображениях (рис. 1, *b*) и выражается в недостаточной интенсивности боковых рефлексов на ДК (рис. 1, *c*). Таким образом, для формирования атомарно-гладких поверхностей в условиях СВВ необходимо производить отжиг при $T \leq 1250^\circ\text{C}$.

Стадию формирования ступенчато-террасированной поверхности проходили все исследуемые образцы. На ставках к рис. 2, *a* и 3, *a* изображены профили поверхностей, измеренные вдоль пунктирных линий, свидетельствующие о том, что на образцах была сформирована

ступенчато-террасированная поверхность. Измеренная высота ступени исследуемых образцов в 0.75 нм равняется половине постоянной решетки 6H-SiC в направлении $[0001]$, что соответствует высоте ступеней 6H-SiC, образовавшихся при низкотемпературном отжиге.

Следующим этапом после получения качественной ступенчато-террасированной поверхности является стадия формирования углеродных слоев, сопровождающаяся поверхностными сверхструктурными переходами, наблюдаемыми на ДК. Полученная вдоль направления $[1100]$ ДК от террас, частично покрытых буферным слоем, показана на рис. 1, *e*. На частичное покрытие поверхности образца буферным слоем указывает слабо выраженная D-подобная полоса на рис. 1, *f*. Для перехода к следующему этапу получения графена необходимо

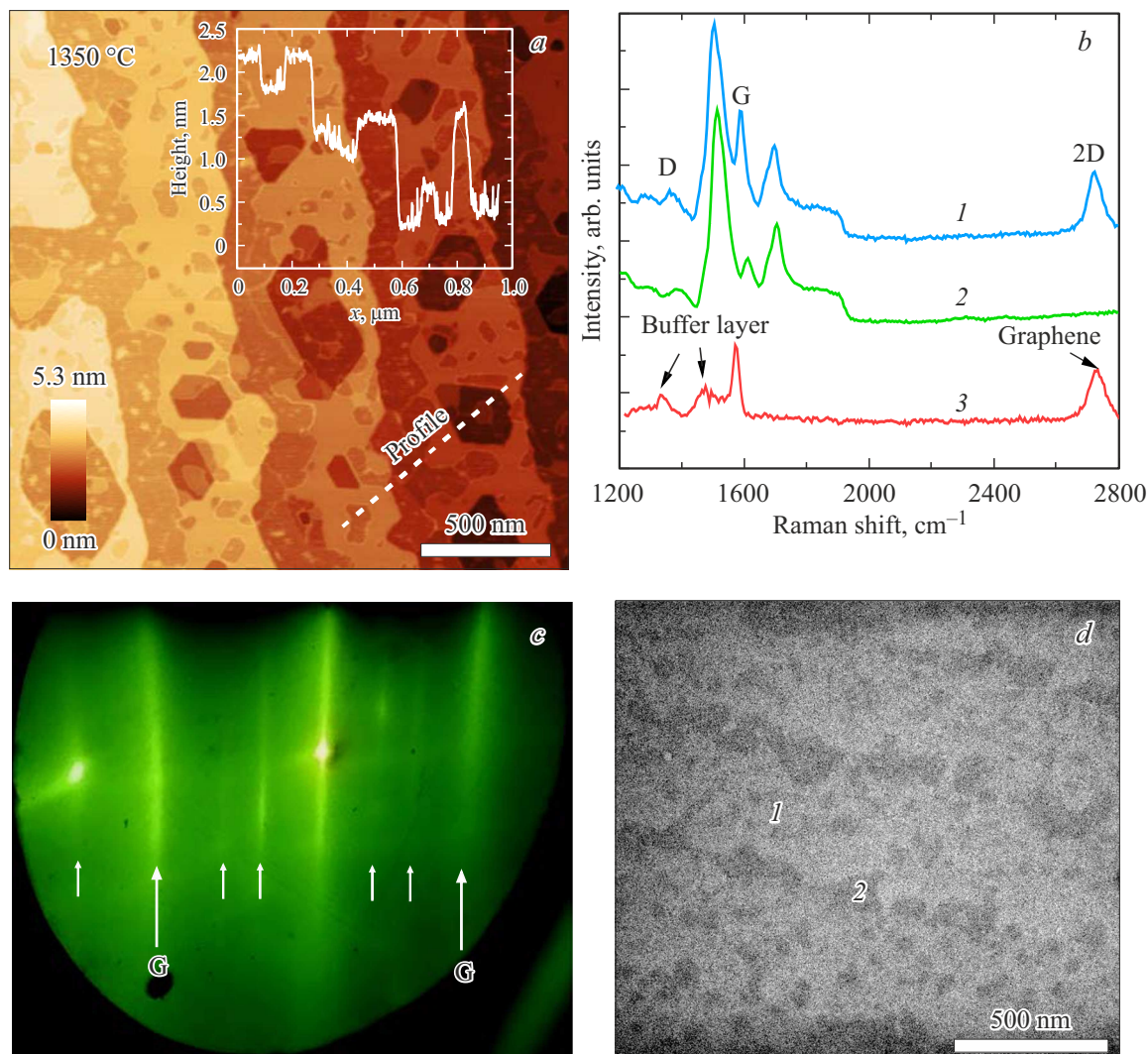


Рис. 3. Исследование формирования углеродного буферного слоя на подложках 6H-SiC(0001): *a* — АСМ-изображение поверхности образца после отжига $t = 4$ мин при $T = 1350^\circ\text{C}$, на ставке изображен профиль поверхности, измеренный вдоль пунктирной линии; *b* — КРС спектры после отжига $t = 4$ мин при $T = 1350^\circ\text{C}$ — кривая 1, до отжига — 2, разница спектров до и после отжига — 3; *c* — ДК, наблюдаемая вдоль направления $[110]$ в процессе отжига при $T = 1350^\circ\text{C}$, стрелками без обозначений указаны рефлексы от буферного слоя с реконструкцией $6\sqrt{3}$; *d* — СЭМ-изображение поверхностных слоев в режиме детектирования обратно рассеянных электронов после отжига $t = 4$ мин при $T = 1350^\circ\text{C}$, метками „1“, „2“ обозначены области, соответствующие покрытию поверхности образца одним слоем графена и двумя слоями графена.

полное покрытие поверхности исследуемого образца буферным слоем. Для этого образцы с ранее сформированной террасированной поверхностью в дальнейшем отжигались при $T = 1300^\circ\text{C}$. На рис. 2, *c* показана ДК вдоль направления $[11\bar{2}0]$, полученная после 5-минутного отжига, в течение которого стержнеобразные рефлексы, соответствующие структуре SiC, начинали дополняться двумя спутниками, соответствующими реконструкции $6\sqrt{3}$, по обе стороны от стержневых рефлексов. Наличие буферного слоя подтверждается присутствием на спектре КРС (рис. 2, *b*) ярко выраженных D-подобной и G-подобной полос, которые обозначены на рисунке как D и G соответственно, интенсивность которых в разы больше, чем на рис. 1, *f*.

Также на КРС спектре присутствует малоинтенсивная и широкая линия на частоте $\approx 2700\text{ cm}^{-1}$, называемая 2D-пиком, который говорит о малом покрытии поверхности исследуемых образцов кристаллическим графеном. На поверхности образца присутствуют большие ямы глубиной до 5 нм (рис. 2, *a*), в которых формируются слои графена, образовавшиеся из избыточных атомов углерода на поверхности в результате сублимации атомов кремния из приповерхностных слоев SiC. Полное покрытие буферным слоем поверхности исследуемого образца и заполнение ямок графеном подтверждается снятыми СЭМ-изображениями поверхности в режиме детектирования обратно рассеянных электронов, так как они чувствительны к элементному составу поверхности

подложки. На СЭМ-изображении на рис. 2, *d* метками „ $6\sqrt{3}$ “, „1“ обозначены области, соответствующие покрытию поверхности образца буферным слоем и одним слоем графена. Контраст *Z* указывает на различие в составе поверхности, более высокая концентрация атомов с большим атомным номером соответствует более яркому контрасту. В нашем случае приповерхностные слои, не имеющие кластеров графена, имеют большую концентрацию кремния, т.е. больший атомный номер, а значит, соответствуют областям с более светлым контрастом на СЭМ-изображении. Буферный слой с реконструкцией $6\sqrt{3}$ занимает 70 % поверхности, оставшуюся площадь поверхности занимает графен в ямках. Появление кластеров графена, видимых на СЭМ-изображении и КРС спектре, объясняется высокой скоростью сублимации и необходимостью постепенного снижения температуры отжига образцов из-за различных коэффициентов теплового расширения углеродных слоев и подложки, что увеличивает время отжига. Таким образом, контроль формирования буферного слоя с помощью метода *in situ* ДБЭО не позволяет увидеть формирование кластеров графена, если степень покрытия кристаллическим графеном < 30 % площади.

Формирование буферного слоя на SiC резко снижает скорость сублимации кремния за счет пассивации поверхности. Поскольку для формирования слоя графена требуется разрушение стабильного буферного слоя, время отжига для формирования графена возрастает на порядки по сравнению с временем формирования буферного слоя, поэтому для получения графена температура отжига увеличивалась до 1350 °C. Не удалось наблюдать дифракционную картину при малом угле скольжения, в совокупности со слабо заметной системой линий Кикучи это говорит о наличии микрорельефа на поверхности, т.е. о нарушении совершенства структуры в поверхностном слое отжигаемого образца. Это подтверждается полученными впоследствии АСМ-изображениями. На рис. 3, *a* видно разделение террас на полосы вдоль ступеней, а также большое количество ямок в виде многоугольников высотой вплоть до 1 нм, что видно на вставке. Наличие графеновых слоев подтверждается при анализе КРС спектров (рис. 3, *b*), на которых видно значительное уменьшение интенсивности D-подобного пика, отвечающего за буферный слой, а также заметное увеличение интенсивности и уменьшение полуширины пика 2D. На СЭМ-изображении (рис. 3, *d*) виден *Z*-контраст, указывающий на формирование на поверхности одного слоя графена (светлая область) и двух слоев графена (темная область), которые обозначены „1“ и „2“ соответственно. Тем не менее, опираясь на полученные АСМ-изображения (рис. 3, *a*), СЭМ-изображение (рис. 3, *d*) и КРС спектр (рис. 3, *b*), можно утверждать, что полоса, соответствующая более темному контрасту, не состоит из двух слоев графена, а просто имеет избыточное количество углерода, так как для формирования слоя графена необходима сублимация кремния

из 2–3 слоев SiC, чего не видно по измеренному профилю поверхности на вставке к рис. 3, *a*.

Представленная на рис. 3, *c* ДК вдоль направления $[1100]$ соответствует представленному выше описанию и наблюдалась в процессе 4-минутного отжига при $T = 1350$ °C при угле падения электронного пучка в 2–3°. При этом угле падения электронного пучка на ДК можно судить о двух поверхностных слоях, поэтому можно проследить и за формированием буферного слоя, и за качеством формирования графеновых слоев. Полученная ДК от отожженного образца при $T = 1350$ °C имеет схожие черты с ДК от ступенчато-террасированной поверхности подложки SiC на рис. 1, *d*. Обе поверхности обладают реконструкцией (1×1) и имеют стержневые рефлексы на ДК, показывающие гексагональную структуру. Помимо того, что стержнеобразные рефлексы, относящиеся к графену (рис. 3, *c*), имеют яркий контраст и однородность по всей длине, боковые рефлексы отличаются непрерывностью по всей длине, что указывает на образование двумерных кластеров графена. Однако на ДК (рис. 3, *c*) в нулевой зоне Лауэ присутствуют рефлексы, обозначенные белой стрелкой без подписи, указывающие на наличие буферного углеродного слоя [19]. Наличие этих рефлексов также подтверждает то, что образец не имеет второго слоя графена на поверхности. Но для формирования качественного графена необходимо либо уменьшить температуру отжига, либо уменьшить время отжига при неизменной температуре, и ориентироваться по возникновению рефлексов на ДК, соответствующих графену, чтобы на поверхности не оставалось избыточного углерода после сублимации кремния. Таким образом, для формирования однослойного графена необходимо в процессе отжига наблюдать ДК в виде суперпозиции рефлексов от графена и буферного слоя и закончить процесс отжига до исчезновения этих рефлексов, что указывало бы на полное заполнение поверхности вторым слоем графена [20].

4. Заключение

В данной работе была исследована эволюция ДК от поверхности подложек SiC в процессе резистивного отжига в условиях СВВ. С использованием метода *in situ* ДБЭО была определена длительность отжига, необходимая для формирования ступенчато-террасированных поверхностей SiC, буферного слоя, однослойного графена. В совокупности с *ex situ* АСМ, СЭМ и КРС анализом образцов, полученных в результате отжига, были определены оптимальные температурные режимы для отжига. Для формирования ступенчато-террасированных поверхностей в условиях СВВ необходимо отжигать подложку при $T = 1250$ °C в течение 20 мин, а для контролируемого формирования углеродных слоев в условиях СВВ достаточно отжига при $T = 1300$ °C. Установлено, что для формирования одного слоя графе-

на следует останавливать отжиг до начала исчезновения дифракционных рефлексов, соответствующих буферному углеродному слою.

Финансирование работы

Работа выполнена на оборудовании ЦКП „Наноструктуры“. Эксперименты и диагностика методом КРС выполнены при поддержке государственного задания (проект № FWGW-2025-0014). Диагностика методами СЭМ и АСМ выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант № 19-72-30023).

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] P.V. Ratnikov, A.P. Silin. *Uspekhi Fiz. Nauk*, **188** (12), 1249 (2018).
- [2] A.K. Geim, A.H. MacDonald. *Phys. Today*, **60** (8), 35 (2007).
- [3] K.V. Emtsev, A. Bostwick, K. Horn, J. Jobst, G.L. Kellogg, L. Ley, J.L. McChesney, T. Ohta, S.A. Reshanov, J. Röhr, E. Rotenberg, A.K. Schmid, D. Waldmann, H.B. Weber, T. Seyller. *Nature Materials*, **8** (3), 203 (2009).
- [4] C. Riedl, C. Coletti, T. Iwasaki, A.A. Zakharov, U. Starke. *Phys. Rev. Lett.*, **103** (24), 246804 (2009).
- [5] L. Nemeš, V. Blum, P. Rinke, M. Scheffler. *Phys. Rev. Lett.*, **111** (6), 1 (2013).
- [6] J.D. Emery, B. Detlefs, H.J. Karmel, L.O. Nyakiti, D.K. Gaskill, M.C. Hersam, J. Zegenhagen, M.J. Bedzyk. *Phys. Rev. Lett.*, **111** (21), 215501 (2013).
- [7] K.V. Emtsev, F. Speck, T. Seyller, L. Ley, J.D. Riley. *Phys. Rev. B*, **77** (15), 155303 (2008).
- [8] S. Goler, C. Coletti, V. Piazza, P. Pingue, F. Colangelo, V. Pellegrini, K.V. Emtsev, S. Forti, U. Starke, F. Beltram. *Carbon N.Y.*, **51**, 249 (2013).
- [9] A. Ouerghi, A. Kahouli, D. Lucot, M. Portail, L. Travers, J. Gierak, J. Penuelas, C. Jardin, E. Bedel, F. Jomard. *Appl. Phys. Lett.*, **96** (19), 19 (2010).
- [10] C. Riedl, C. Coletti, U. Starke. *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **43** (37), 374009 (2010).
- [11] H. Huang, W. Chen, S. Chen, A.T.S. Wee. *ASC Nano*, **2** (12), 2513 (2008).
- [12] J.B. Hannon, M. Copel, R.M. Tromp. *Phys. Rev. Lett.*, **107** (16), 166101 (2011).
- [13] Д.И. Роголо, С.В. Ситников, Е.Е. Родякина, А.С. Петров, С.А. Пономарев, Д.В. Щеглов, Л.И. Федина, А.В. Латышев. *Кристаллография*, **66** (4), 528 (2021).
- [14] И.С. Котоусова, С.П. Лебедев, В.В. Антипов, А.А. Лебедев. *ФТТ*, **64** (12), 2055 (2022).
- [15] A.C. Ferrari, D.M. Basko. *Nature Nanotechnol.*, **8** (4), 235 (2013).
- [16] F. Fromm, M.H. Oliveira, Jr., A. Molina-Sánchez, M. Hundhausen, J.M.J. Lopes, H. Riechert, L. Wirtz, T. Seyller. *New J. Phys.*, **15** (4), 043031 (2013).
- [17] T. Wang, J.-R. Huntzinger, M. Bayle, C. Roblin, J.-M. Decams, A.-A. Zahab, S. Contreras, M. Paillet, P. Landois. *Carbon N.Y.*, **163**, 224 (2020).
- [18] T. Milenov, P. Rafailov, R. Yakimova, I. Shteplyuk, V. Popov. *J. Raman Spectrosc.*, **55** (3), 416 (2024).
- [19] Z. Wu, I. Kang, Y. Yao, Y. Jiang, J. Deng, J. Klug, S. Vogt, G. Barbastathis. *eLight*, **3**, 12 (2023).
- [20] L. Helfen, T. Baumbach, P. Mikulík, D. Kiel, P. Pernot, P. Cloetens, J. Baruchel. *Appl. Phys. Lett.*, **86** (7), 1 (2005).

Редактор Г.А. Оганесян

In situ Reflection High-Energy Electron Diffraction observation of graphene layer formation on 6H-SiC Substrate

D.E. Durakov^{1,2}, A.S. Petrov^{1,2}, D.I. Rogilo¹,
A.A. Makeeva¹, D.A. Nasimov¹, D.F. Nikiforov^{1,2},
N.N. Kurus¹, A.G. Milekhin¹, D.V. Sheglov¹,
A.V. Latyshev^{1,2}

¹ Rzhzanov Institute of Semiconductor Physics,
Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences,
630090 Novosibirsk, Russia

² Novosibirsk State University,
630090 Novosibirsk, Russia

Abstract Evolutions of diffraction patterns of 6H-SiC(0001) surface during graphene growth have been studied. Characteristic features of diffraction pattern evolutions during morphological transformations from an initially rough 6H-SiC(0001) surface to a step-terraced one with subsequent formation of a buffer carbon layer on it and, finally, epitaxial graphene induced by thermal annealing were determined. Using ex situ atomic force microscopy, scanning electron microscopy and Raman shift spectroscopy methods, morphology, stoichiometric composition and degree of surface perfection of the samples were found to correspond to observed diffraction patterns obtained at the corresponding stages of graphene growth.