



(10) **DE 10 2015 116 068 A1** 2017.03.23

(12) **Offenlegungsschrift**

(21) Aktenzeichen: **10 2015 116 068.4**

(22) Anmeldetag: **23.09.2015**

(43) Offenlegungstag: **23.03.2017**

(51) Int Cl.: **C30B 29/38** (2006.01)

C30B 29/40 (2006.01)

C30B 23/02 (2006.01)

(71) Anmelder:
Forschungsverbund Berlin e.V., 12489 Berlin, DE

(74) Vertreter:
**Wablat Lange Karthaus Anwaltssozietät, 14129
Berlin, DE**

(72) Erfinder:
**Dittmar, Andrea, 12437 Berlin, DE; Hartmann,
Carsten, 12167 Berlin, DE; Wollweber, Jürgen,
12524 Berlin, DE; Bickermann, Matthias, 12355
Berlin, DE**

(56) Ermittelter Stand der Technik:

DE 10 2005 049 932 A1

DE 10 2008 063 129 A1

DE 10 2009 016 132 A1

US 2015 / 0 218 728 A1

JP 2007- 261 883 A

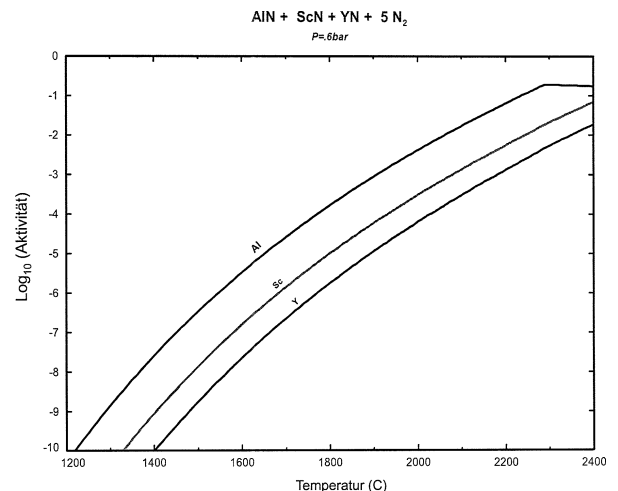
Prüfungsantrag gemäß § 44 PatG ist gestellt.

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

(54) Bezeichnung: **(Sc,Y):AlN Einkristalle für Gitter-angepasste AlGaN Systeme**

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Erzeugung von einkristallinem, mit Scandium und/oder Yttrium dotiertem Aluminiumnitrid mit Gehalten an Scandium und/oder Yttrium zwischen 0,01 und 50 Atom-% bezogen auf 100 Atom-% Gesamtstoffmenge des dotierten Aluminiumnitrids, dadurch gekennzeichnet, dass in Gegenwart eines Gases, ausgewählt aus Stickstoff oder Edelgas, oder einer Mischung aus Stickstoff und Edelgas, in einem Tiegel – ein Dotierungsmaterial, ausgewählt aus Scandium, Yttrium, Scandiumnitrid oder Yttriumnitrid oder eine Mischung daraus und

– ein Quellmaterial aus Aluminiumnitrid sublimiert und auf einem Keimmaterial rekondensiert werden, welches ausgewählt ist aus Aluminiumnitrid oder mit Scandium und/oder Yttrium dotiertem Aluminiumnitrid. Ebenfalls betrifft die Erfindung eine entsprechende Vorrichtung, sowie die entsprechenden einkristallinen Produkten und deren Verwendung, wodurch die Grundlage für neuartige Bauelemente auf Basis von Schichten oder Schichtstapel von Aluminiumgalliumnitrid, Indiumaluminiumnitrid oder Indiumaluminiumgalliumnitrid geschaffen wurde.



Beschreibung

Einleitung

[0001] UV-Licht wird zur Sterilisation, Reinigung von Wasser und Luft, zur medizinischen Anwendung bei Hautkrankheiten, zur Förderung des Pflanzenwachses, zur physikalisch-chemischen Untersuchung von Festkörperoberflächen u. v. m. genutzt. UV-Strahler (UV-Leuchtdioden (LED) und UV-Laserdioden (LD)), Sensoren und verwandte elektronische Bauelemente auf Basis von Schichten aus Halbleitern mit großer Bandlücke [Aluminiumgalliumnitrid (AlGaN), Indiumaluminiumnitrid (InAlN), Indiumaluminiumgalliumnitrid (InAlGaN)] können effiziente Bauelemente für den UV-B- und UV-C-Wellenlängenbereich sein. Dafür ist es wichtig, dass die Schichten eine möglichst geringe Anzahl an Struktur- und Punktdefekten aufweisen (Versetzungsdichte $DD < 10^6 \text{ cm}^{-2}$).

[0002] Die nach dem aktuellen Stand beste Technologie, Schichten mit geringer Anzahl an Struktur- und Punktdefekten zu erreichen, basiert auf dem epitaktischen Wachstum von pseudomorph verspannten AlGaN-Schichten, welches auf Aluminiumnitrid (AlN)-Substraten nur mit Aluminium (Al)-Gehalten größer 65% realisiert werden kann. Um auch bei kleineren Al-Gehalten das Relaxieren der Schichten zu verhindern, benötigt man gitterangepasste Substrate.

Stand der Technik/Wissenschaft

[0003] LEDs im nahen UV- und sichtbaren Bereich weisen exzellente externe Quanteneffizienzen (EQE) auf. Dagegen sind die AlGaN-basierenden UV-LEDs mit Wellenlängen unterhalb von 365 nm, sogenannte deep UV-LEDs (DUV), eine Größenordnung schlechter⁽ⁱ⁾. Für die Realisierung der Bauelemente werden AlGaN-Schichten in erster Linie auf Saphir und auf einkristallinem AlN mittels Gasphasensublimations-Kristallzüchtung (engl. physical vapor transport, PVT) und Hydridgasphasenepitaxie (englisch hydride vapor phase epitaxy, HVPE) abgeschieden.

– AlGaN/Al₂O₃ bzw. AlN-auf-Saphir-Templates

[0004] Die Herstellung von AlGaN-Schichten erfolgt zurzeit vor allem auf Saphir-Substraten und daraus abgeleiteten AlN-auf-Saphir-Templates, was zu einer sehr hohen Defektdichte ($> 10^8$ Versetzungen pro cm^2) führt und sich deshalb sehr nachteilig auf die Bauelementeigenschaften (Lebensdauer, Leistungsdichte, Effizienz usw.) auswirkt. Solche Schichten sind aufgrund der hohen Defektdichte praktisch immer relaxiert, also nicht mehr gitterangepasst. Verfahren zur Reduktion der Versetzungsdichte sind bekannt. Dies kann z. B. durch Zwischenschichten mit variabler Zusammensetzung, die die defektursächlichen Spannungszustände abmildern, oder durch die Abscheidung von Supergittern (Folge von dünnen periodischen Schichten variabler Zusammensetzung) realisiert werden. So entwickelten Khan et al. eine Methode zur Abscheidung von AlN-Schichten geringer Defektdichte und verbesserter Oberflächenmorphologie auf Saphir durch die MEMOCVD (migration-enhanced metalorganic chemical vapor deposition^(ii,iii,iv,v)). Sie waren die ersten, die mit dieser Methode durch das schichtweise Wachstum von AlN und AlN/AlGaN Supergittern auf c-plane Saphir DUV-LEDs realisierten. Hirayama et al. erzielte durch Anwendung einer Ammoniak-gepulsten Wachstumstechnik und Multilayer-Abscheidung (ML) AlN-Pufferschichten verringerter Defektdichte auf Saphir^(vi). Sensor Electronic Technology (SET) entwickelte kommerziell verfügbare UV-LEDs mit Wellenlängen zwischen 240 und 360 nm mit einer maximalen EQE von 11% für die 278 nm LED und einer TDD (threading dislocation density) im Bereich der MQW von $< 10^8 \text{ cm}^{-2}$ ^(vii,viii). UV Craftory berichten über eine DUV-LED mit einer hohen EQE von 14,3%^(ix) und Hamamatsu Photonics über die kurzwelligste MQW UV-LD mit einer Wellenlänge von 336 nm^(x). Eine prinzipiell andere Methode der Defektreduktion stellt das epitaktische laterale Überwachsen (ELO) dar, bei dem das Schichtwachstum zunächst lokal unterbunden wird. Bei der späteren Koaleszenz der wachsenden Schicht entstehen dann lokal defektarme Bereiche^(xi). Im Fall der Zwischenschichten wird das Ziel der Versetzungsdichte von $DD < 10^6 \text{ cm}^{-2}$ nicht erreicht. Beim ELO sind Größe und Zahl der prozessierbaren Bauelemente auf Größe und Zahl der koaleszierenden Bereiche beschränkt.

[0005] Freistehende AlGaN-Kristallscheiben mit passendem Al-Gehalt wären ein ideales Substrat für die Herstellung pseudomorph verspannter AlGaN-Schichten. Einige Gruppen haben mittels HVPE freistehende AlGaN-Dickschichten hergestellt (Kyma, Richter/FBH). Hierzu wird ein Saphir-Keim oder ein AlN-auf-Saphir-Template mit der AlGaN-Schicht bewachsen und anschließend vom Keim abgetrennt. Durch das Wachstum auf einem Fremdsubstrat und technologische Herausforderungen sind die so hergestellten Keimscheiben jedoch bisher allesamt von ungenügender struktureller Qualität (hohe Versetzungsdichte, makroskopische Struktur-

fehler, Risse), so dass auf diesen Dickschichten keine qualitativ hochwertigen AlGaN-Schichten abgeschieden werden können.

– AlGaN auf AlN-auf-Si-Templates Si und AlN-SiC-Templates

[0006] Es wurde ebenfalls berichtet über AlGaN auf AlN basierten Templates, gewachsen auf Silizium (Si)^{(.)xixiii} und Siliziumcarbid (SiC)^{xixv}. Diese Templates besitzen jedoch eine hohe Defektdichte von 10^8 bis 10^{10} cm⁻², hohe Oberflächenrauigkeit und erfordern eine teure Wachstumstechnologie um die unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten und die Gitterfehlpassung zwischen Template und Fremdsubstrat zu kompensieren. SiC-Substrate besitzen zwar nur eine geringe Gitterfehlpassung von 1% zu AlN, sind jedoch nur transparent für sichtbares Licht, was die Anwendung im Bereich der UV-LEDs problematisch macht.

– AlGaN/AlN

[0007] Die vorteilhafte Herstellung von pseudomorph verspannten AlGaN-Schichten und Bauelementstrukturen erfolgt bisher auf einkristallinen AlN-Substraten, die mittels Sublimation/Rekondensation auf AlN oder auf einkristallinen AlN-Dickschichten, die durch HVPE auf PVT-AlN hergestellt wurden^{(.)xixvii}. Die strukturelle Qualität und damit die Eignung für die Bauelementtechnologie ist bei einkristallinen AlN-Substraten, die auf AlN-Kristallscheiben hergestellt wurden, am höchsten^{(.)xixviii}. Die AlGaN-Schichten in der bauelementtechnisch notwendigen Schichtdicke von einigen 100 nm bleiben aber nur dann pseudomorph verspannt und defektarm, wenn ihr Al-Gehalt größer ist als 50%–65% bleibt^{(.)xixxxx}.

[0008] Weltweit beschäftigen sich mehrere Forschergruppen mit der Herstellung von AlN-Volumenkristallen und -substraten. Inzwischen haben sich mehrere Gruppen im Rahmen von Spin-offs ausgegründet. Am größten (mit geschätzt jeweils 25–40 Mitarbeitern) sind die kürzlich vom japanischen Konzern Asahi Kasei übernommene Crystal-IS (www.crystalis.com) sowie die Firma HEXATECH (www.hexatechinc.com). Beide Firmen haben mit der Entwicklung einer Bauelementfertigung für UV-C-Leuchtdioden begonnen. Weitere kleinere Ausgründungen wie z. B. die deutsche Firma CrystAl-N GmbH (www.crystal-n.com) sowie die Firmen Nitride Crystals (www.nitride-crystals.com) und Nitride Solutions (www.nitridesolutions.com) streben den Verkauf epitaxiefähiger Substrate an.

[0009] AlN-Substrate sind bislang nur in sehr geringen Mengen und in unsteter Qualität (als Unikate) kommerziell erhältlich. Im Rahmen von öffentlich geförderten Projekten wurden auf AlN-Substraten der Firmen Crystal IS und HEXATECH erste UV-Leuchtdioden, UV-Laserdioden^{xxi}, HEMTs^{xxii}, SAWs (SAW auf AlN) und Schottkydioden (Xie et al. 2011,^{xxiii}) demonstriert. Die vorliegenden Arbeiten sind allesamt als „proof of concept“ zu verstehen, es wurde weder material-, epitaxie- noch bauelementseitig eine Optimierung durchgeführt.

– AlGaN/GaN

[0010] Die Herstellung von pseudomorph verspannten AlGaN-Schichten auf Galliumnitrid(GaN)-Templates (GaN-Schichten auf AlN-auf-Saphir, SiC oder GaN-Einkristallen) ist nur bis zu einem Al-Gehalt von max. 25%–30% möglich. Deshalb ist die interne Quanteneffizienz von Leuchtdioden im Wellenlängenbereich 260–320 nm, bei der AlGaN-Schichten hoher struktureller Qualität mit einem Al-Gehalt von 30%–65% benötigt werden, wesentlich geringer als für kürzere oder längere Wellenlängen⁽¹⁾.

[0011] AlGaN-Schichten auf GaN-auf-Saphir, mittels metallorganischer Gasphasenepitaxie (engl. metal organic chemical vapor phase epitaxy, MOVPE) abgeschieden, weisen Schrauben- bzw. Stufenversetzungen im Bereich von $2,4$ bis $5,3 \cdot 10^8$ cm⁻² bzw. von $2,7$ bis $5,7 \cdot 10^9$ cm⁻² auf. Die zunehmende Defektdichte (DD) wird verursacht durch einen von 15 auf 50% steigenden Al-Gehalt in der AlGaN-Schicht^{(.)xxiv}. AlGaN mit geringen Al-Gehalten auf GaN-auf-Saphir können vollkommen verspannt und frei von Cracks abgeschieden werden. Mit steigendem Al-Gehalt führt die zunehmende Relaxation der AlGaN-GaN-Epilayer zur Crackbildung. Ausserdem nehmen der tensile Stress und die Rauigkeit mit steigendem Al-Gehalt zu.

[0012] Bauelemente auf ELO-Templates und auf Saphir werden von Song et al. miteinander verglichen.^{xxv} AlGaN-Schichten auf GaN-Substraten aus Bulk-Kristallen sind geeignet zur Herstellung von high-power LEDs und LDs, die im sichtbaren und UV-Bereich arbeiten^{(.)xxvixvii}. Es konnte gezeigt werden, dass die DD in Nitrid-Heterostrukturen auf bulk-GaN-Substraten 10^4 cm⁻² nicht überschreitet^{xxviii}. Verglichen mit AlGaN-Strukturen auf AlN, besitzen diese jedoch eine geringere Transparenz für die Lichtemission und sind tensil verspannt, was zur schnelleren Crackbildung führt^{xxix}. Aufgrund der schlechten Verfügbarkeit und des hohen Preises von GaN-

Volumenkristallen, wurde quasi-GaN-Bulkmaterial mit geringer Defektdichte von ca. 10^4 cm^{-2} mittels HVPE erzeugt^{xxx}.

[0013] Obwohl große SiC und GaN-Substrate zur Verfügung stehen, sind auf diesem Wege aufgrund der Fehlpassung zum Fremdsupstrat bzw. der dadurch bereits im Template schon erfolgten hohen Versetzungsdichte keine guten Bauelemente erzeugbar ($DD \sim 10^8 \text{ cm}^{-2}$).

– Scandiumaluminiumnitrid (ScAlN)

[0014] Aus der Literatur sind Schichten und Nanostrukturen aus dem Material Scandiumaluminiumnitrid (Sc:AlN) bekannt: Bohnen et al.^(xxxi,xxxii) haben ScAlN Nanokristalle mit 5 Atom-% Sc auf Scandiumnitrid(ScN)-Film mittels HVPE gewachsen, Lei et al.^(xxxiii,xxxiv) stellten Sc:AlN Nanostrukturen (mit ca. 1,4 Atom-% Sc) durch DC-Plasma-Entladung her; AlN mit 2,1% Sc (Sc_{0,021}Al_{0,979}N) werden diluted magnetic semiconductors (DMS; verdünnte magnetische Halbleiter) genannt. Sie besitzen Ferromagnetismus bei Raumtemperatur verursacht durch Al-Vakanzen. Sc-Doping führt zur Erniedrigung der Bildungsenergie für Al-Vakanzen. Die Gruppe um Moram^(xxxv) an der Universität Cambridge untersucht die Eigenschaften und die Herstellung von dünnen ScAlN-Filmen seit ca. 2006:

a) ScAlN mit möglichst hohem Sc-Gehalt (bis 43%) für piezoelektrische Anwendungen
hoher piezoelektrischer Koeffizient vorhergesagt und gemessen

Methode: Sputtern

b) ScAlN mit „mittlerem“ Sc-Gehalt für:

– epitaktisch verspannte oder gitterangepasste ScAlN/GaN Heterostrukturen für hohe Elektronengaskonzentrationen in HEMTs, infolge des hohen piezoelektrischen Koeffizienten.

– kritische Schichtdicke liegt bei 2 nm für die gitterverspannte Sc_{0,375}Al_{0,625}N/AlN-Schichtfolge

– Sc_{0,18}Al_{0,28}N ist gitterangepasst zu GaN^(xxxvi,xxxvii)

– Zang⁽⁹⁾ und Moram⁽⁸⁾ et al. verweisen auf die Möglichkeit des Einsatzes von Sc:AlN für Bauelemente auf Basis AlGaN (UV-LEDs, HEMTs). Die Verwendung von Sc:AlN mit geringem Sc-Gehalt als Substrat für AlGaN-Schichten wird jedoch nicht erwähnt^(,xxxviii,xxxix).

c) Für Sc:AlN mit „geringem“ Sc-Gehalt (ca. 2 Atom-% Sc, d. h. Sc_{0,02}Al_{0,98}N) wird eine Gitteranpassung durch Verspannung angenommen, wenn auf einem AlN-Substrat abgeschieden wird, d. h. die kritische Schichtdicke z. B. für Sc_{0,02}Al_{0,98}N/AlN sollte unendlich sein^(8,9).

[0015] Zum Material (Sc, Y):AlN wurde nur eine Literaturstelle gefunden, nämlich zum Wachstum von Nanoprismen^(xl).

[0016] Das PVT-Verfahren wird von Gu et al. zur Herstellung von ScN-Kristalliten genutzt^(xli).

Vorliegende Erfindung

[0017] Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist die Bereitstellung von Substraten, die die Herstellung von defektarmen pseudomorph kompressiv verspannten Aluminiumgalliumnitrid(AlGaN)-Schichten auch bei geringen Aluminiumgehalten, vorzugsweise bei < 65 Atom-% Al, ermöglichen. Mehr bevorzugt sind Aluminiumgehalte zwischen 0,001 und 60 Atom-% Al, höchst bevorzugt zwischen 0,01 und 50 Atom-% Al.

[0018] Diese Aufgabe wird gelöst mit einem Verfahren gemäß Anspruch 1 und mit einer Vorrichtung gemäß Anspruch 20, sowie mit entsprechenden einkristallinen Produkten gemäß den Ansprüchen 10, 11, 12, 13 oder 14 und deren Verwendung gemäß den Ansprüchen 15–17. Ebenfalls gelöst wird die Aufgabe mit Bauelementen gemäß Anspruch 18. Weitere bevorzugte Ausführungsformen ergeben sich aus den abhängigen Ansprüchen.

[0019] In anderen Worten wird die Aufgabe gelöst durch ein Verfahren zur Erzeugung von einkristallinem, mit Scandium und/oder Yttrium dotiertem Aluminiumnitrid mit Gehalten an Scandium und/oder Yttrium zwischen 0,01 und 50 Atom-% bezogen auf 100 Atom-% Gesamtstoffmenge des dotierten Aluminiumnitrids, wobei das Verfahren dadurch gekennzeichnet ist, dass in Gegenwart eines Gases in einem Tiegel

– ein Dotierungsmaterial, ausgewählt aus Scandium, Yttrium, Scandiumnitrid oder Yttriumnitrid oder eine Mischung daraus

und

– ein Quellmaterial aus Aluminiumnitrid sublimiert und auf einem Keimmaterial rekondensiert werden, welches ausgewählt ist aus Aluminiumnitrid oder mit Scandium und/oder Yttrium dotiertem Aluminiumnitrid.

– Erfindungsgemäße Produkte

[0020] Mittels des erfindungsgemäßen Verfahrens wird sowohl einkristallines mit Yttrium dotiertes Aluminiumnitrid, als auch einkristallines mit Scandium und Yttrium dotiertes Aluminiumnitrid, sowie auch einkristallines mit Scandium dotiertes Aluminiumnitrid erzeugt.

[0021] Einkristallines mit Scandium dotiertes Aluminiumnitrid, welches nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellt ist, weist vorzugsweise geometrische Abmessungen von mindestens $3\text{ mm} \times 3\text{ mm} \times 100\text{ }\mu\text{m}$ auf. Gleichfalls weist einkristallines mit Yttrium dotiertes Aluminiumnitrid, welches nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellt ist, vorzugsweise geometrische Abmessungen von mindestens $3\text{ mm} \times 3\text{ mm} \times 100\text{ }\mu\text{m}$. Ebenso weist einkristallines mit Scandium und Yttrium dotiertes Aluminiumnitrid, welches nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellt ist, vorzugsweise geometrische Abmessungen von mindestens $3\text{ mm} \times 3\text{ mm} \times 100\text{ }\mu\text{m}$ auf.

[0022] Wie oben erwähnt weist das mit Scandium und/oder Yttrium dotierte Aluminiumnitrid Gehalte an Scandium und/oder Yttrium zwischen 0,01 und 50 Atom-%, bezogen auf 100 Atom-% Gesamtstoffmenge des dotierten Aluminiumnitrids, auf. Vorzugsweise werden Gehalte an Scandium und/oder Yttrium zwischen 0,1 und 25 Atom-%, mehr bevorzugt zwischen 0,5 und 10 Atom-%, jeweils bezogen auf 100 Atom-% Gesamtstoffmenge des dotierten Aluminiumnitrids, erzielt.

[0023] Sofern Scandium und Yttrium beide vorhanden sind, kann der Gehalt des Scandiums zwischen 0,1 und 99,9%, bezogen auf die Gesamtmenge an Scandium und Yttrium betragen. Gleiches gilt für den Gehalt an Yttrium, d. h. er kann zwischen 99,9 und 0,1%, bezogen auf die Gesamtmenge an Scandium und Yttrium, betragen.

Züchtung von (Sc, Y):AlN-Volumenkristallen im Detail

[0024] Die prinzipielle Anlagentechnik und Prozessführung entspricht derjenigen zur Herstellung von AlN-Einkristallen, wie sie z. B. von T. Paskova und M. Bickermann im Aufsatz „Vapor Transport Growth of Wide Bandgap Materials“, in: Handbook of Crystal Growth, Second Edition, Vol 2A: Bulk Crystal Growth – Basic Technologies, P. Rudolph (ed.), Elsevier Science Ltd. 2015, ISBN: 978-0-44463-303-3, Chapter 16 sowie von C. Hartmann, A. Dittmar, J. Wollweber, M. Bickermann im Aufsatz „Bulk AlN Growth by Physical Vapor Transport“, Semicond. Sci. Technol. 29 (2014) 084002 beschrieben wurde.

[0025] Für die Herstellung von (Sc, Y):AlN sind jedoch die erfindungsgemäßen Modifikationen notwendig, die im Folgenden beschrieben werden.

– Details zum erfindungsgemäßen Verfahren

[0026] Die Herstellung von (Sc, Y):AlN erfolgt über einen Sublimations-/Rekondensationsprozess in einem Tiegel ausgehend von Scandium (Sc), Scandiumnitrid (ScN), Yttrium (Y) oder Yttriumnitrid (YN) oder einer Mischung dieser Stoffe als Dotierungsmaterial und Aluminiumnitrid (AlN) als Quellmaterial, sowie AlN oder (Sc, Y):AlN selbst als Keimmaterial.

[0027] Als Gas (synonym: Arbeitsgas) werden Stickstoff oder ein Edelgas, vorzugsweise Argon, oder eine Mischung aus Stickstoff und Edelgas, vorzugsweise Argon, verwendet. Bevorzugte Gase sind somit Stickstoff (N_2), Argon (Ar) oder deren Mischungen ($\text{N}_2 + \text{Ar}$). Das Arbeitsgas ist nicht die einzige gasförmige Komponente, die sich während der Durchführung des Verfahrens innerhalb der später noch näher erläuterten erfindungsgemäßen Vorrichtung befindet. Vielmehr sind neben dem Arbeitsgas noch weitere gasförmige Anteile, die aus der Sublimation des Quellmaterials und des Dotierungsmaterials stammen, vorhanden. Der Gesamtdruck während des Verfahrens ist dementsprechend definiert als die Summe aller Partialdrücke, d. h. als Summe des Druckes des Arbeitsgases und der Partialdrücke der gasförmigen Anteile, die von der Sublimation des Quellmaterials und des Dotierungsmaterials stammen.

[0028] Die Herstellung erfolgt bei Temperaturen von 1500 bis zu 2700°C unter Zugabe oder konstantem Fluss von N_2 oder Ar oder $\text{N}_2 + \text{Ar}$, bei Systemdrücken von 10 bis 1200 mbar, vorzugsweise zwischen 200 und 1.000 mbar, besonders bevorzugt zwischen 500 und 900 mbar. Als „Systemdruck“ wird der Gesamtgasdruck verstanden, d. h. die Summe des Druckes des Arbeitsgases zusammen mit den Partialdrücken der gasförmigen Anteile, die von der Sublimation des Quellmaterials und des Dotierungsmaterials stammen.

[0029] Das AlN-Quellmaterial wird vor Züchtungseinsatz vorzugsweise durch Sublimation oder Sintern gereinigt, um insbesondere die Sauerstoff- und Kohlenstoff-Verunreinigungen zu entfernen. Für die Züchtung wird das Quellmaterial als Pulver oder als polykristallener Körper eingesetzt.

[0030] Die Dotierstoffe Sc oder ScN, Y oder YN (das Dotierungsmaterial) können auch ohne weitere Reinigung eingesetzt werden. Bei Einsatz der reinen Metalle Sc und Y erfolgt die Nitridierung, d. h. die Bildung des ScN bzw. YN in situ bereits während des Aufheizens im Tiegel.

[0031] Als Keim (Keimmaterial) dienen unterschiedlich orientierte einkristalline AlN-Substrate (Wafer) bzw. bereits mit Sc, Y oder beidem dotierte AlN-Wafer. Um die Kondensation auf dem Keim oder der Keimunterlage und damit das Kristallwachstum zu ermöglichen, muss die Temperatur des Quellmaterials höher sein als die des Keims bzw. der Keimunterlage.

[0032] Insbesondere liegt die Temperatur des Quellmaterials 1 bis 300 K höher als die Temperatur des Keimmaterials. Vorzugsweise ist die Temperatur des Quellmaterials 50 bis 200 K, mehr bevorzugt 100–150 K höher als die Temperatur des Keimmaterials. Die vorteilhafte Temperatur des AlN-Quellmaterials bei der Herstellung von (Sc, Y):AlN liegt im Bereich zwischen 1700 und 2700°C (bevorzugt zwischen 2100 und 2400°C). Die vorteilhafte Temperatur des Dotierungsmaterials bei der Herstellung von (Sc, Y):AlN liegt im Bereich zwischen 1900 und 3100°C (bevorzugt zwischen 2100 und 2800°C). Die vorteilhafte Temperatur des Keims liegt zwischen 1400 und 2400°C (bevorzugt zwischen 1800 und 2100°C).

[0033] In einer weiteren vorteilhaften Ausführungsform ist alternativ oder ergänzend die Temperatur des Dotierungsmaterials 1 bis 400 K höher als die Temperatur des Quellmaterials. Vorzugsweise ist die Temperatur des Dotierungsmaterials 50–300 K, mehr bevorzugt 100–200 K höher als die Temperatur des Quellmaterials.

[0034] Höchst vorteilhaft ist somit ein Temperaturverhältnis von
 $T(\text{Keim}) < T(\text{Quellmaterial}) < T(\text{Dotierungsmaterial})$
 bzw.
 $T(\text{Dotierungsmaterial}) \gg T(\text{AlN-Quellmaterial}) > T(\text{Keim})$

[0035] Damit wird auch einem zentralen Problem der (Sc, Y):AlN-Züchtung begegnet, dass der Sc- und Y-Partialdruck (auch der Nitride) kleiner ist als der des Al über AlN (**Abb. 1**).

[0036] In einer alternativen Ausführungsform ist die Temperatur des Dotierungsmaterials gleich oder tiefer als die Temperatur des Quellenmaterials.
 $T(\text{Dotierungsmaterial}) \text{ kleiner/gleich } T(\text{AlN-Quellmaterial}) > T(\text{Keim})$

[0037] In dieser alternativen Ausführungsform wird vorzugsweise eine (mechanische Hemmung, d. h. eine Hemmeinrichtung, eingesetzt um die Diffusion des Quellenmaterials zu behindern.

[0038] In einer bevorzugten Ausführungsform ist im Tiegel das Keimmaterial räumlich beabstandet oder beabstandbar zum Quell- und Dotierungsmaterial angeordnet oder anordenbar, vorzugsweise räumlich beabstandet oder beabstandbar bzw. angeordnet oder anordenbar oberhalb des Quell- und Dotierungsmaterials. In einer besonders vorteilhaften Anordnung wird der Keim im Tiegel oberhalb des Quell- und Dotierungsmaterials, vorzugsweise am Tiegeldeckel, in einer mechanischen, chemischen oder physiko-chemischen Weise gehalten, und das Quell- sowie das Dotierungsmaterial befinden sich im unteren und mittleren Bereich des Tiegels und z. B. das Quellmaterial stützt sich auf den Tiegelboden, so dass es nicht speziell gehalten werden muss.

[0039] In einer vorteilhaften Anordnung liegt das Dotierungsmaterial räumlich getrennt und in einer vorteilhaften Ausführungsform in einem Bereich des Tiegels mit einer höheren Temperatur bzw. bei einer höheren Temperatur als das Quellmaterial vor. In anderen Worten liegen im Tiegel Quell- und Dotierungsmaterial räumlich beabstandet oder beabstandbar oder separiert oder separierbar voneinander vor. Hierdurch wird erreicht, dass der relativ schnell abkühlende Dampf des Dotierungsmaterials das Keimmaterial erreichen kann. Zumeist liegt das Quellmaterial zumindest anteilig im unteren Bereich des Tiegels vor und das Dotierungsmaterial ist oberhalb davon angeordnet oder anordenbar. Dies umfasst auch Anordnungen, bei welchen das Dotierungsmaterial zwar separiert, aber zumindest anteilig in das Quellmaterial eingebettet, z. B. in einem inneren Tiegel, vorliegt. In besonderen Ausführungen liegt allerdings auch das Dotierungsmaterial zumindest anteilig unten im Tiegel vor, wobei die räumliche Separierung von Quell- und Dotierungsmaterial erhalten bleibt. Sofern sich das Dotierungsmaterial in einem Bereich des Tiegels mit gleicher oder tieferer Temperatur als der des Quell-

lenmaterials befindet, wird vorzugsweise eine mechanische Hemmung, d. h. eine Hemmeinrichtung ergänzt, die die Diffusion des Quellmaterials behindert.

[0040] In einer alternativen, vorteilhaften Anordnung kann das Dotierungsmaterial auch vermischt mit AlN-Quellmaterial oder versintert mit dem AlN-Quellmaterial oder in Form von Scandium und/oder Yttrium-dotiertem AlN vorliegen. In anderen Worten liegen im Tiegel Quell- und Dotierungsmaterial ganz oder teilweise vermischt, versintert oder bereits als Scandium und/oder Yttrium dotiertes Aluminiumnitrid vor. Generell sind Dotierungsmaterial und Quellmaterial innig vermischt, dabei ist es unwesentlich, ob die Mischung homogen oder inhomogen erfolgt (z. B. Dotierungsmaterial am heißen Tiegelboden). Der Temperatur-Gradient zwischen Quellmaterial (z. B. AlN) bzw. Dotierungsmaterial und Keim beträgt vorzugsweise zwischen 1 und 100 K/cm; mehr bevorzugt zwischen 2 und 30 K/cm.

[0041] Um einen ausreichend/unterschiedlich hohen/gewünschten Sc- oder Y-Gehalt im wachsenden AlN-Kristall zu erhalten, ist eine spezielle Versuchsführung notwendig, die die Verwendung eines vorteilhaften Züchtungsaufbaus einschließt. Entscheidenden Einfluss auf das Ergebnis haben

- a) das Temperaturfeld im Tiegel, insbesondere die Temperaturdifferenzen zwischen Quellmaterial und Keim, zwischen Quellmaterial und Dotierungsmaterial sowie die Temperaturgradienten an der Oberfläche des Quellmaterials, an der Oberfläche des Dotierungsmaterials und an der Oberfläche des Keims, sowie, damit verbunden,
- b) die geometrische Position des Dotierungsmaterials im Tiegel, insbesondere in Bezug auf die dort befindliche Temperatur und die Position relativ zum Quellmaterial und zum Keim.

[0042] Die Temperatur sowie das Temperaturfeld im Tiegel werden durch die Heizleistungen, die Position der Induktionsspule und/oder des Widerstandsheizers in Bezug auf den Suszeptor, die Position des Tiegels im Suszeptor, geeignete Führungen der Gasflüsse und Änderungen in Position, Form, Geometrie und Wahl der Materialien der unterschiedlichen Teile des Züchtungsaufbaus (Tiegel inklusive der darin enthaltenen Teile und Anordnungen, Suszeptor, Wärmeisolation, Pyrometerlöcher usw.) eingestellt.

– Details zum erfindungsgemäßen Tiegel

[0043] Generell umfasst der Aufbau einen Tiegel, welcher im oberen Bereich mit einem Deckel verschließbar ist, einer thermischen Isolierung, welche den Tiegel am Boden und zumindest anteilig an den Seiten umgibt (unterer Bereich des Tiegels) sowie einer Heizeinrichtung, vorzugsweise einer Induktionsspule (angeschlossen an einen entsprechenden Radiofrequenzgenerator), die den Tiegel zumindest anteilig an den Seiten umgibt.

[0044] Der Tiegel befindet sich vorteilhaft in einem Graphitaufbau, bestehend aus Filz und Suszeptor. Ein alternativer vorteilhafter Aufbau beinhaltet einen Suszeptor aus Wolfram (W), Tantalcarbid (TaC) oder Tantalnitrid (TaN) und eine Wärmeisolierung aus Graphitfilz, poröser nitridischer, carbidischer oder oxidischer Hochtemperaturkeramik, und/oder aus Wolfram- oder Tantal-Strahlungsblechen. Die Erwärmung erfolgt vorzugsweise induktiv mittels Spule oder als Widerstandsheizung. Angestrebt ist eine Wachstumsrate zwischen 1 und 800 $\mu\text{m/h}$, bevorzugt 30 bis 300 $\mu\text{m/h}$.

[0045] Als Tiegelmateriale dient bevorzugt TaC, Tantal (Ta), Wolframcarbid (WC), W, TaN oder eine Mischung aus diesen. Aus diesen Materialien kann ebenfalls eine Keimunterlage gefertigt werden, die mit dem Tiegel verbunden sein kann. Der Tiegel kann auch als Suszeptor dienen.

[0046] Außen am Tiegel angeordnet oder anordenbar ist für das Erwärmen eine Heizeinrichtung (z. B. eine induktive Spule oder eine Widerstandsheizung) vorhanden, vorzugsweise zumindest im unteren Bereich des Tiegels, wobei die durch die Heizeinrichtung vorgegebene Temperatur wie oben erwähnt zwischen 1.500 und 2.700°C beträgt.

[0047] Die erfindungsgemäße Vorrichtung umfasst, vorzugsweise besteht aus, einem erfindungsgemäß modifizierten Tiegel und ist dadurch gekennzeichnet, dass der Tiegel in einem ersten Bereich, bei welchem es sich vorzugsweise um den oberen Bereich des Tiegels handelt, eine erste Einrichtung aufweist, in welcher ein Keimmateriale aufnehmbar oder aufgenommen ist bzw. welche ein Keimmateriale halten kann und in einem zweiten Bereich des Tiegels, bei welchem es sich vorzugsweise um den unteren Bereich des Tiegels handelt, mindestens eine zweite Einrichtung aufweist, in welcher ein Quell- und/oder ein Dotierungsmateriale aufnehmbar oder aufgenommen ist/sind. Insbesondere bei gemeinsamen Vorliegen von Quell- und Dotierungsmateriale wie oben erläutert, kann diese mindestens eine zweite Einrichtung der untere (innere) Bereich des Tiegels selbst sein.

[0048] Bei räumlicher Trennung von Quell- und Dotierungsmaterial kann die mindestens eine zweite Einrichtung mindestens zwei solche zweite Einrichtungen umfassen, von denen eine zur Aufnahme des Quell- und die andere zur Aufnahme des Dotierungsmaterials ausgebildet ist. Vorzugsweise ist der mittlere Abstand der zweiten Einrichtung zur Aufnahme des Dotierungsmaterials zu der ersten Einrichtung zur Aufnahme des Keimmaterials geringer als der mittlere Abstand der zweiten Einrichtung zur Aufnahme des Quellmaterials zu der ersten Einrichtung zur Aufnahme des Keimmaterials. Auch bei dieser Ausgestaltung kann eine der beiden zweiten Einrichtungen der untere Bereich des Tiegels selbst sein, worin vorzugsweise das Quellmaterial enthalten ist bzw. welcher die zweite Einrichtung zur Aufnahme des Quellmaterials darstellt.

[0049] Zur erfindungsgemäßen Vorrichtung gehört vorzugsweise neben dem erfindungsgemäßen Tiegel auch eine Heizeinrichtung (Induktionsspule oder Widerstandsheizung), die den Tiegel außen zumindest anteilig in Höhe des zweiten Bereichs desselben umgibt.

[0050] Ebenfalls bevorzugt ist es, dass die Heizeinrichtung derart angebracht oder anbringbar ist, dass die Temperatur im Bereich der zweiten Einrichtung zur Aufnahme des Quellmaterials 1 bis 300 K höher, vorzugsweise 50 bis 200 K höher, mehr bevorzugt 100–150 K höher, als die Temperatur im Bereich der ersten Einrichtung zur Aufnahme des Keimmaterials einstellbar ist.

[0051] Ergänzend oder alternativ zur Anbringung der Heizeinrichtung wird der vorher dargelegte Temperaturverlauf durch das spezielle Design des Tiegels selbst bzw. durch die Positionierung (die Einrichtungen zur Aufnahme von) Keim-, Quell- und Dotierungsmaterial erzielt.

[0052] Optional können, insbesondere wenn Quell- und Dotierungsmaterial räumlich separiert vorliegen, elektrische Kontakte aus Graphit, TaN, TaC oder W zum ergänzenden Heizen vorhanden sein. Diese werden vorzugsweise außen am Tiegel, in Höhe des Dotierungsmaterials bzw. in Höhe der zweiten Einrichtung zur Aufnahme des Dotierungsmaterials, angebracht.

[0053] Bevorzugte Ausgestaltungen des erfindungsgemäßen Tiegels sind nachfolgend explizit beschrieben, wobei der Tiegel in jeder Form einen Deckel (Tiegeldeckel) aufweist:

In einer erfindungsgemäßen Ausgestaltung, wie sie exemplarisch in **Abb. 2.1** gezeigt ist, ist der Keim **1** bzw. die erste Einrichtung zur Aufnahme des Keims am Tiegeldeckel **2** fixiert. Der Tiegel **3** bildet in seinem unteren Bereich die zweite Einrichtung zur Aufnahme von Quell- und Dotierungsmaterial (**4**, **5**). Dotierungsmaterial **5** und Quellmaterial **4** können darin innig vermischt vorliegen, dabei ist es unwesentlich, ob die Mischung homogen oder inhomogen erfolgt (z. B. Dotierungsmaterial am heißen Tiegelboden). Der Abstand zwischen Keim und Oberfläche des Quellmaterials, d. h. zwischen erster Einrichtung zur Aufnahme des Keims und Obergrenze des oberen Tiegelbereichs, welcher die zweite Einrichtung zur Aufnahme von Dotierungs- und Quellmaterial bildet, beträgt mindestens 1 mm, vorzugsweise zwischen 1 bis 50 mm.

[0054] In einer alternativen Ausgestaltung, bei welcher der Keim **1** bzw. die erste Einrichtung zur Aufnahme des Keims **1** unverändert am Tiegeldeckel **2** positioniert ist, liegen Quellmaterial **4** und Dotierungsmaterial **5** separiert in unterschiedlichen Zonen des Tiegels **3** vor, dies ist beispielhaft in den **Abb. 2.2a** und **b** gezeigt. Diese alternative Ausgestaltung nutzt als erste zweite Einrichtung zur Aufnahme des Quellmaterials **4** den unteren inneren Bereich des Tiegels selbst. Im oberen Bereich des Tiegels, allerdings noch unterhalb des Tiegeldeckels **2** und des Keims **1**, ist eine zweite Einrichtung zur Aufnahme des Dotierungsmaterials angeordnet. Beispielhaft ist hierfür in **Abb. 2.2a** eine Lochblende **6** als partielle Diffusionssperre und in **Abb. 2.2b** ein weiterer, separater (kleinerer) Tiegel **7** gezeigt. Dieser weitere, separate Tiegel **7** wird bevorzugt durch eine Lochblende **6** ergänzt, welche oberhalb des separaten Tiegels, aber unterhalb von Keim und Tiegeldeckel, angeordnet ist und das Quellmaterial bedeckt, aber nicht die Öffnung des separaten Tiegels **7**. Vorzugsweise ist bei dieser Ausgestaltung die Position des Weiteren, separaten Tiegels **7** innerhalb des Quellmaterials frei wählbar. Die Lochblende **6** hat bei beiden Konstellationen die Funktion, das Abdampfen des Quellmaterials durch Behinderung der Diffusion mechanisch zu hemmen. Auch der weitere, separate Tiegel **7** dient u. a. der zusätzlichen kinetischen Hemmung bzw. der mechanischen Hemmung der Diffusion der Verdampfung des Quellmaterials. Die Größe der beiden Tiegel ist jeweils frei wählbar; ergänzend/alternativ ist auch die Größe des Lochs in der Lochblende frei wählbar.

[0055] Das Material des weiteren, separaten Tiegels **7** ist vorzugsweise ausgewählt aus TaC, Ta, WC, W, TaN oder Mischung aus diesen.

[0056] Optional sind elektrisch leitfähige Kontakte **13**, vorzugsweise aus TaC, TaN, W oder Graphit, zum ergänzenden Heizen vorhanden, die außen am Tiegel **3** in Höhe des Dotierungsmaterials bzw. der zweiten Einrichtung zur Aufnahme des Dotierungsmaterials (z. B. Lochblende **6**) angebracht sind.

[0057] Der Abstand zwischen Keim und Oberfläche des Quellmaterials bzw. Dotierungsmaterials, d. h. zwischen erster Einrichtung zur Aufnahme des Keims und Obergrenze des oberen Tiegelbereichs, welcher die zweite Einrichtung zur Aufnahme von Dotierungs- und Quellmaterial bildet, beträgt mindestens 1 mm, vorzugsweise zwischen 1 bis 50 mm.

[0058] In einer alternativen Ausgestaltung, bei welcher der Keim bzw. die erste Einrichtung zur Aufnahme des Keims **1** unverändert am Tiegeldeckel **2** positioniert ist, liegen Quellmaterial **4** und Dotierungsmaterial **5** in einem modifizierten Tiegel **11** vor, wie er exemplarisch in den **Abb. 2.3a–d** gezeigt ist. Dieser Tiegel **11** weist im unteren Bereich eine dickere Wandung als im oberen, d. h. dem Keim **1** näheren, Bereich **11a** auf. Die im Vergleich zum oberen Bereich **11a** dickere Tiegelwandung **11b** (schräg schraffiert dargestellt) erstreckt sich über 1–90%, vorzugsweise über 10–60% der Tiegelhöhe (gemessen vom Boden bis unterhalb des Deckels) und verläuft vollumfänglich. In Bezug auf den Durchmesser des Tiegels (die Erstreckung in das Tiegelinnere) erstreckt sich die dickere Wandung **11b** über 1–90%, vorzugsweise über 10–30% des Tiegelradius'. Die dickere Wandung **11b** im unteren Bereich dient der Unterstützung der Einstellung variabler Temperaturzonen. Vorzugsweise weist sie eine obere Fläche **11c** (Oberseite **11c**) auf, welche ungefähr waagrecht, d. h. parallel zum Tiegelboden ist. „ungefähr waagrecht“ umfasst Parallelität zum Tiegelboden aber auch Neigungen von $\pm 10\%$, vorzugsweise $\pm 5\%$. Die zweite Einrichtung zur Aufnahme des Dotierungsmaterials **5** wird entweder durch die Oberseite **11c** der dickeren Tiegelwandung **11b** gebildet oder ist eine geeignete Vorrichtung, beispielsweise eine Lochblende **8**, die auf der Oberseite **11c** der dickeren Tiegelwandung **11b** oder den Strahlungsschilden **9** aufliegt. In bevorzugten Varianten dieser Ausgestaltung sind im Tiegelinneren im unteren Bereich ein oder mehrere, beliebig ausgestaltete Strahlungsschilde **9** positioniert. Diese weisen vorzugsweise eine röhrenförmige Gestalt auf und erstrecken sich über 1–90%, vorzugsweise über 10–60% der Tiegelhöhe. In einer besonders bevorzugten Variante entspricht die Höhe der Strahlungsschilde in etwa der der dickeren Tiegelwandung **11b**, d. h. die Höhe der dickeren Tiegelwandung und die Höhe der Strahlungsschilde **9** unterscheiden sich nur um 1–10%. Innerhalb der dickeren Tiegelwände, und bei der bevorzugten Variante mit einem oder mehreren Strahlungsschilden **9** auch innerhalb der Strahlungsschilde, ist die zweite Einrichtung zur Aufnahme des Quellmaterials **4** angeordnet oder anordenbar. Diese hat vorzugsweise die Gestalt eines Tiegels **10** und kann als separater innerer Tiegel **10** im unteren Bereich bezeichnet werden. Es versteht sich, dass die Höhe dieses separaten Tiegels **10** 1–90%, vorzugsweise über 10–60% der Tiegelhöhe beträgt; vorzugsweise ist die Höhe des separaten Tiegels **10** kleiner als die Höhe der dickeren Tiegelwandung **11b** bzw. kleiner als die Höhe des/der Strahlungsschild(e) **9**. Ebenso versteht es sich, dass der Tiegeldurchmesser so gewählt ist, dass der Tiegel **10** innerhalb der dickeren Tiegelwandung **11b** des Tiegels **11** und – bei Strahlungsschild(en) **9** – innerhalb dieser Strahlungsschilde positionierbar ist.

[0059] Alternativ oder zusätzlich ist auf den Strahlungsschild(en) eine weitere separate Vorrichtung, z. B. eine Lochblende **8**, vorhanden bzw. anbringbar, auf welcher (ebenfalls) Dotierungsmaterial positionierbar ist. Sofern vorhanden ist diese weitere separate Vorrichtung ggf. Bestandteil der zweiten Vorrichtung zur Aufnahme des Dotierungsmaterials.

[0060] Optional können, bei jeder beliebigen Ausgestaltung des modifizierten Tiegels **11**, zur zusätzlichen Heizung des Dotierungsmaterials **5**, an der Außenseite des Tiegels **11** angebrachte Graphitkontakte **13** vorhanden sein. Diese sind vorzugsweise in Höhe der zweiten Einrichtung zur Aufnahme des Dotierungsmaterials außen am Tiegel **11** angebracht bzw. anbringbar.

[0061] In einer bevorzugten Alternative des modifizierten Tiegels mit dickerer Tiegelwandung **11b** ist zumindest eine zusätzliche Tiegelöffnung **12**, vorzugsweise am Boden des Tiegels, vorhanden. Diese dient der Verringerung der Verdampfung des Quellmaterials (Kühlung).

[0062] Das Material des kleineren Tiegels **10**, der zweiten Einrichtung zur Aufnahme des Dotierungsmaterials (z. B. Lochblende **8**), sowie des/der Strahlungsschilde **9** ist ausgewählt aus TaC, Ta, WC, W, TaN oder Mischung aus diesen.

[0063] Unterschiedliche Temperaturzonen im Tiegel sind zusätzlich einstellbar durch gezielte Parameterwahl, wie z. B.:

- Variable Größe der Tiegelöffnung **12**,
- elektrischer Kontakt **13** zum zusätzlichen Heizen des Dotierungsmaterials.

[0064] In einer alternativen Ausgestaltung, bei welcher der Keim bzw. die erste Einrichtung zur Aufnahme des Keims **1** unverändert am Tiegeldeckel **2** positioniert ist, können Quellmaterial **4** und Dotierungsmaterial **5** in einem modifizierten Tiegel **16** vorliegen, der als sogenannter „langer Tiegel“ bezeichnet wird. Hierbei können die unterschiedlichen Temperaturzonen für Keim, Dotierungsmaterial und Quellmaterial durch das Verschieben des Tiegels innerhalb der Induktionsspule besser eingestellt werden als bei den im vorangegangenen beschriebenen Ausgestaltungen. D. h., die erste Einrichtung zur Aufnahme des Keims, die zweite Einrichtung zur Aufnahme des Quellmaterials und die zweite Einrichtung zur Aufnahme des Dotierungsmaterials sind so weit voneinander entfernt, dass sich der Tiegel mit dem Quellmaterial **4** z. B. außen unterhalb der Induktionsspule/Widerstandsheizung (Kühlung des Quellmaterials), das Dotierungsmaterial im Zentrum der Induktionsspule (heißeste Zone) und der Keim außen oberhalb der Induktionsspule (kälteste Zone) befindet. Die zweite Einrichtung zur Aufnahme des Dotierungsmaterials kann durch eine beliebige Vorrichtung, beispielsweise ein Diaphragma **14** oder eine Stufe **15**, gebildet sein, welche unterhalb der ersten Einrichtung zur Aufnahme des Keims, aber oberhalb und räumlich separiert von der zweiten Einrichtung zur Aufnahme des Quellmaterials angeordnet ist. Exemplarisch ist dies in den **Abb. 2.4a–b** dargestellt.

– weitere Verwendung der erfindungsgemäßen Produkte

[0065] Das erfindungsgemäß erzeugte einkristalline Scandium- oder/und Yttrium-dotierte AlN ((Sc, Y):AlN) wird als Quasi-Eigensubstrat für defektarme pseudomorph verspannte AlGaN-Schichten genutzt. Die Gitterkonstante des Quasi-Eigensubstrats wird durch die Höhe des Scandium- oder/und Yttrium-Gehalts im Quasi-Eigensubstrat vorgegeben. Die Höhe des Scandium- oder/und Yttrium-Gehalts kann bei der Herstellung des Quasi-Eigensubstrats eingestellt und somit an die gewünschte Gitterkonstante und/oder Verspannung der AlGaN-Schicht angepasst werden. Die Einschränkungen hinsichtlich Schichtdicken und Al-Gehalten, die zu pseudomorph verspannten AlGaN-Schichten führen, sind bei Anwendung des Quasi-Eigensubstrats in der Epitaxie im Vergleich zur Anwendung von reinen AlN-Substraten geringer.

[0066] Bereits geringe (Sc, Y)-Gehalte von wenigen Atomprozent reichen, um ein z. B. zu $\text{Al}_{0,5}\text{Ga}_{0,5}\text{N}$ -Schichten gitterangepasstes Quasi-Eigensubstrat zu erhalten.

[0067] Das erfindungsgemäß erzeugte, einkristalline mit Scandium dotierte Aluminiumnitrid wird als Substrat (Wafer) zur Erzeugung von Schichten oder Schichtstapeln aus Aluminiumgalliumnitrid, Indiumaluminiumnitrid oder Indiumaluminiumgalliumnitrid, vorzugsweise mit einer Schichtdicke von mehr als 2 nm, mehr bevorzugt mit einer Schichtdicke von 100 nm bis 50 µm, eingesetzt.

[0068] Gleichfalls wird das erfindungsgemäß erzeugte einkristalline mit Yttrium dotierte Aluminiumnitrid als Substrat (Wafer) zur Erzeugung von Schichten oder Schichtstapeln aus Aluminiumgalliumnitrid, Indiumaluminiumnitrid oder Indiumaluminiumgalliumnitrid, vorzugsweise mit einer Schichtdicke von mehr als 2 nm, mehr bevorzugt mit einer Schichtdicke von 100 nm bis 50 µm, eingesetzt.

[0069] Ebenfalls wird das erfindungsgemäß erzeugte einkristalline mit Scandium und Yttrium dotiertem Aluminiumnitrid als Substrat (Wafer) zur Erzeugung von Schichten oder Schichtstapeln von Aluminiumgalliumnitrid, Indiumaluminiumnitrid oder Indiumaluminiumgalliumnitrid, vorzugsweise mit einer Schichtdicke von mehr als 2 nm, mehr bevorzugt mit einer Schichtdicke von 100 nm bis 50 µm, verwendet.

[0070] Der Ausdruck "Schichten oder Schichtstapel" umfasst jeweils einzelne oder mehrere Schichten, d. h. es kann im Extremfall eine einzelne Schicht vorliegen. Ein Schichtstapel kann aus jeweils einzelnen oder mehreren gestapelten Schichten bestehen.

[0071] Die derart hergestellten Schichten oder Schichtstapel von Aluminiumgalliumnitrid, Indiumaluminiumnitrid oder Indiumaluminiumgalliumnitrid, erzeugt mittels einkristalliner, mit Scandium und/oder Yttrium dotierter Aluminiumnitrid-Substrate, werden als Bauelemente für den UV-B- und UV-C-Wellenlängenbereich (220–340 nm) verwendet.

Bauelemente

[0072] Aus den oben genannten Schichten oder Schichtstapeln auf einkristallinen, mit Scandium und/oder Yttrium dotierten Aluminiumnitrid-Substraten können durch die bekannten Strukturierungs- und Metallisierungsprozesse und Anwendung einer geeigneten Aufbau- und Verbindungstechnik Halbleiterbauelemente hergestellt werden. Vorzugsweise bilden die Schichten, Schichtstapel oder Teile davon die elektrisch aktiven Bereiche des Bauelements. Erfindungsgemäße Bauelemente umfassen somit Schichten oder Schichtstapel von Alu-

miniumgalliumnitrid, Indiumaluminiumnitrid oder Indiumaluminiumgalliumnitrid, die sich auf einkristallinen, mit Scandium und/oder Yttrium dotierten Aluminiumnitrid-Substraten (dem Quasi-Eigensubstrat) befinden. Diese Schichten oder Schichtstapel von Aluminiumgalliumnitrid, Indiumaluminiumnitrid oder Indiumaluminiumgalliumnitrid werden synonym auch als "defektarme erste Schicht" bzw. verkürzt als "erste Schicht" bezeichnet. Gegebenenfalls ist auf dieser defektarmen ersten Schicht mindestens eine weitere Schicht aus kristallinem Aluminiumnitrid oder eine Schicht aus Aluminiumgalliumnitrid, die mehr Aluminium (in Atomprozent) enthält als die "(defektarme) erste Schicht", welche die Schichten oder Schichtstapel von Aluminiumgalliumnitrid, Indiumaluminiumnitrid oder Indiumaluminiumgalliumnitrid enthält, aufgebracht. Es ist bekannt, dass die physikalischen (insbesondere elektrischen, optischen, mechanischen, thermischen und akustischen) Eigenschaften der einzelnen Schichten oder Schichtstapel gezielt eingestellt werden können durch geeignete Einstellung oder Variation der Konzentration der die Schichten konstituierenden chemischen Elemente (ggf. Aluminium, Gallium, Indium, Stickstoff) sowie weiterer chemischer Elemente, die zur Einstellung der Eigenschaften dienen (Dotierstoffe, Verunreinigungen). Die Erfindung ermöglicht nun die Erzeugung von Schichten oder Schichtstapeln aus Aluminiumgalliumnitrid, Indiumaluminiumnitrid oder Indiumaluminiumgalliumnitrid.

[0073] Vorteilhafte Halbleiterbauelemente gemäß dieser Erfindung sind Bauelemente aus o. g. Schichtstapeln, bei denen die direkt über dem Quasi-Eigensubstrat liegende Schicht oder das direkt über dem Quasi-Eigensubstrat liegende Schichtpaket ("erste Schicht") erfindungsgemäß die gewünschte Gitterkonstante und/oder Verspannung durch die Gitterpassung an das Quasi-Eigensubstrat derart erhalten hat, dass die Dichte der sich durch eine verbleibende Gitterfehlpassung gebildeten örtlich ausgedehnten strukturellen Defekte, deren Ausdehnung in Richtung der Schichtoberfläche größer ist als die Ausdehnung in der Schichtebene ("Durchstoßversetzungen") in dieser "ersten Schicht" geringer ist als 10^3 cm^{-2} ("defektarme erste Schicht"). Ebenfalls ist bekannt, dass eine geringe Defektdichte in der ersten Schicht auch zu einer geringeren Defektdichte in den weiteren Schichten führt, wenn eine geeignete Prozessführung in der Schichterzeugung erfolgt. Die defektarme erste Schicht bildet eine elektronische oder optische Führungsschicht des auf dem Quasi-Eigensubstrat erzeugten Bauelements.

[0074] In einer vorteilhaften Anordnung für ein Halbleiterbauelement wird eine "defektarme erste Schicht", bestehend wie oben beschrieben aus Schichten oder Schichtstapeln aus Aluminiumgalliumnitrid, Indiumaluminiumnitrid oder Indiumaluminiumgalliumnitrid, direkt (d. h. ohne weitere Zwischenschichten) auf dem Quasi-Eigensubstrat erzeugt. Im Gegensatz zu den bisherigen Problemlösungen können dabei jede Strukturierung des Substrates, oftmals bei niedrigeren Temperaturen aufgebraachte "Nukleationsschichten" sowie zur Verringerung der strukturellen Defekte eingesetzte "Maskierungsschichten" oder "Pufferschichten" entfallen. Auf der "defektarmen ersten Schicht", die die gewünschten physikalischen Eigenschaften besitzt, wird sodann eine sehr dünne Schicht aus kristallinem Aluminiumnitrid oder einer Schicht aus Aluminiumgalliumnitrid, die mehr Aluminium (in Atomprozent) enthält als die "defektarme erste Schicht" aufgebracht. Beide Schichten werden durch weitere Schichten, Schichtstapel und/oder Metallisierungen kontaktiert. Es ist bekannt, dass solche Bauelementstrukturen Verwendung als HEMT finden können. Durch Verwendung des Quasi-Eigensubstrats und dem Fehlen von Nukleations-, Maskierungs- und Pufferschichten ist der Aufbau des Bauelements wesentlich vereinfacht. Aufgrund der resultierenden geringen Dichte der Durchstoßversetzungen werden die Bauelementeigenschaften verbessert. Die genannten Bauelemente funktionieren vorteilhaft, wenn die Schichten auf einer metallpolaren Oberfläche unter Beibehaltung der Polarität erzeugt werden. Es kann aber auch vorteilhaft sein, wenn die sehr dünne Schicht aus kristallinem Galliumnitrid oder einer Schicht aus Aluminiumgalliumnitrid oder Indiumaluminiumnitrid besteht, die weniger Aluminium (in Atomprozent) enthält als die "defektarme erste Schicht", da sich in diesem Fall das sog. zweidimensionale Elektronengas auf der anderen Seite der Grenzfläche (je nach Polarität der Oberfläche) zwischen der "defektarmen ersten Schicht" und der sehr dünnen Schicht befindet. Ggf. muss auf der sehr dünnen Schicht noch eine sog. "capping layer" und/oder eine Passivierungsschicht aufgebracht werden, was jeweils dem Stand der Technik entspricht.

[0075] In einer weiteren vorteilhaften Anordnung für ein Halbleiterbauelement werden nacheinander abwechselnd mehrere sehr dünne Schichten auf die "defektarme erste Schicht" erzeugt, die sich in den Atomkonzentrationen der konstituierenden Elemente unterscheiden. Es ist bekannt, dass solche alternierenden Schichtfolgen als Übergitterstruktur die elektrische Leitfähigkeit der Schichtstapel erhöhen können, ohne große mechanische Verspannungen oder strukturelle Defekte zu erzeugen. Andere alternierende Schichtfolgen können als Bragg-Spiegel verwendet werden, z. B. bei vertikalen Laser-Bauelementen. Auch diese Strukturen können von dem erfindungsgemäß einfacheren Aufbau des Bauelements auf dem Quasi-Eigensubstrat und von der geringen Defektdichte in den Schichten profitieren.

[0076] In einer weiteren vorteilhaften Anordnung wird die Zusammensetzung der "ersten defektarmen Schicht" so gewählt, dass diese gleichzeitig eine elektronische oder optische Führungsschicht (conducting layer, blo-

cking layer bzw. guiding layer) des auf dem Quasi-Eigensubstrat erzeugten Bauelements bildet, wobei das Bauelement selbst zur Erzeugung und/oder Detektion von Elektrolumineszenz oder Laserlicht im Wellenlängenbereich 210 nm–380 nm (UV-LED, UV-Laserdiode, UV-Sensor) dient. Nach dem gegenwärtigen Stand der Technik werden solche Bauelemente und damit auch die elektronischen oder optischen Führungsschichten auf einer Nukleations-, Maskierungs- oder Pufferschicht abgeschieden. Diese können aufgrund der vorteilhaften Erzeugung der "defektarmen ersten Schicht" auf dem Quasi-Eigensubstrat entfallen.

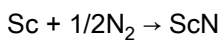
[0077] Die Erfindung wird nachfolgend anhand von Beispielen näher erläutert, ohne sie auf diese zu beschränken.

Beispiele

Beispiel 1 – Untersuchungen zur Nitridierung von Sc durch TG/DTA-Messungen

– Sc im Graphittiegel im N₂-Strom bis 1640°C, Heizrate 10 K/min

[0078] Die Nitridierung des Scandiums nach folgender Reaktion



beginnt ab ca. 1000°C, mit einem starken exothermen Peak bei 1375°C.

[0079] Der Phasenbestand des Reaktionsproduktes ergab reines ScN.

Beispiel 2 – PVT von Sc:AlN (Tiegel Aufbau wie in Abb. 2.1 gezeigt)

Bis zu 1 Gew.-% Sc im AlN-Quellmaterial innig vermischt

T_{Py,o} = 2030°C, t = 15 h; Wachstumsrate 180 µm/h

AlN-Keim h = 5 mm; Durchmesser oben 3 mm

[0080] Im Ergebnis wird ein hexagonal gewachsener Kristall erhalten: Durchmesser 7 × 8 mm; h = 8 mm (Kennzeichnung Probe FZ_221, siehe **Abb. 3**)

[0081] Der Kristall wird in einen a- und vier c-plane-Wafer gesägt. Mittels chemisch-mechanischem Polieren (CMP) werden gleichmäßig dünne Schichten abgetragen (beidseitig). Sc wird in allen Wafern gefunden (EDX, RFA), bei gleichmäßiger Sc-Verteilung in c-plane Wafern (EDX, RFA).

[0082] Das Ergebnis der Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA, Linescan c-plane Kappe) ist in **Abb. 4** gezeigt. Die ScN-Konzentration beträgt zwischen 0,3 und 0,35 at.-%; dies entspricht ScN im AlN bzw. 0,65 bis 0,7 at.-% Sc in ScAl

[0083] Daraus folgt: Sc_{0,007}Al_{0,993}N

[0084] Die Schwankungen der Sc-Konzentration ergeben sich aus den Unebenheiten der Kappe.

[0085] Das Ergebnis der Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA-Linescan c-plane-Wafer) in Keimnähe ist in **Abb. 5** gezeigt.

[0086] Die ScN-Konzentration beträgt zwischen 0,3 und 0,4 at.-% ScN im AlN bzw. 0,6 bis 0,8 at.-% Sc in ScAl. Es ist eine zunehmende Sc-Konzentration im m-plane gewachsenen AlN zu verzeichnen. Daraus folgt maximal: Sc_{0,008}Al_{0,992}N

[0087] Die zunehmende Sc-Konzentration im a-plane Wafer (RFA) beträgt bis 0,4 at.-% ScN; das Ergebnis der RFA ist in **Abb. 6** gezeigt. Die ScN-Konzentration beträgt zwischen 0,3 und 0,4 at.-% ScN im AlN;

[0088] Die Rockingkurve der Kappe der Probe FZ_221 (as-grown) beträgt 33,1 arcsec und ist in **Abb. 7** gezeigt (Primärstrahlblenden 2 und 0,05 mm; offener Detektor).

[0089] Das Ergebnis ist Hinweis auf Anwesenheit von mehreren Körnern.

Bestimmung Gitterparameter (XRD...):

	AlN	ScAlN	
Probe	CH879	FZ_221 (Kappe)	
a	3,1113	3,11287	0,00157 Å
c	4,9812	4,981996	

bei $Sc_xAl_{1-x}N$ ergibt sich aus dem Da nach Moram (2014):
 $Sc_{0,009}Al_{0,991}N$ – dies entspricht 0,9 at.-% Sc bzw. 0,45 at.-% ScN

[0090] Das Ergebnis ist gut vergleichbar mit den oben erwähnten RFA-Werten.

Beispiel 3 – PVT von Sc:AlN im Tiegelaufbau wie in Abb. 2.2b gezeigt (Probe FZ_266)

$T_{Py,o} = 2030^\circ C$; $t = 15$ h; $p = 600$ mbar

[0091] Erzielt wird ein hexagonaler Kristall von sehr gute Qualität:
ein Wachstumszentrum (Nomarski),
Rockingkurve Kappe = 21,4 arcsec (gezeigt in **Abb. 8**)

Gitterkonstante (XRD):

	AlN	ScAlN	
Probe	CH879	FZ_266 (Kappe)	
a	3,1113	3,1132	0,0019 Å
c	4,9812	4,9822	

bei $Sc_xAl_{1-x}N$ ergibt sich aus dem Da nach Moram (2014):
 $Sc_{0,0097}Al_{0,9903}N$ – dies entspricht 0,97 at.-% Sc bzw. 0,48 at.-% ScN

[0092] Der RFA-Linescan auf Kappe der Probe FZ_266 ergibt einen ScN-Gehalt bei ca. 0,4 at.-% ScN.

[0093] Insgesamt ergibt sich eine gute Übereinstimmung mit XRD-Werten.

Beispiel 4 – Dotierung von AlN mit Y bzw. (Sc, Y)

[0094] Die Dotierung von AlN mit Yttrium bzw. (Sc, Y) erfolgt in analoger Weise wie die mit Scandium. Die erfolgreiche Dotierung basiert auf der vergleichsweise geringen Partialdruckdifferenz von Sc und Y (**Abb. 1**) in Verbindung mit ähnlichen Ionenradien von 73 pm für Sc und 93 pm für Y.

Kurzbeschreibung der Abbildungen

[0095] **Abb. 1** Partialdrucke von Sc, Y und Al in Anwesenheit von AlN als Funktion der Temperatur bei 600 mbar (FactSage);

[0096] **Abb. 2.1** Tiegel **3** mit Tiegeldeckel **2**; im Inneren befindet sich das Quellmaterial **4** und das Dotierungsmaterial **5**; der Keim **1** ist am Deckel **2** befestigt;

[0097] **Abb. 2.2** Quellmaterial **4** und Dotierungsmaterial **5** separiert in unterschiedlichen Zonen des Tiegels
2.2a) das Dotierungsmaterial **5** befindet sich auf einer Lochblende **6**, welche die Funktion hat, das Abdampfen des Quellmaterials kinetisch zu hemmen;
2.2b) das Dotierungsmaterial **5** befindet sich in einem kleinen Tiegel **7** unterhalb des Keims **1**; der Aufbau besitzt ebenfalls eine Lochblende **6** auf dem Quellmaterial **4**;

[0098] **Abb. 2.3** unterschiedlich dickwandiger Tiegel **11**, **11a**, **11b** mit separatem Tiegel **10** im unteren Bereich, Strahlungsschilden **9**, (Tiegelhöhe kann die der Strahlungsschilde übertreffen), Keim **1** am Tiegeldeckel **2**; zusätzliche Tiegelöffnung **12** zur Verringerung der Verdampfung des Quellmaterials (Kühlung)

2.3a) Dotierungsmaterial **5** im mittleren, heißen Bereich des Tiegels auf einer Stufe oder ähnlichem, d. h. auf Fläche **11c**;

2.3b) Dotierungsmaterial **5** auf Lochblende klein **8**, die sich entweder auf dem inneren Strahlungsschild oder direkt auf dem Tiegel **10** befindet, Lochblende dient zur Aufnahme des Dotierungsmaterials und zum „gerichteten“ Verdampfen des Quellmaterials **4** in Richtung Keim **1**

2.3c) Dotierungsmaterial **5** sowohl auf Lochblende (klein) **8** als auch auf Stufe im Tiegel **11**, d. h. auf Fläche **11c**, Lochblende **8** befindet sich entweder auf dem inneren Strahlungsschild oder direkt auf dem Tiegel **10**

2.3d) Dotierungsmaterial **5** sowohl auf Lochblende (klein) **8** als auch auf Stufe im Tiegel **11**, d. h. auf Fläche **11c**, Lochblende **8** befindet sich entweder auf dem inneren Strahlungsschild oder direkt auf dem Tiegel **10**; zusätzliche Heizung der Dotierungsmaterial **5** durch außerhalb des Tiegels **11** angebrachte Graphitkontakte **13** (aus Graphit, oder...) zwischen Suszeptor- und Tiegelwand

[0099] Abb. 2.4 langer Tiegel 16

2.4a) mit Diaphragma **14** zur Aufnahme von Dotierungsmaterial (Pulver/Granulat/...); mit und ohne von außen angebrachtem Kontakt **13**, Quellmaterial **4** befindet sich im unteren Tiegelbereich

2.4b) mit Stufe **15** zur Aufnahme von Dotierungsmaterial (Pulver/Granulat/...); mit und ohne von außen angebrachtem Kontakt **13**, Quellmaterial **4** befindet sich im unteren Tiegelbereich;

[0100] Abb. 3 Sc:AlN Einkristall wie gewachsen (Probe FZ_221);

[0101] Abb. 4 RFA-Linescan über die „as-grown“ Kappe der Probe FZ_221;

[0102] Abb. 5 RFA-Linescan über einen c-plane-Wafer in Keimnähe der Probe FZ_221;

[0103] Abb. 6 RFA-Linescan über einen a-plane-Wafer (FZ_221);

[0104] Abb. 7 Rockingkurve von Sc:AlN-Kappe FZ_221; Primärstrahlblenden 2 und 0,05 mm; offener Detektor; Ergebnis ist Hinweis auf Anwesenheit von mehreren Körnern;

[0105] Abb. 8 Rockingkurve der Kappe von Sc:AlN (FZ_266); Halbwertsbreite von 21,4 arcsec;

[0106] Abb. 9 RFA Linescan auf Kappe (FZ_266) ScN-Gehalt bei ca. 0,4 at.-% ScN

Bezugszeichenliste

1	Keim/Keimmaterial
2	Tiegeldeckel
3	Tiegel (groß)
4	Quellmaterial/AlN-Quelle
5	Dotierungsmaterial
6	Lochblende (groß)
7	Tiegel klein/Kleiner (innerer) Tiegel (zur Aufnahme von Dotierungsmaterial)
8	Lochblende (klein)
9	Strahlungsschild(e)
10	Tiegel (klein)/separater Tiegel (innerer) im unteren Bereich, zur Aufnahme von Quellmaterial
11	Tiegel mit Stufe/(unterschiedlich) dickwandiger Tiegel
11a	oberer Tiegelbereich (mit dünnerer Wandung)
11b	dickwandiger Tiegelbereich
11c	(Ober)Fläche des dickwandigeren Tiegelbereichs
12	Öffnung
13	Graphitkontakt
14	Diaphragma
15	Stufe
16	Tiegel lang

Literatur

- ¹Kneissl_Semicond_Sci_Technol_2011_Advances in group III-nitride-based deep UV LED technology
- ¹Khan A, Balakrishnan K and Katona T 2008 Ultraviolet light-emitting diodes based on group three nitrides Nat. Photonics 2 77
- ¹Zhang J, Hu X, Lunev A, Deng J, Bilenko Y, Katona T M, Shur M S, Gaska R and Khan M A 2005 AlGaIn deep-ultraviolet light-emitting diodes Japan. J. Appl. Phys. 44 7250
- ¹Zhang J P, Wang H M, Gaeovski M E, Chen C Q, Fareed Q, Yang J W, Simin G and Khan M A 2002 Appl. Phys. Lett. 80 3542
- ¹Wang H M, Zhang J P, Chen C Q, Fareed Q, Yang J W and Khan M A 2002 Appl. Phys. Lett. 81 604
- ¹Hirayama H, Yatabe T, Noguchi N, Ohashi T and Kamata N 2007 231–261 nm AlGaIn deep-ultraviolet light-emitting diodes fabricated on AlN multilayer buffers grown by ammonia pulse-flow method on sapphire Appl. Phys. Lett. 91 071901
- ¹M. Shatalov, W. Sun, A. Lunev, X. Hu, A. Dobrinsky, Y. Bilenko, and J. Yang, Appl. Phys. Express 5, 082101 (2012).
- ¹Hirayama, 2014 review
- ¹M. Ippommatsu, Optronics 2, 71 (2014)
- ¹H. Yoshida, Y. Yamashita, M. Kuwabara, and H. Kan, Appl. Phys. Lett. 93, 241106 (2008)
- ¹Kueller V, Knauer A, Brunner F, Zeimer U, Rodriguez H, Weyers M and Kneissl M 2010 Growth of AlGaIn and AlN on patterned AlN/sapphire templates J. Cryst. Growth Submitted
- ¹Y. Zhang, S. Gautier, C.-Y. Cho, E. Cicek, Z. Vashaei, R. McClintock, C. Bayram, Y. Bai, and M. Razeghi, "Near milliwatt power AlGaIn-based ultraviolet light emitting diodes based on lateral epitaxial overgrowth of AlN on Si(111)," Applied Physics Letters, vol. 102, p. 011106, 2013.
- ¹Li_Surf_Sci_Reports_2015_Epitaxial growth of group III-nitride films by PLD and their use in the development of LED devices
- ¹H. Okumura, T. Kimoto, and J. Suda, "Over-700-nm Critical Thickness of AlN Grown on 6H-SiC(0001) by Molecular Beam Epitaxy," Applied Physics Express, vol. 5, p. 105502, 2012.
- ¹L. Liu, J. H. Edgar, Mat. Sci. Eng. R 37 (2002) 61.
- ¹T. Kinoshita, K. Hironaka, T. Obata, T. Nagashima, R. Dalmau, R. Schlessler, B. Moody, J. Xie, S. Inoue, Y. Kumagai, A. Koukitu, and Z. Sitar, Appl. Phys. Express 5, 122101 (2012).
- ¹T. Kinoshita, T. Obata, T. Nagashima, H. Yanagi, B. Moody, S. Mita, S. Inoue, Y. Kumagai, A. Koukitu, and Z. Sitar, Appl. Phys. Express 6, 092103 (2013).
- ¹Hartmann_Semicond_Sci_Technol_2014_Bulk AlN growth by physical vapour transport
- ¹Robert T. Bondokov, Kenneth E. Morgan, Glen A. Slack, and Leo J. Schowalter; Mater_Res_Soc_symp_Proc_2007_ "Fabrication and Characterization of 2-inch diameter AlN Single-Crystal Wafers cut From bulk crystals"
- ¹R. Dalmau, B. Moody, R. Schlessler, S. Mita, J. Xie, M. Feneberg, B. Neuschl, K. Thonke, R. Collazo, A. Rice, J. Tweedie, Z. SitarDalmau; J_Electrochem_Soc_2011; "Growth and Characterization of AlN and AlGaIn Epitaxial Films on AlN single crystal substrates"
- ¹Wu T. Kinoshita, K. Hironaka, T. Obata, T. Nagashima, R. Dalmau, R. Schlessler, B. Moody, J. Xie, S. Inoue, Y. Kumagai, A. Koukitu, and Z. Sitar, Appl. Phys. Express 5, 122101 (2012) nderer 2012
- ¹Hu et al. 2003
- ¹Erlbacher 2012
- ¹Jayasakthi_J_Crystal_Growth_2014_Structural and optical characterization of AlGaIn-GaN layers.pdf
- ¹T. Mukai, S. Hagahama, T. Yanamoto, M. Sano, Phys. Status Solidi (a) 192 (2002) 261.
- ¹P. Perlin, P. Wis'niewski, T. Swietlik, L. Gorczyca, M. Leszczyński, T. Suski, P. Prystawko, R. Czernecki, K. Krowicki, I. Grzegory, S. Porowski, Abstract Book of the Third International Workshop on Bulk Nitride Semiconductors, 2004, p. 59.
- ¹K. Akita, T. Nakamura, H. Hirayama, Phys. Status Solidi (a) 201 (2004) 2624
- ¹A. Gassmann, T. Suski, N. Newman, C. Kisielowski, E. Jones, E. R. Weber, Z. Liliental-Weber, M. D. Rubin, H. I. Helava, I. Grzegory, M. Bockowski, J. Jun, S. Porowski, J. Appl. Phys. 80 (1996) 2195.
- ¹Myrinn_J_Crystal_Growth_2005_Bandgap engineering of electronic and optoelectronic devices on native AlN and GaN substrates – A modelling insight
- ¹R. P. Vaudo, X. Xu, C. Loria, A. D. Salant, J. S. Flynn, G. R. Brandes, Phys. Status Solidi (a) 194 (2002) 494
- ¹Bohnen et al.; J. Crystal Growth 2009
- ¹Bohnen et al.; pss 2009
- ¹Lei_APL_2009_Ferromagnetic Sc-doped AlN sixfold-symmetrical hierarchical nanostructures
- ¹Lei_Angewandte_Chemie_Internat_Ed_2010_Scandium-Doped AlN 1D Hexagonal Nanoprisms – A Class of Room-Temperature Ferromagnetic Materials
- ¹Moram_J_Mater_Chem_2014_ScGaIn and ScAlIn – emerging nitride materials

¹Zang_Holec_J_Appl_Phys_2013_Tunable optoelectronic and ferroelectric properties in Sc-based III-nitrides

¹Zang_Holec_J_Appl_Phys_2013_Elastic constants and critical thicknesses of ScGaN and ScAlN

¹Khan_Nat_Photonics_2008_UV LED based on group three nitrides

¹Kneissl_Semicond_Sci_Technol_2011_Advances in group III-nitride-based deep UV LED technology

¹Cong_J_Phys_Chem_2013_Doping Effect on High-Pressure Behaviors of Sc, Y-doped AlN Nanoprism

¹Gu et al.; J. Mater. Sci. 2004; crystal growth and properties of ScN

ZITATE ENHALTEN IN DER BESCHREIBUNG

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde automatisiert erzeugt und ist ausschließlich zur besseren Information des Lesers aufgenommen. Die Liste ist nicht Bestandteil der deutschen Patent- bzw. Gebrauchsmusteranmeldung. Das DPMA übernimmt keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

Zitierte Nicht-Patentliteratur

- Khan et al. [0004]
- Hirayama et al. [0004]
- Xie et al. 2011 [0009]
- Song et al. [0012]
- Bohnen et al. [0014]
- Lei et al. [0014]
- Moram [0014]
- Zang [0014]
- Moram [0014]
- Gu et al. [0016]
- T. Paskova und M. Bickermann im Aufsatz „Vapor Transport Growth of Wide Bandgap Materials”, in: Handbook of Crystal Growth, Second Edition, Vol 2A: Bulk Crystal Growth – Basic Technologies, P. Rudolph (ed.), Elsevier Science Ltd. 2015, ISBN: 978-0-44463-303-3, Chapter 16 [0024]
- C. Hartmann, A. Dittmar, J. Wollweber, M. Bickermann im Aufsatz „Bulk AlN Growth by Physical Vapor Transport”, Semicond. Sci. Technol. 29 (2014) 084002 [0024]
- Moram (2014) [0089]
- Moram (2014) [0091]

Patentansprüche

1. Verfahren zur Erzeugung von einkristallinem, mit Scandium und/oder Yttrium dotiertem Aluminiumnitrid mit Gehalten an Scandium und/oder Yttrium zwischen 0,01 und 50 Atom-% bezogen auf 100 Atom-% Gesamtstoffmenge des dotierten Aluminiumnitrids, **dadurch gekennzeichnet**, dass in Gegenwart eines Gases, ausgewählt aus Stickstoff oder Edelgas, oder einer Mischung aus Stickstoff und Edelgas, in einem Tiegel – ein Dotierungsmaterial, ausgewählt aus Scandium, Yttrium, Scandiumnitrid oder Yttriumnitrid oder eine Mischung daraus und – ein Quellmaterial aus Aluminiumnitrid sublimiert und auf einem Keimmaterial rekondensiert werden, welches ausgewählt ist aus Aluminiumnitrid oder mit Scandium und/oder Yttrium dotiertem Aluminiumnitrid.
2. Verfahren zur Erzeugung von einkristallinem, mit Scandium und/oder Yttrium dotiertem Aluminiumnitrid gemäß Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Temperatur des Dotierungsmaterials 1 bis 400 K höher als die Temperatur des Quellmaterials ist.
3. Verfahren zur Erzeugung von einkristallinem, mit Scandium und/oder Yttrium dotiertem Aluminiumnitrid gemäß Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Temperatur des Dotierungsmaterials kleiner oder gleich der Temperatur des Quellmaterials ist.
4. Verfahren zur Erzeugung von einkristallinem, mit Scandium und/oder Yttrium dotiertem Aluminiumnitrid gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1–3, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Temperatur des Quellmaterials 1 bis 300 K höher als die Temperatur des Keimmaterials ist.
5. Verfahren zur Erzeugung von einkristallinem, mit Scandium und/oder Yttrium dotiertem Aluminiumnitrid gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1–4, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Gesamtgasdruck zwischen 10 und 1.200 mbar, vorzugsweise zwischen 200 und 1.000 mbar, besonders bevorzugt zwischen 500 und 900 mbar beträgt.
6. Verfahren zur Erzeugung von einkristallinem, mit Scandium und/oder Yttrium dotiertem Aluminiumnitrid gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1–5, **dadurch gekennzeichnet**, dass außen am Tiegel angeordnet oder anordenbar eine Heizeinrichtung vorhanden ist, vorzugsweise zumindest im unteren Bereich des Tiegels, wobei die durch die Heizeinrichtung vorgegebene Temperatur zwischen 1.500 und 2.700°C beträgt.
7. Verfahren zur Erzeugung von einkristallinem, mit Scandium und/oder Yttrium dotiertem Aluminiumnitrid gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1–6, **dadurch gekennzeichnet**, dass im Tiegel das Keimmaterial räumlich beabstandet oder beabstandbar zum Quell- und Dotierungsmaterial angeordnet oder anordenbar ist, vorzugsweise räumlich beabstandet oder beabstandbar bzw. angeordnet oder anordenbar oberhalb des Quell- und Dotierungsmaterials.
8. Verfahren zur Erzeugung von einkristallinem, mit Scandium und/oder Yttrium dotiertem Aluminiumnitrid gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1–7, **dadurch gekennzeichnet**, dass im Tiegel Quell- und Dotierungsmaterial ganz oder teilweise vermengt, versintert oder als Scandium und/oder Yttrium dotiertes Aluminiumnitrid vorliegen.
9. Verfahren zur Erzeugung von einkristallinem, mit Scandium und/oder Yttrium dotiertem Aluminiumnitrid gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1–8, **dadurch gekennzeichnet**, dass im Tiegel Quell- und Dotierungsmaterial räumlich beabstandet oder beabstandbar oder separiert oder separierbar voneinander vorliegen, wobei vorzugsweise der mittlere Abstand des Dotierungsmaterials zum Keimmaterial geringer als der mittlere Abstand des Quellmaterials zum Keimmaterial ist.
10. Einkristallines mit Yttrium dotiertes Aluminiumnitrid, vorzugsweise hergestellt nach einem Verfahren gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1–9.
11. Einkristallines mit Scandium und Yttrium dotiertes Aluminiumnitrid, vorzugsweise hergestellt nach einem Verfahren gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1–9.

12. Einkristallines mit Scandium dotiertes Aluminiumnitrid mit geometrischen Abmessungen von mindestens $3\text{ mm} \times 3\text{ mm} \times 100\text{ }\mu\text{m}$, vorzugsweise hergestellt nach einem Verfahren gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1–9.

13. Einkristallines mit Yttrium dotiertes Aluminiumnitrid mit geometrischen Abmessungen von mindestens $3\text{ mm} \times 3\text{ mm} \times 100\text{ }\mu\text{m}$, vorzugsweise hergestellt nach einem Verfahren gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1–9.

14. Einkristallines mit Scandium und Yttrium dotiertes Aluminiumnitrid mit geometrischen Abmessungen von mindestens $3\text{ mm} \times 3\text{ mm} \times 100\text{ }\mu\text{m}$, vorzugsweise hergestellt nach einem Verfahren gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1–9.

15. Verwendung von einkristallinem, mit Scandium dotiertem Aluminiumnitrid, nach einem Verfahren gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1–9, als Substrat (Wafer) zur Erzeugung von Schichten oder Schichtstapeln aus Aluminiumgalliumnitrid, Indiumaluminiumnitrid oder Indiumaluminiumgalliumnitrid, vorzugsweise mit einer Schichtdicke von mehr als 2 nm, mehr bevorzugt mit einer Schichtdicke von 100 nm bis 50 μm .

16. Verwendung von einkristallinem, mit Yttrium dotiertem Aluminiumnitrid als Substrat (Wafer) zur Erzeugung von Schichten oder Schichtstapeln aus Aluminiumgalliumnitrid, Indiumaluminiumnitrid oder Indiumaluminiumgalliumnitrid, vorzugsweise mit einer Schichtdicke von mehr als 2 nm, mehr bevorzugt mit einer Schichtdicke von 100 nm bis 50 μm .

17. Verwendung von einkristallinem, mit Scandium und Yttrium dotiertem Aluminiumnitrid als Substrat (Wafer) zur Erzeugung von Schichten oder Schichtstapeln von Aluminiumgalliumnitrid, Indiumaluminiumnitrid oder Indiumaluminiumgalliumnitrid, vorzugsweise mit einer Schichtdicke von mehr als 2 nm, mehr bevorzugt mit einer Schichtdicke von 100 nm bis 50 μm .

18. Bauelement, umfassend eine erste Schicht, bestehend aus Schichten oder Schichtstapel von Aluminiumgalliumnitrid, Indiumaluminiumnitrid oder Indiumaluminiumgalliumnitrid, die sich auf einkristallinen, mit Scandium und/oder Yttrium dotierten Aluminiumnitrid-Substraten befinden, welche vorzugsweise nach einem Verfahren gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1–9 hergestellt sind.

19. Bauelement gemäß Anspruch 18, umfassend mindestens eine weitere Schicht aus kristallinem Aluminiumnitrid oder eine Schicht aus Aluminiumgalliumnitrid, die mehr Aluminium (in Atomprozent) enthält als die erste Schicht.

20. Vorrichtung, insbesondere zur Durchführung eines Verfahrens gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1–9, insbesondere zur Herstellung von einkristallinem, mit Scandium und/oder Yttrium dotiertem Aluminiumnitrid mit Gehalten an Scandium und/oder Yttrium zwischen 0,01 und 50 Atom-% bezogen auf 100 Atom-% Gesamtstoffmenge des dotierten Aluminiumnitrids, umfassend einen Tiegel, welcher dadurch gekennzeichnet ist, dass er in einem ersten Bereich eine erste Einrichtung aufweist, in welcher ein Keimmaterial aufnehmbar oder aufgenommen ist und in einem zweiten Bereich mindestens eine zweite Einrichtung aufweist, in welcher ein Quell- und/oder ein Dotierungsmaterial aufnehmbar oder aufgenommen ist/sind.

21. Vorrichtung nach Anspruch 20, **dadurch gekennzeichnet**, dass die mindestens eine zweite Einrichtung, in welcher ein Quell- und/oder ein Dotierungsmaterial aufnehmbar oder aufgenommen ist/sind, mindestens zwei solche zweite Einrichtungen umfasst, von denen eine zur Aufnahme des Quell- und die andere zur Aufnahme des Dotierungsmaterials ausgebildet ist, wobei vorzugsweise der mittlere Abstand der zweiten Einrichtung zur Aufnahme des Dotierungsmaterials zu der ersten Einrichtung zur Aufnahme des Keimmaterials geringer ist als der mittlere Abstand der zweiten Einrichtung zur Aufnahme des Quellmaterials zu der ersten Einrichtung zur Aufnahme des Keimmaterials.

22. Vorrichtung nach Anspruch 21, **dadurch gekennzeichnet**, dass die zweite Einrichtung zur Aufnahme des Quellmaterials durch den unteren inneren Bereich des Tiegels gebildet ist und die zweite Einrichtung zur Aufnahme des Dotierungsmaterials oberhalb der Einrichtung zur Aufnahme des Quellmaterials und unterhalb der Einrichtung zur Aufnahme des Keims angeordnet oder anordenbar ist.

23. Vorrichtung nach Anspruch 21, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Tiegel im unteren Bereich eine dickere Wandung als im oberen Bereich aufweist, welche vorzugsweise eine ungefähr waagerechte obere Fläche aufweist.

24. Vorrichtung nach einem oder mehreren der Ansprüche 21 und 23, **dadurch gekennzeichnet**, dass im Tiegelinneren innerhalb der dickeren Wandung ein separater Tiegel, welcher die zweite Einrichtung zur Aufnahme des Quellmaterials bildet, und/oder einer oder mehrere Strahlungsschilde, ggf. mit einer, darauf angeordneten oder anordenbaren weiteren separaten Vorrichtung, angeordnet oder anordenbar sind.

25. Vorrichtung nach Anspruch 23 oder 24, **dadurch gekennzeichnet**, dass die obere Fläche der dickeren Wandung und/oder die weitere separate Vorrichtung, welche auf dem/den Strahlungsschilden angeordnet ist, die zweite Einrichtung zur Aufnahme des Dotierungsmaterials bildet.

Es folgen 9 Seiten Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

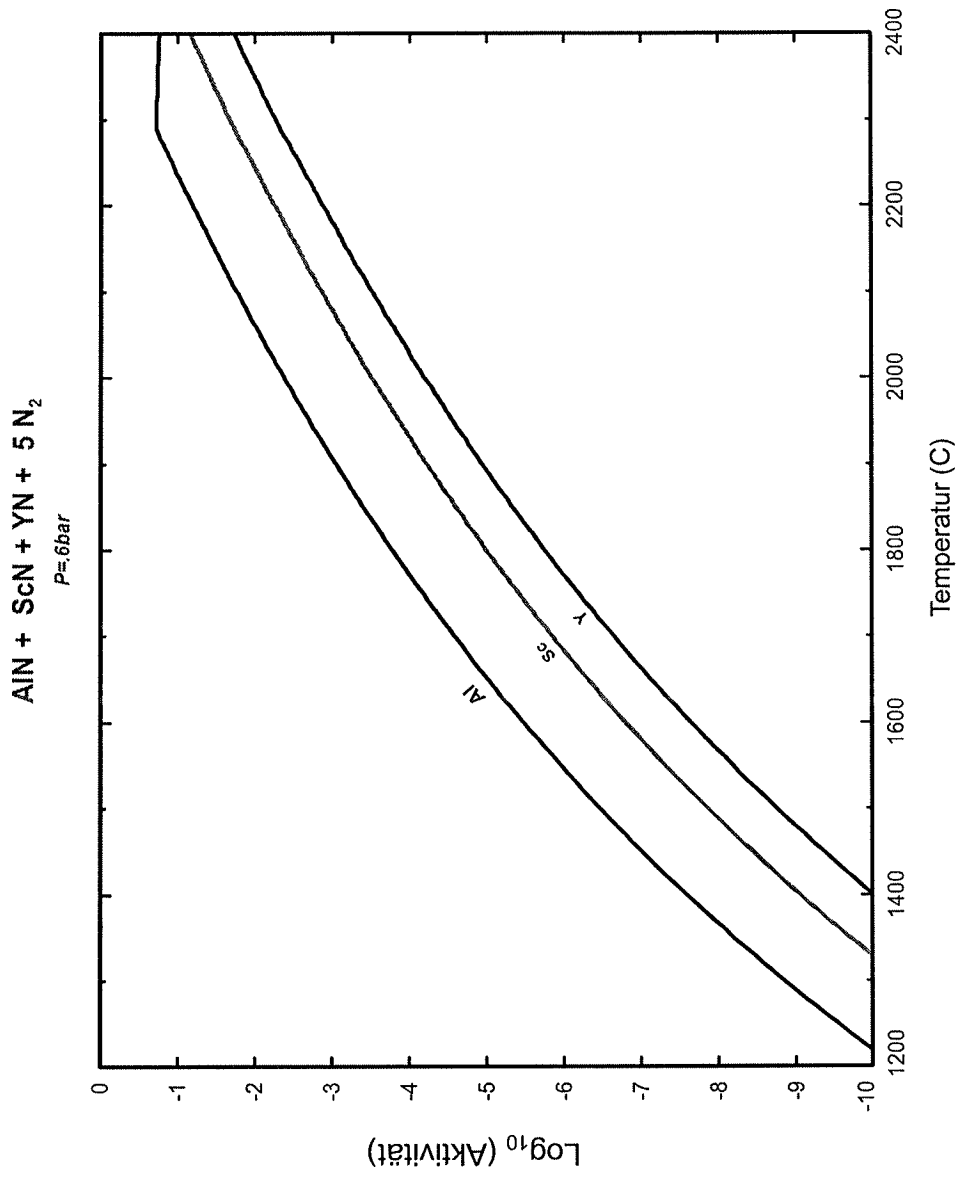


Abb. 1

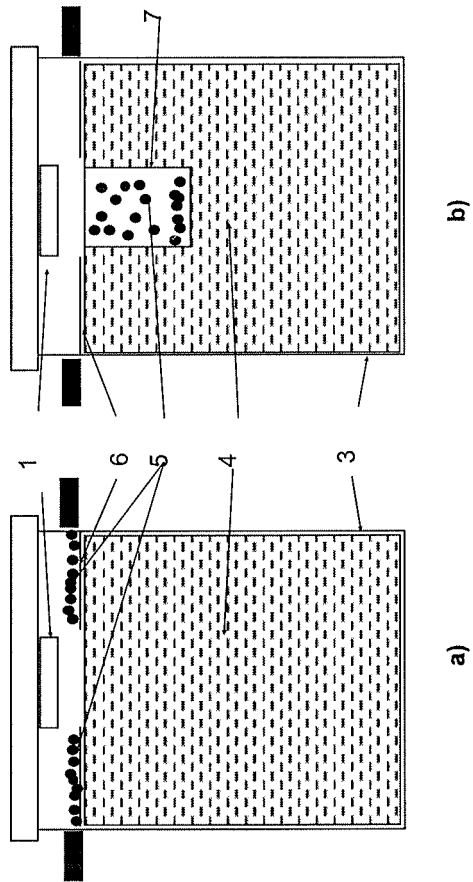


Abb. 2.2

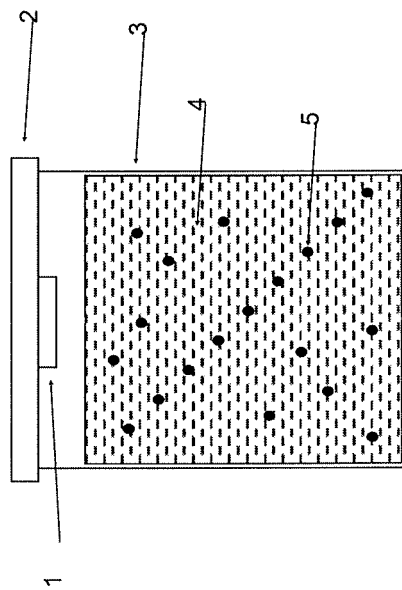


Abb. 2.1

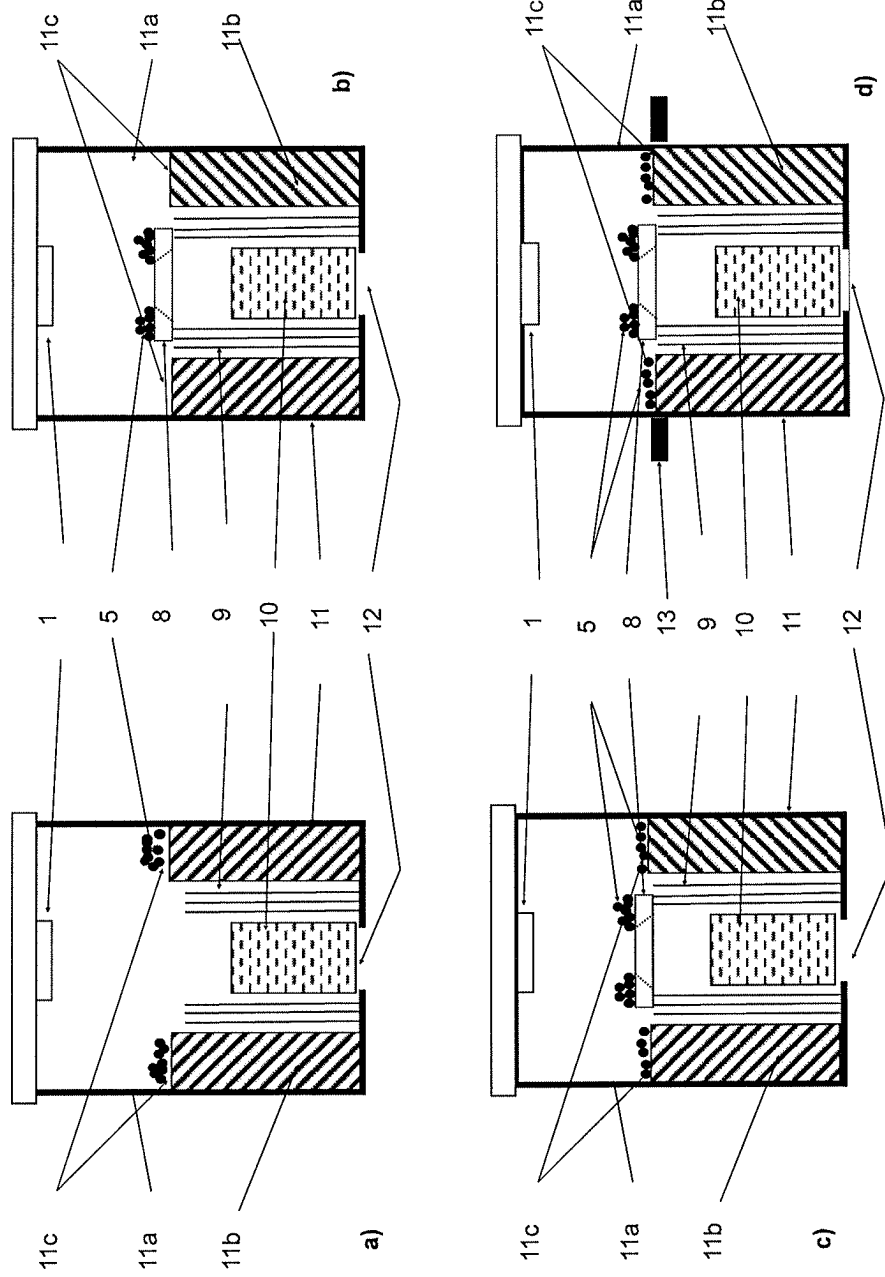


Abb. 2.3

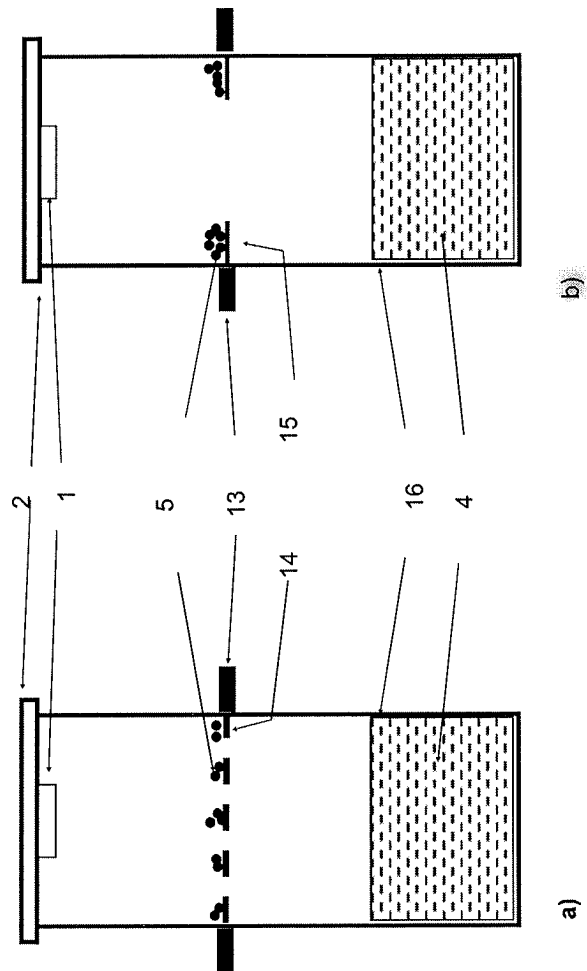


Abb. 2.4

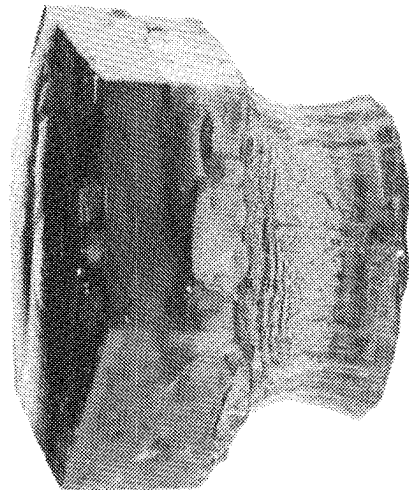


Abb. 3

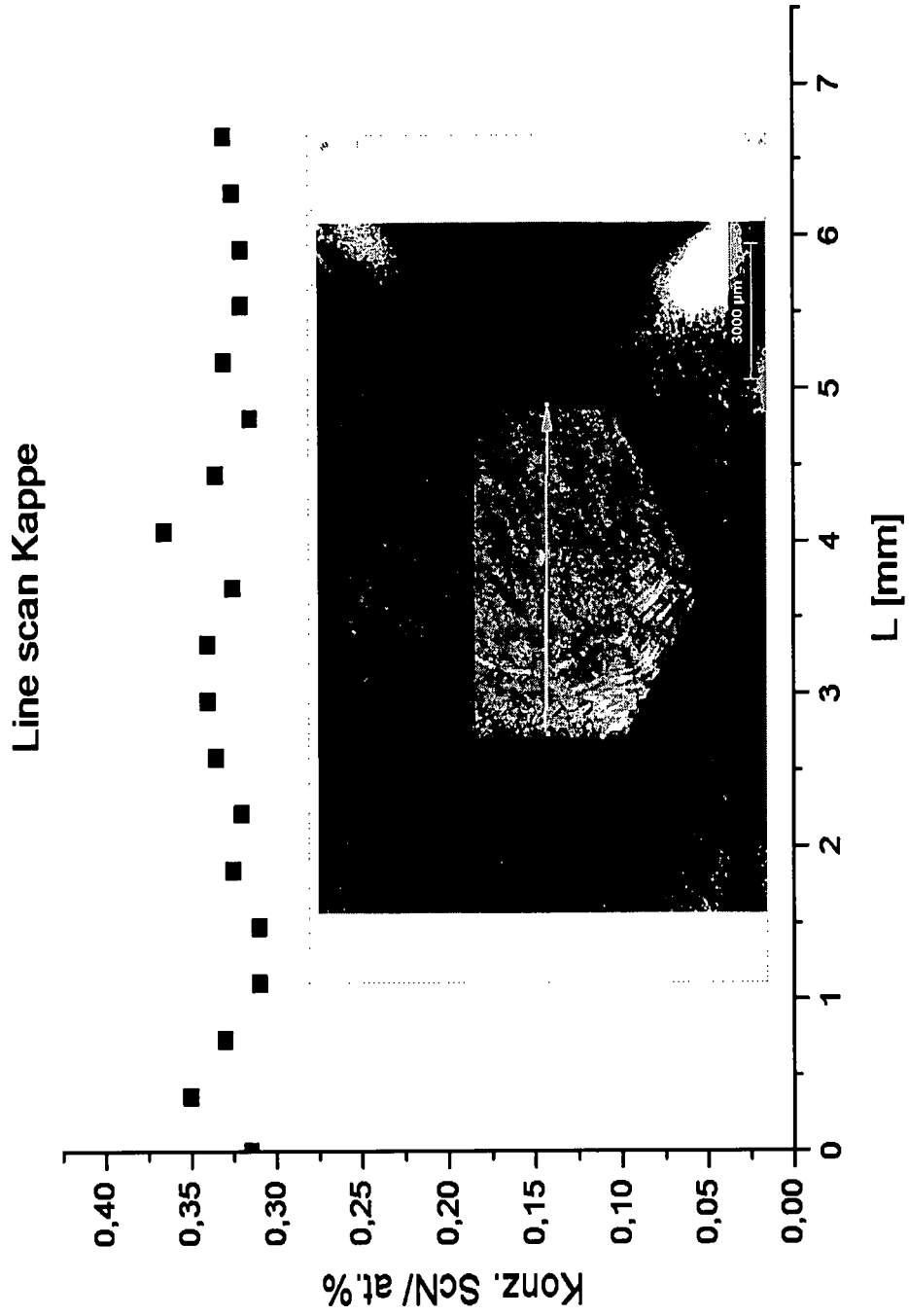


Abb. 4

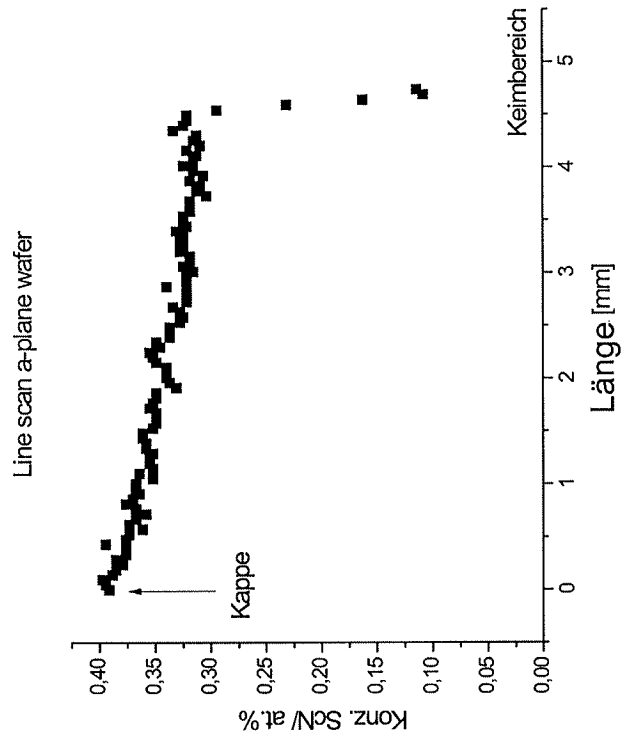


Abb. 6

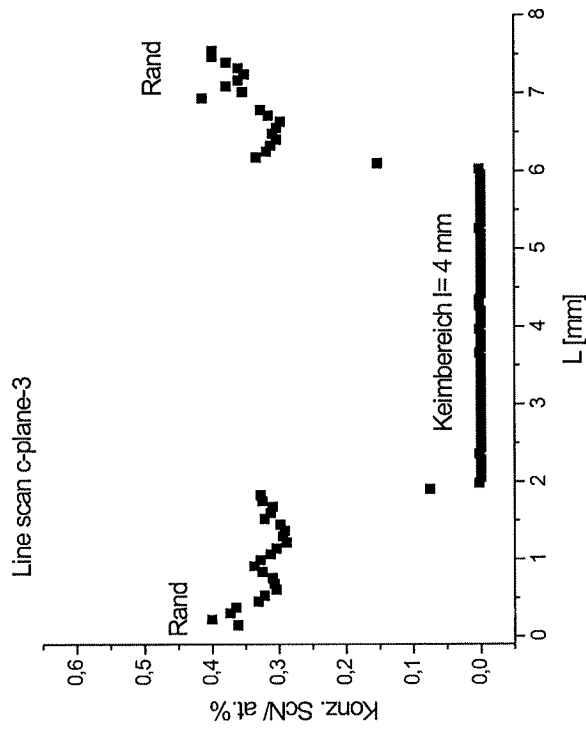


Abb. 5

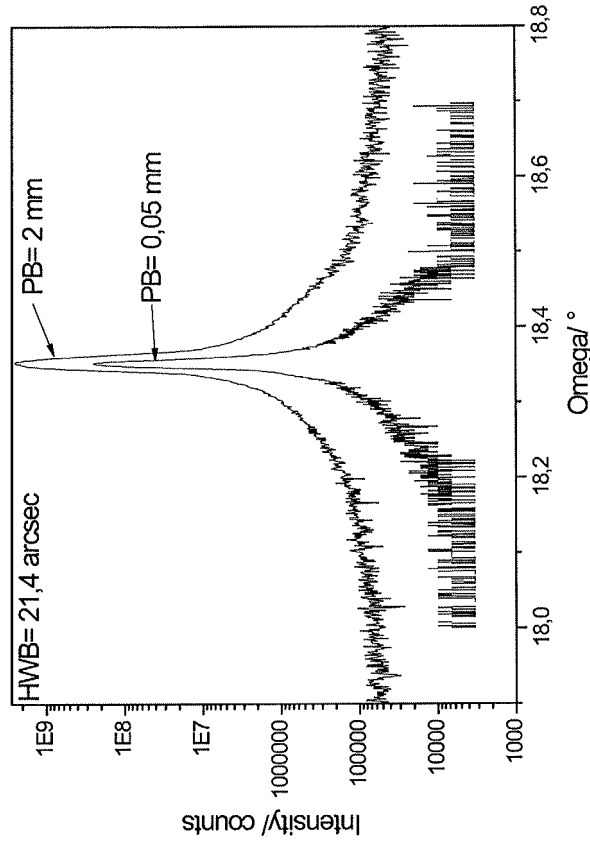


Abb. 8

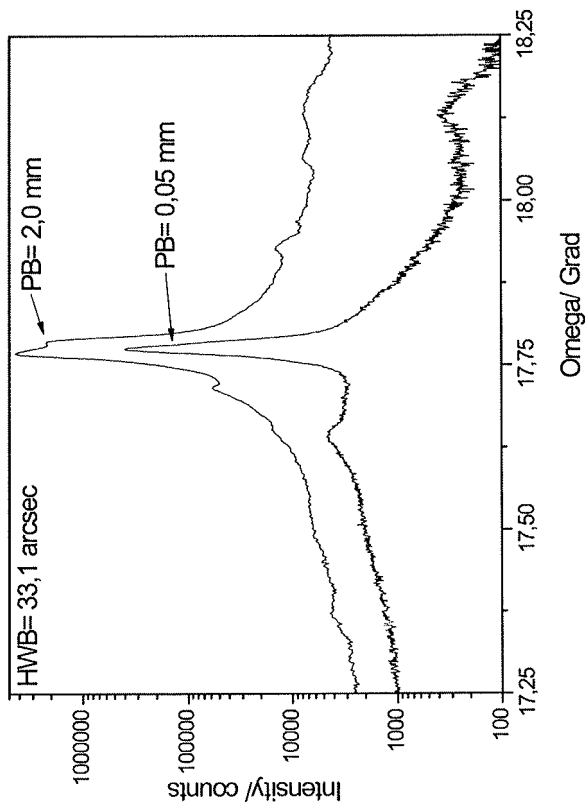


Abb. 7

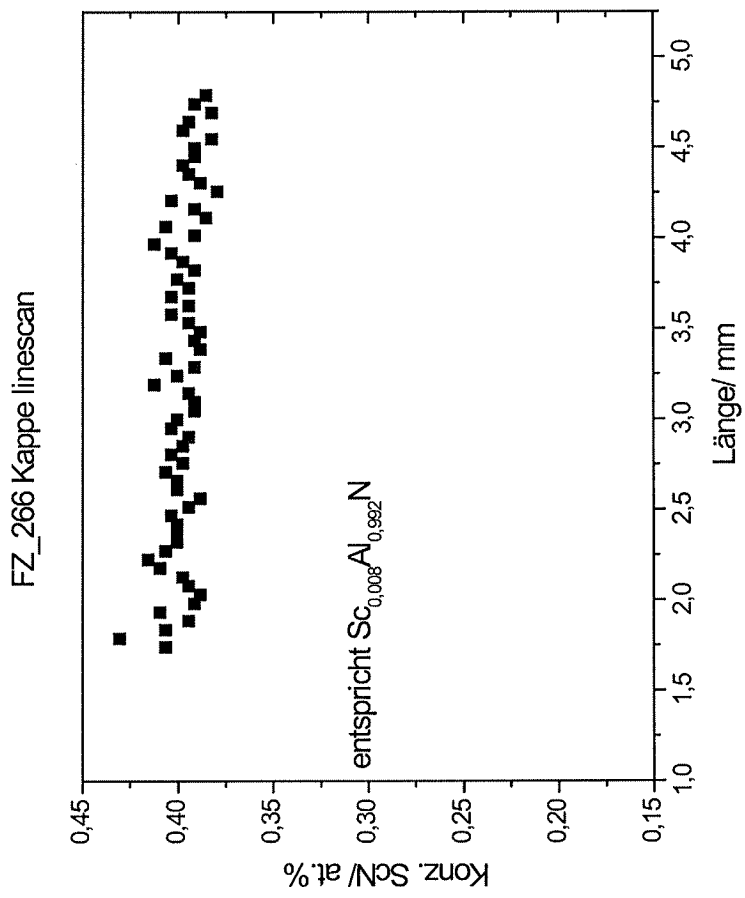


Abb. 9