

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum

Internationales Büro

(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
30. März 2017 (30.03.2017)



(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2017/050532 A1

- (51) Internationale Patentklassifikation:
C30B 23/00 (2006.01) *C30B 29/40* (2006.01)
C30B 23/06 (2006.01)
- (21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2016/070539
- (22) Internationales Anmeldedatum:
31. August 2016 (31.08.2016)
- (25) Einreichungssprache: Deutsch
- (26) Veröffentlichungssprache: Deutsch
- (30) Angaben zur Priorität:
10 2015 116 068.4
23. September 2015 (23.09.2015) DE
- (71) Anmelder: **FORSCHUNGSVERBUND BERLIN E.V.** [DE/DE]; Rudower Chaussee 17, 12489 Berlin (DE).
- (72) Erfinder: **DITTMAR, Andrea**; Köpenicker Landstr. 260, 12437 Berlin (DE). **HARTMANN, Carsten**; Martinstr. 4, 12167 Berlin (DE). **WOLLWEBER, Jürgen**; Schönefelder Chaussee 223, 12524 Berlin (DE). **BICKERMANN, Matthias**; Mackebenweg 38, 12355 Berlin (DE).
- (74) Anwalt: **WABLAT LANGE KARTHAUS**; Potsdamer Chaussee 48, 14129 Berlin (DE).
- (81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), europäisches (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- Veröffentlicht: — mit internationalem Recherchenbericht (Artikel 21 Absatz 3)

(54) Title: (SC, Y):AIN SINGLE CRYSTALS FOR LATTICE-ADAPTED AlGaN SYSTEMS

(54) Bezeichnung : (Sc,Y):AIN EINKRISTALLE FÜR GITTER-ANGEPASSTE AlGaN SYSTEME

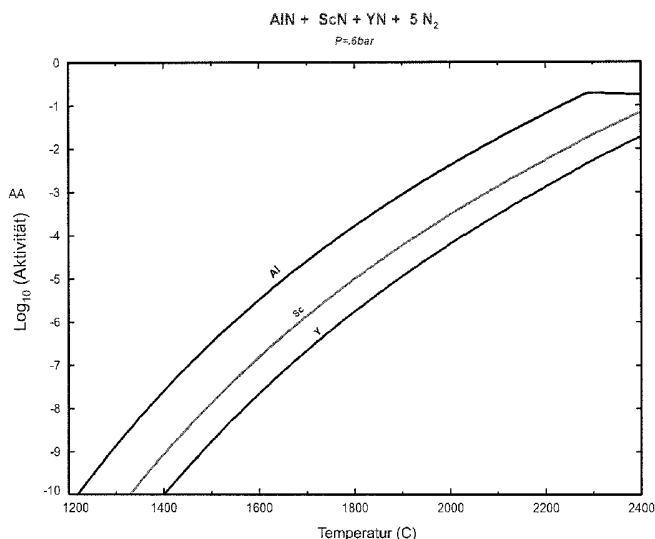


Abb. 1

AA Log₁₀ (activity)
BB Temperature (C)

(57) Abstract: The invention relates to a method for generating single-crystalline aluminium nitride doped with scandium and/or yttrium, with scandium and/or yttrium contents of between 0.01 and 50 at.% with respect to 100 at.% of the total amount of substance of the doped aluminium nitride, characterized in that, in a crucible, in the presence of a gas selected from nitrogen or noble gas or a mixture of nitrogen and noble gas, a doping material selected from scandium, yttrium, scandium nitride or yttrium nitride or a mixture thereof and a source material of aluminium nitride are sublimated and recondensed on a seed material which is selected from aluminium nitride or aluminium nitride doped with scandium and/or yttrium. The invention likewise relates to a corresponding device, and the corresponding single-crystalline products and the use thereof, creating the basis for novel components based on layers or stacks of layers of aluminium gallium nitride, indium aluminium nitride or indium aluminium gallium nitride.

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Erzeugung von einkristallinem, mit Scandium und/oder

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

WO 2017/050532 A1



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 Produkte und deren Verwendung, wodurch die Grundlage für neuartige Bauelemente auf Basis von Schichten oder Schichtstapel von Aluminiumgalliumnitrid, Indiumaluminiumnitrid oder Indiumaluminiumgalliumnitrid geschaffen wurde.

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

Einleitung

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 $DD < 10^6 \text{ cm}^{-2}$).

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

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 ⁽¹⁾. 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

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 cm²) 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 $<10^8$ cm⁻² ^(vii,viii). UV Craftory berichten über eine DUV-LED mit einer hohen EQE von 14,3 % ^(ix) und Hamamatsu Photonics über die kurzweiligste 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 $DD < 10^6$ cm⁻² nicht erreicht. Beim ELO sind Größe und Zahl der prozessierbaren Bauelemente auf Größe und Zahl der koaleszierenden Bereiche beschränkt.

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

- AlGaIn auf AlN-auf-Si-Templates Si und AlN-SiC-Templates

Es wurde ebenfalls berichtet über AlGaIn auf AlN basierten Templates, gewachsen auf Silizium (Si)^(xii,xiii) und Siliziumcarbid (SiC)^(xiv,xv). 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.

- AlGaIn/AlN

Die vorteilhafte Herstellung von pseudomorph verspannten AlGaIn-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^(xvi,xvii). Die strukturelle Qualität und damit die Eignung für die Bauelementtechnologie ist bei einkristallinen AlN-Substraten, die auf AlN-Kristallscheiben hergestellt wurden, am höchsten^(xviii). Die AlGaIn-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^(xix,xx).

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.crystal-is.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.

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

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⁽ⁱ⁾.

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 $5,3 \cdot 10^8 \text{ cm}^{-2}$ bzw. von $2,7$ bis $5,7 \cdot 10^9 \text{ cm}^{-2}$ 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.

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^(xxvi,xxvii). 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}.

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)

Aus der Literatur sind Schichten und Nanostrukturen aus dem Material

Scandiumaluminiumnitrid (Sc:AlN) bekannt: Bohnen et al. ^(xxxix,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 ($\text{Sc}_{0,021}\text{Al}_{0,979}\text{N}$) 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 $\text{Sc}_{0,375}\text{Al}_{0,625}\text{N}/\text{AlN}$ -Schichtfolge

- $\text{Sc}_{0,18}\text{Al}_{0,28}\text{N}$ ist gitterangepasst zu GaN ^(xxxvi,xxxvii)

- Zang ^(xxxvi) und Moram ^(xxxv) et al. verweisen auf die Möglichkeit des Einsatzes von Sc:AlN für Bauelemente auf Basis AlGaIn (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. $\text{Sc}_{0,02}\text{Al}_{0,98}\text{N}$) wird eine Gitteranpassung durch Verspannung angenommen, wenn auf einem AlN-Substrat abgeschieden wird, d.h. die kritische Schichtdicke z.B. für $\text{Sc}_{0,02}\text{Al}_{0,98}\text{N}/\text{AlN}$ sollte unendlich sein ^(viii,ix).

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

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

Es ist bereits ein Verfahren zum Herstellen eines AlN- Kristalls durch ein Sublimationsverfahren bekannt, bei dem ein Stickstoff- Atom durch ein Sauerstoff- Atom substituiert wird. Mit diesem Verfahren soll ein Halbleiter- Kristall mit niedrigen Widerstand erzeugt werden (JP 2007 26188 3 A).

Bekannt ist ebenfalls ein Verfahren zum Herstellen eines AlN Einkristalls durch Sublimation, bei dem das Quellmaterial dotiert sein kann (US 2015/0218728 A1).

Weiterhin bekannt sind Sublimationsaufbauten, die unter anderem zur Züchtung von dotierten SiC-Einkristallen geeignet sind. Hierbei wird die getrennte Bevorratung und Heizung von Dotier- und Quellmaterial in der Sublimationszüchtung beschrieben. In der Regel wird das Dotierelement über einen langen Weg über die Gasphase zum Keim geführt (DE 10 2005 049 932 A1 und DE 10 2008 063 129 A1).

Ebenfalls bekannt ist ein Verfahren zur Herstellung von langen SiC oder AlN Volumenkristallen. Zwischen dem Keim und Quellmaterial befindet sich ein Volumenzwischenblock. Dieser weist jedoch nicht die Funktion eines Diaphragmas auf. Das Quellenmaterial wird zunächst auf der Unterseite des Blocks abgeschieden und anschließend an der dem Keim zugewandten Seite wieder sublimiert. Somit lassen sich sehr lange Volumenkristalle erzeugen (DE 10 2009 016 132 A1).

Vorliegende Erfindung

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.

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.

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

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.

Einkristallines mit Scandium dotiertes Aluminiumnitrid, welches nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellt ist, weist vorzugsweise geometrische Abmessungen von mindestens 3 mm x 3 mm x 100 µm auf. Gleichfalls weist einkristallines mit Yttrium dotiertes Aluminiumnitrid, welches nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellt ist, vorzugsweise geometrische Abmessungen von mindestens 3 mm x 3 mm x 100 µm. Ebenso weist einkristallines mit Scandium und Yttrium dotiertes Aluminiumnitrid,

welches nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellt ist, vorzugsweise geometrische Abmessungen von mindestens 3 mm x 3 mm x 100 µm auf.

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.

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

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.

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

- Details zum erfindungsgemäßen Verfahren

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.

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 (N_2+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.

Die Herstellung erfolgt bei Temperaturen von 1500 bis zu 2700°C unter Zugabe oder konstantem Fluss von N_2 oder Ar oder $N_2 + Ar$, 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 Drucks des Arbeitsgases zusammen mit den Partialdrücken der gasförmigen Anteile, die von der Sublimation des Quellmaterials und des Dotierungsmaterials stammen.

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 polykristalliner Körper eingesetzt.

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.

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.

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).

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.

Höchst vorteilhaft ist somit ein Temperaturverhältnis von

$T(\text{Keim}) < T(\text{Quellmaterial}) < T(\text{Dotierungsmaterial})$

bzw.

$T(\text{Dotierungsmaterial}) \gg T(\text{AlN-Quellmaterial}) > T(\text{Keim})$

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).

In einer alternativen Ausführungsform ist die Temperatur des Dotierungsmaterials gleich oder tiefer als die Temperatur des Quellenmaterials.

$T(\text{Dotierungsmaterial}) \text{ kleiner / gleich } T(\text{AlN-Quellmaterial}) > T(\text{Keim})$

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

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.

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

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 vermengt, 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 Temperaturgradient 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.

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.

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

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.

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 $\mu\text{m}/\text{h}$, bevorzugt 30 bis 300 $\mu\text{m}/\text{h}$.

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.

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.

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 Keimmaterial aufnehmbar oder aufgenommen ist bzw. welche ein Keimmaterial 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

Dotierungsmaterial aufnehmbar oder aufgenommen ist/sind. Insbesondere bei gemeinsamen Vorliegen von Quell- und Dotierungsmaterial wie oben erläutert, kann diese mindestens eine zweite Einrichtung der untere (innere) Bereich des Tiegels selbst sein.

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.

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.

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.

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.

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.

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.

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. 2.2 a 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. 2.2 a eine Lochblende 6 als partielle Diffusionssperre und in Abb. 2.2 b 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.

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

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.

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.

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. 2.3 a-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 Tiegellinnere) 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 +/- 10%, vorzugsweise +/- 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 Tiegellinneren 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.

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.

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.

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).

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.

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.

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

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.

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.

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.

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.

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.

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.

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

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 Aluminiumgalliumnitrid, 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.

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.

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 aufgebrauchte "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.

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.

In einer weiteren vorteilhaften Anordnung wird die Zusammensetzung der "ersten defektarmen Schicht" so gewählt, dass diese gleichzeitig eine elektronische oder optische Führungsschicht (conducting layer, blocking 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.

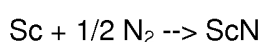
Die Erfindung wird nachfolgend anhand von Beispielen näher erläutert, ohne sie auf diese zu beschränken.

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

Die Nitridierung des Scandiums nach folgender Reaktion



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

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

$T_{Py,o} = 2030^\circ\text{C}$, $t = 15$ h; Wachstumsrate 180 $\mu\text{m/h}$

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

Im Ergebnis wird ein hexagonal gewachsener Kristall erhalten:

Durchmesser 7 x 8 mm; $h = 8$ mm (Kennzeichnung Probe FZ_221, siehe Abb. 3)

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).

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

Daraus folgt: $\text{Sc}_{0,007}\text{Al}_{0,993}\text{N}$

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

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

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: $\text{Sc}_{0,008}\text{Al}_{0,992}\text{N}$

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

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).

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 $\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$ ergibt sich aus dem Da nach Moram (2014):

$\text{Sc}_{0,009}\text{Al}_{0,991}\text{N}$ – dies entspricht 0,9 at.% Sc bzw. 0,45 at.% ScN

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

Beispiel 3 - PVT von Sc:AlN im Tiegel Aufbau wie in Abb. 2.2b gezeigt (Probe FZ_266)

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

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 $\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$ ergibt sich aus dem Da nach Moram (2014):

$\text{Sc}_{0,0097}\text{Al}_{0,9903}\text{N}$ – dies entspricht 0,97 at% Sc bzw. 0,48 at% ScN

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

Insgesamt ergibt sich eine gute Übereinstimmung mit XRD-Werten.

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

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

- Abb. 1 Partialdrucke von Sc, Y und Al in Anwesenheit von AlN als Funktion der Temperatur bei 600 mbar (FactSage);
- 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;
- 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;
- 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)
- 2.3 a) Dotierungsmaterial 5 im mittleren, heißen Bereich des Tiegels auf einer Stufe oder ähnlichem, d.h. auf Fläche 11c;
- 2.3 b) 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
- 2.3 c) 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
- 2.3 d) 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
- 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;
- Abb. 3 Sc:AlN Einkristall wie gewachsen (Probe FZ_221);
- Abb. 4 RFA-Linescan über die „as-grown“ Kappe der Probe FZ_221;
- Abb. 5 RFA-Linescan über einen c-plane-Wafer in Keimnähe der Probe FZ_221;
- Abb.6 RFA-Linescan über einen a-plane-Wafer (FZ_221);
- 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;
- Abb. 8 Rockingkurve der Kappe von Sc:AlN (FZ_266); Halbwertsbreite von 21,4 arcsec;
- 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

- I M Kneissl, T Kolbe, C Chua, V Kueller, N Lobo, J Stellmach, A Knauer, H Rodriguez, S Einfeldt, Z Yang, N M Johnson and M Weyers, Advances in group III-nitride-based deep UV light-emitting diode technology, *Semicond. Sci. Technol.* 26 (2011) 014036.
- II Khan A, Balakrishnan K and Katona T 2008 Ultraviolet light-emitting diodes based on group three nitrides, *Nat. Photonics* 2, 77 (2008).
- III Zhang J, Hu X, Lunev A, Deng J, Bilenko Y, Katona T M, Shur M S, Gaska R and Khan M A, AlGaIn Deep-Ultraviolet Light-Emitting Diodes, *Japanese Journal of Applied Physics* Vol. 44, No. 10, 2005, pp. 7250–7253.
- IV Zhang J P, Wang H M, Gaevski M E, Chen C Q, Fareed Q, Yang J W, Simin G and Khan M A, Crack-free thick AlGaIn grown on sapphire using AlN/AlGaIn superlattices for strain management, 2002, *Appl. Phys. Lett.* 80 3542 (<http://scitation.aip.org/content/aip/journal/apl/80/19/10.1063/1.1477620>).
- V Wang H M, Zhang J P, Chen C Q, Fareed Q, Yang J W and Khan M A, AlN/AlGaIn superlattices as dislocation filter for low-threading-dislocation thick AlGaIn layers on sapphire, 2002, *Appl. Phys. Lett.* 81, 604 (<http://scitation.aip.org/content/aip/journal/apl/81/4/10.1063/1.1494858>).
- VI Hirayama 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, 2007, *Appl. Phys. Lett.* 91, 071901.
- VII M. Shatalov, W. Sun, A. Lunev, X. Hu, A. Dobrinsky, Y. Bilenko, J. Yang et al., AlGaIn Deep-Ultraviolet Light-Emitting Diodes with External Quantum Efficiency above 10%, 2012, *Applied Physics Express*, Volume 5, Number 8, 082101.
- VIII Hirayama, N. H. Hirayama, N. Maeda, S. Fujikawa, S. Toyoda, N. Kamata; Recent progress and future prospects of AlGaIn-based high-efficiency deep-ultraviolet light-emitting diodes; *Japanese Journal of Applied Physics* 53, 100209 (2014)
- IX H. Yoshida, Y. Yamashita, M. Kuwabara, and H. Kan, Demonstration of an ultraviolet 336 nm AlGaIn multiple-quantum-well laser diode, 2008, *Appl. Phys. Lett.* 93, 241106 (<http://scitation.aip.org/content/aip/journal/apl/93/24/10.1063/1.3050539>).

- X Kueller V, Knauer A, Brunner F, Zeimer U, Rodriguez H, Weyers M and Kneissl M, 2010, Growth of AlGa_N and AlN on patterned AlN/sapphire templates, 2011, Journal of Crystal Growth, Volume 315, Issue 1, 15 January 2011, Pages 200–203.
- XI Zhang, S. Gautier, C.-Y. Cho, E. Cicek, Z. Vashaei, R. McClintock, C. Bayram, Y. Bai, and M. Razeghi, Near milliwatt power AlGa_N-based ultraviolet light emitting diodes based on lateral epitaxial overgrowth of AlN on Si(111), 2013, Applied Physics Letters, vol. 102, p. 011106.
- XII Guoqiang Li, Wenliang Wang, Weijia Yang, Haiyan Wang, Epitaxial growth of group III-nitride films by pulsed laser deposition and their use in the development of LED devices, 2015, Surface Science Reports, Volume 70, Issue 3, November 2015, Pages 380–423.
- XIII H. 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.
- XIV L. Liu, J.H. Edgar, Substrates for gallium nitride epitaxy, 2002, Materials Science and Engineering: R: Reports, Volume 37, Issue 3, Pages 61-128 (30 April 2002)
- XV 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, Deep-ultraviolet light-emitting diodes fabricated on AlN substrates prepared by hydride vapor phase epitaxy, 2012, Applied Physics Express, 5(12), 122101.
- XVI T. Kinoshita, T. Obata, T. Nagashima, H. Yanagi, B. Moody, S. Mita, S. Inoue, Y. Kumagai, A. Koukitu, and Z. Sitar, Performance and Reliability of Deep-Ultraviolet Light-Emitting Diodes Fabricated on AlN Substrates Prepared by Hydride Vapor Phase Epitaxy, Applied Physics Express, 6(13), 092103.
- XVII C Hartmann, A Dittmar, J Wollweber and M Bickermann, Bulk AlN growth by physical vapour transport, 2014, Semiconductor Science and Technology, Volume 29, Number 8.
- XVIII Robert T. Bondokov, Kenneth E. Morgan, Glen A. Slack, and Leo J. Schowalter, Fabrication and Characterization of 2-inch diameter AlN Single-Crystal Wafers cut From bulk crystals, 2007, Materials Research Society/Mater. Res. Soc. Symp. Proc. 2007/ MRS Proceedings, 955, 0955-103-08 doi:10.1557/PROC-0955-103-08.

- XIX R. Dalmau, B. Moody, R. Schlessner, S. Mita, J. Xie, M. Feneberg, B. Neuschl, K. Thonke, R. Collazo, A. Rice, J. Tweedie, Z. Sitar, Dalmau, Growth and Characterization of AlN and AlGaIn Epitaxial Films on AlN single crystal substrates, *Journal of The Electrochemical Society*, 158(5) H530-H535 (2011).
- XX Wu T. Kinoshita, K. Hironaka, T. Obata, T. Nagashima, R. Dalmau, R. Schlessner, B. Moody, J. Xie, S. Inoue, Y. Kumagai, A. Koukitu, and Z. Sitar, Deep-Ultraviolet Light-Emitting Diodes Fabricated on AlN Substrates Prepared by Hydride Vapor Phase Epitaxy, 2012, *Appl. Phys. Express* 5, 122101.
- XXI T. Erlbacher, M. Bickermann, B. Kallinger, E. Meissner, A. Bauer, L. Frey; Ohmic and rectifying contacts on bulk AlN for radiation detector applications; *Phys. Status Solidi C* 9, No. 3–4, 968–971 (2012)
- XXII M. Jayasakthi, R. Ramesh, P. Arivazhagan, R. Loganathan, K. Prabakaran, M. Balaji, K. Baskar, Structural and optical characterization of AlGaIn/GaN layers, 2014, *Journal of Crystal Growth*, Volume 401, 1 September 2014, Pages 527–531, Proceedings of 17th International Conference on Crystal Growth and Epitaxy (ICCGE-17), (<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S002202481400222X>).
- XXIII T. Mukai, S. Hagahama, T. Yanamoto, M. Sano, Expanding Emission Wavelength on Nitride Light-Emitting Devices, 2002, *Physica Status Solidi (a)*, Volume 192, Issue 2, pages 261–268 (August 2002).
- XXIV P. Perlin, P. Wisniewski, T. Swietlik, L. Gorczyca, M. Leszczyński, T. Suski, P. Prystawko, R. Czernecki, K. Krowicki, I. Grzegory, S. Porowski, 2004, *Abstract Book of the Third International Workshop on Bulk Nitride Semiconductors*, p. 59.
- XXV K. Akita, T. Nakamura, H. Hirayama, Effects of GaN substrates on InAlGaIn quaternary UV LEDs, 2004, *Physica Status Solidi (a)*, Volume 201, Issue 12, pages 2624–2627 (September 2004).
- XXVI A. 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, Homoepitaxial growth of GaN using molecular beam epitaxy, 1996, *Journal of Applied Physics (Impact Factor: 2.18)*. 09/1996; 80(4):2195 - 2198.
- XXVII V.F. Mymrina, K.A. Bulashevicha, N.I. Podolskayaa, S.Yu. Karpov, Bandgap engineering of electronic and optoelectronic devices on native AlN and GaN substrates-

A modelling insight, 2005, *Journal of Crystal Growth*, Volume 281, Issue 1, Pages 115–124 (15 July 2005).

XXVIII R.P. Vaudo, X. Xu, C. Loria, A.D. Salant, J.S. Flynn, G.R. Brandes, GaN Boule Growth: A Pathway to GaN Wafers with Improved Material Quality, 2002, *Physica Status Solidi (a)*, Volume 194, Issue 2, pages 494–497 (December 2002).

XXIX Bohnen et al., ScAlN nanowires: ScAlN nanowires: A cathodoluminescence study, 2009, *Journal of Crystal Growth*, Volume 311, Issue 11, Pages 3147–3151 (15 May 2009).

XXX Bohnen et al., Growth of scandium aluminum nitride nanowires on ScN(111) films on 6H-SiC substrates by HVPE, *Physica Status Solidi (a)*, 206, No. 12, 2809-2815 (DOI 10.1002/pssa.200925060).

XXXI W. W. Lei, D. Liu, P. W. Zhu, X. H. Chen, Q. Zhao, G. H. Wen, Q. L. Cui, and G. T. Zou, Ferromagnetic Sc-doped AlN sixfold-symmetrical hierarchical nanostructures, 2009, *Applied Physics Letters* 95, 162501.

XXXII Lei W, Liu D, Ma Y, Chen X, Tian F, Zhu P, Chen X, Cui Q, Zou G. , Scandium-Doped AlN 1D Hexagonal Nanoprisms- A Class of Room-Temperature Ferromagnetic Materials, 2010, *Angewandte Chemie International Edition*, Volume 49, Issue 1, pages 173–176, January 4, 2010.

XXXIII M. A. Moram, S. Zhang, ScGaN and ScAlN: emerging nitride materials, 2014, *Journal of Materials Chemistry A*, Issue 17, 6042-6050 (www.rsc.org/MaterialsA).

XXXIV Siyuan Zhang, David Holec, Wai Yuen Fu, Colin J. Humphreys and Michelle A. Moram, Tunable optoelectronic and ferroelectric properties in Sc-based III-nitrides, 2013, *Journal of Applied Physics* 114, 133510 (<http://dx.doi.org/10.1063/1.4824179>).

XXXV S. Zhang, W. Y. Fu, D. Holec, C. J. Humphreys and M. A. Moram, Elastic constants and critical thicknesses of ScGaN and ScAlN, 2013, *Journal of Applied Physics* 114, 243516 (<http://dx.doi.org/10.1063/1.4848036>).

XXXVI Ridong Cong, Hongyang Zhu, Xiaoxin Wu, Chunli Ma, Guangchao Yin, Xiaojun Xie, and Qiliang Cui, Doping Effect on High-Pressure Behaviors of Sc,Y-doped AlN Nanoprisms, 2013, *The Journal of Physical Chemistry C*, 117 (8), pp 4304–4308.

XXXVII Zheng Gu, J.H. Edgar, J. W. Pomeroy, Martin Kuball, D. W. Coffey, Crystal growth and properties of scandium nitride, 2004, Journal of Materials Science Materials in Electronics (Impact Factor: 1.57). 07/2004; 15(8):555-559. DOI: 10.1023/B:JMSE.0000032591.54107.2c.

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 Aluminiumnitridsublimiert 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 mm x 3 mm x 100 µm, 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 mm x 3 mm x 100 µm, 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 mm x 3 mm x 100 µm, 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 Tiegellinneren 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 Strahlenschilden angeordnet ist, die zweite Einrichtung zur Aufnahme des Dotierungsmaterials bildet.

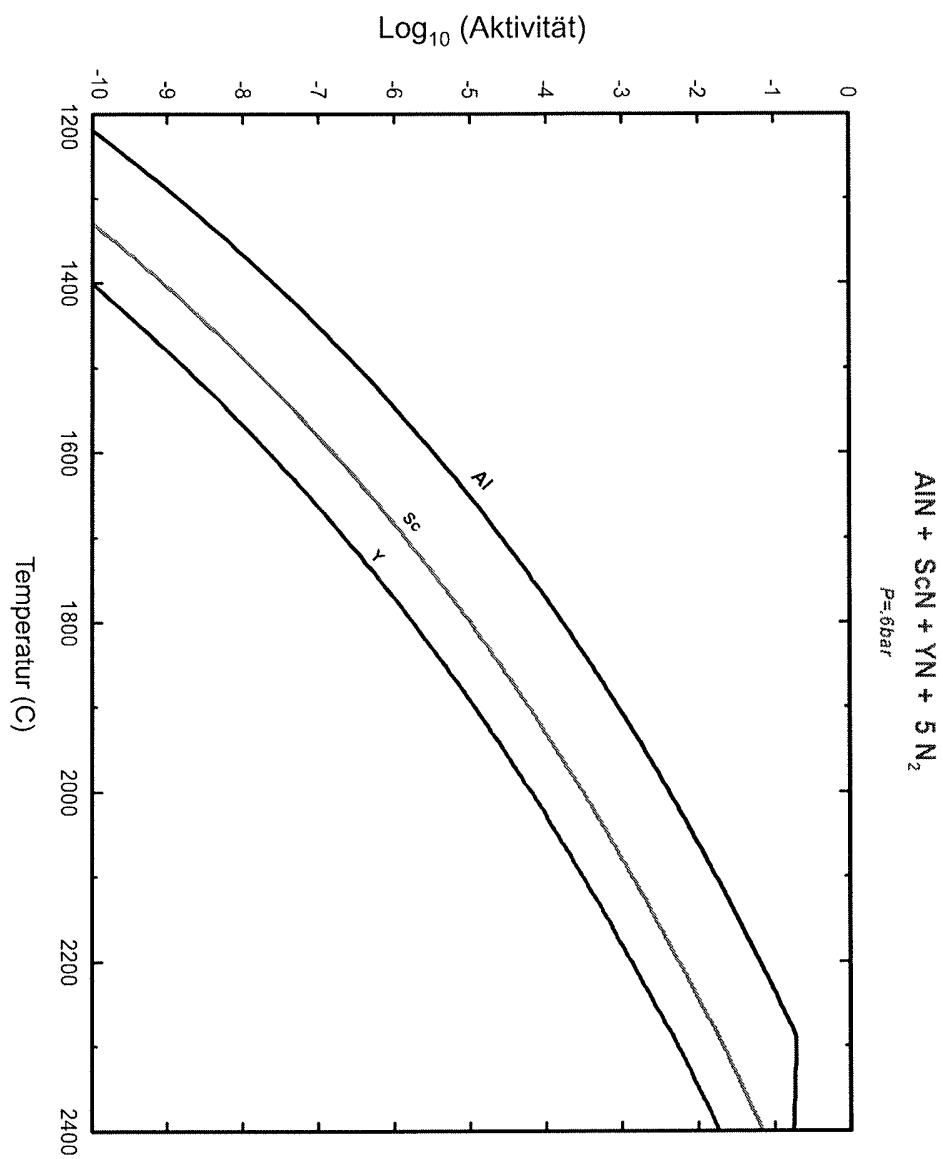


Abb. 1

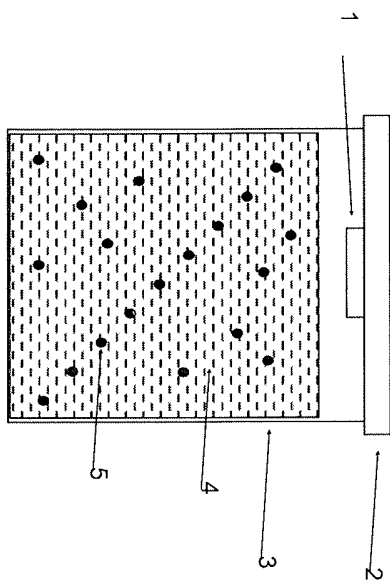


Abb. 2.1

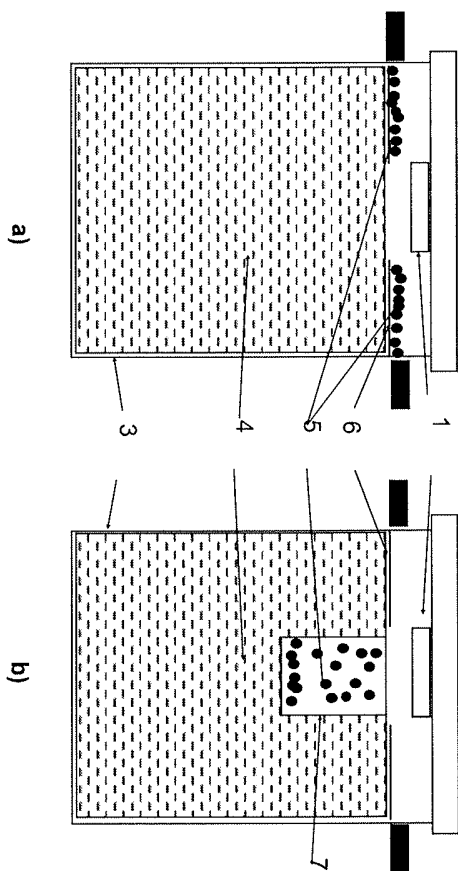


Abb. 2.2

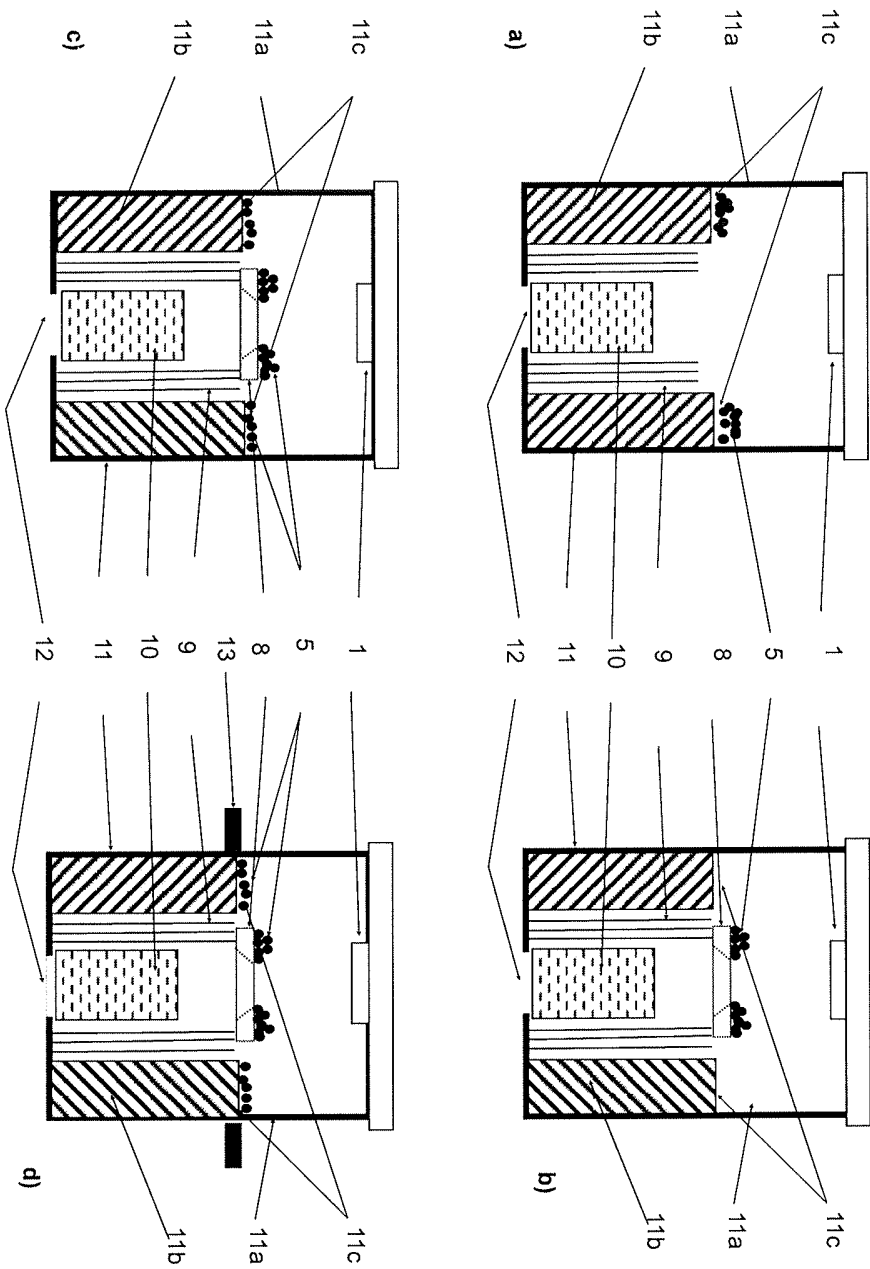


Abb. 2.3

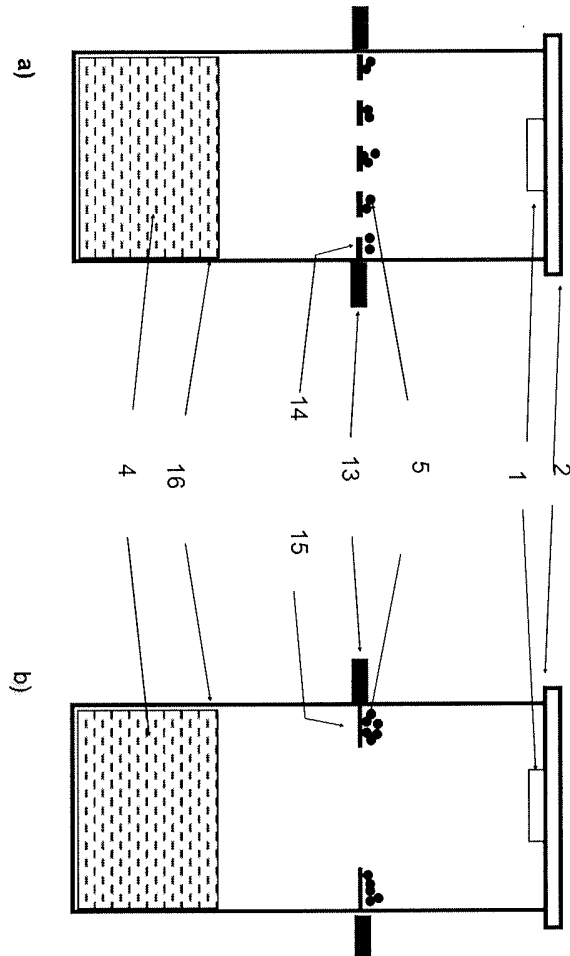
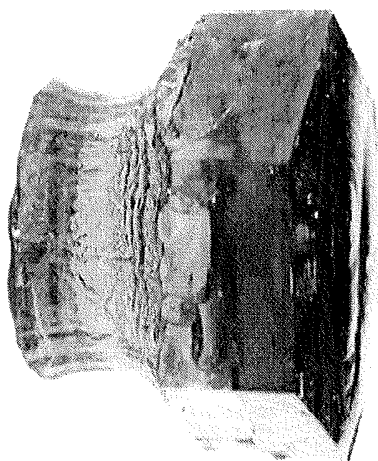
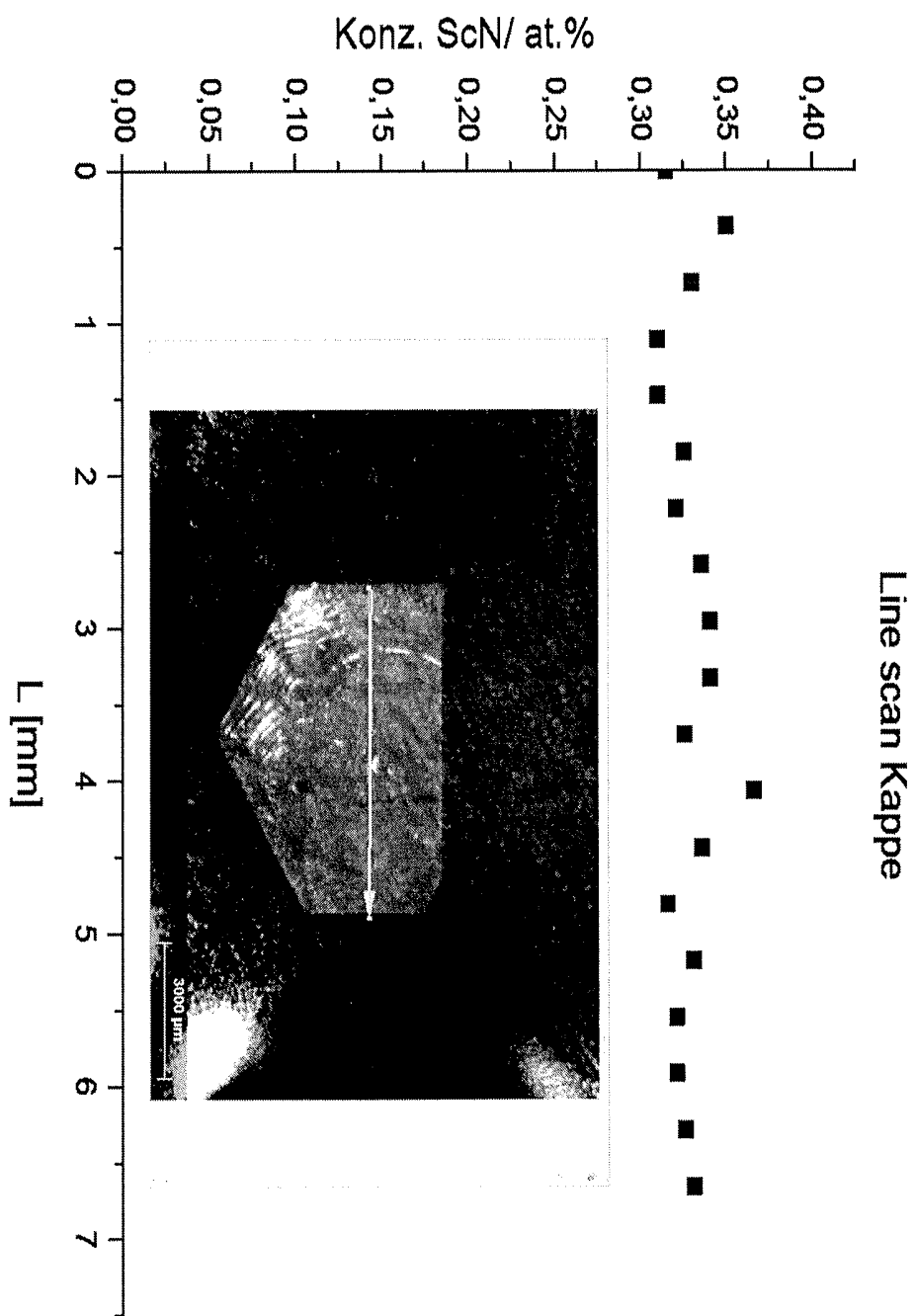


Abb. 2.4

Abb. 3





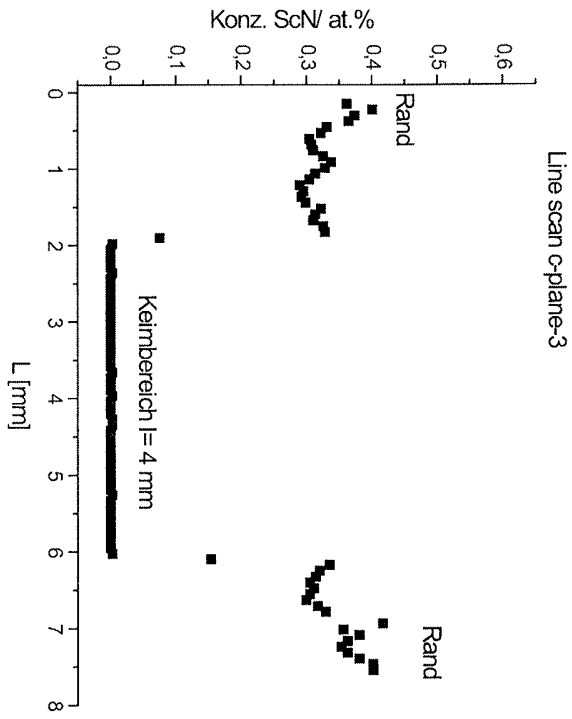


Abb. 5

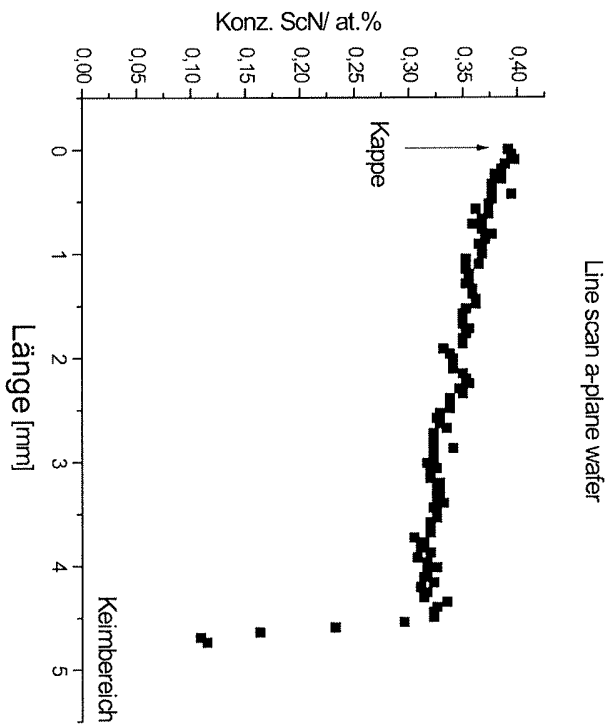


Abb. 6

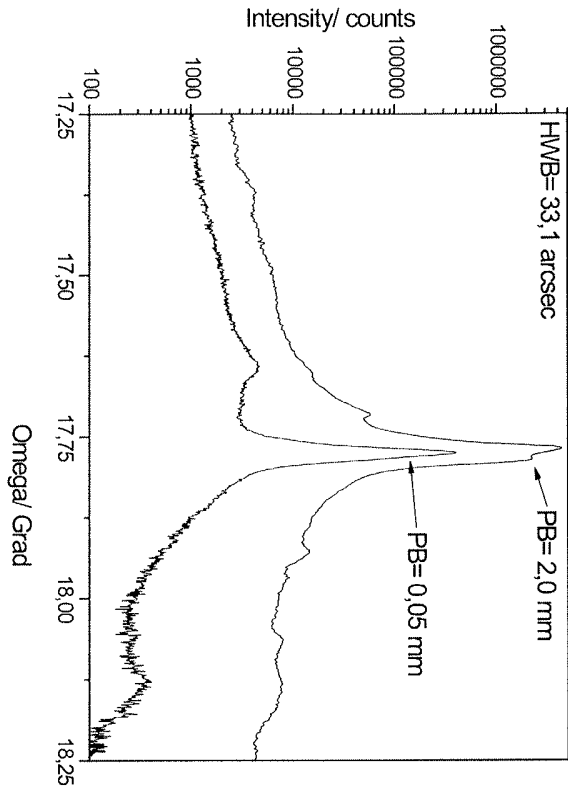


Abb. 7

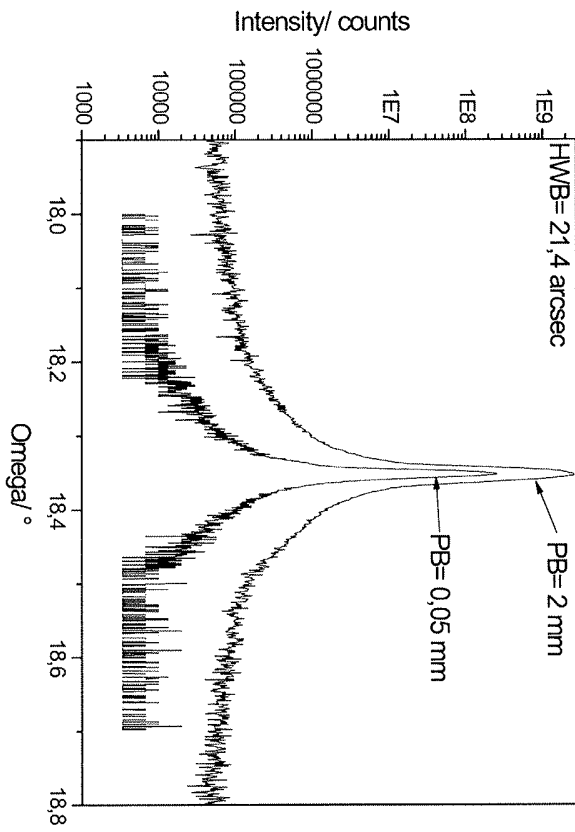


Abb. 8

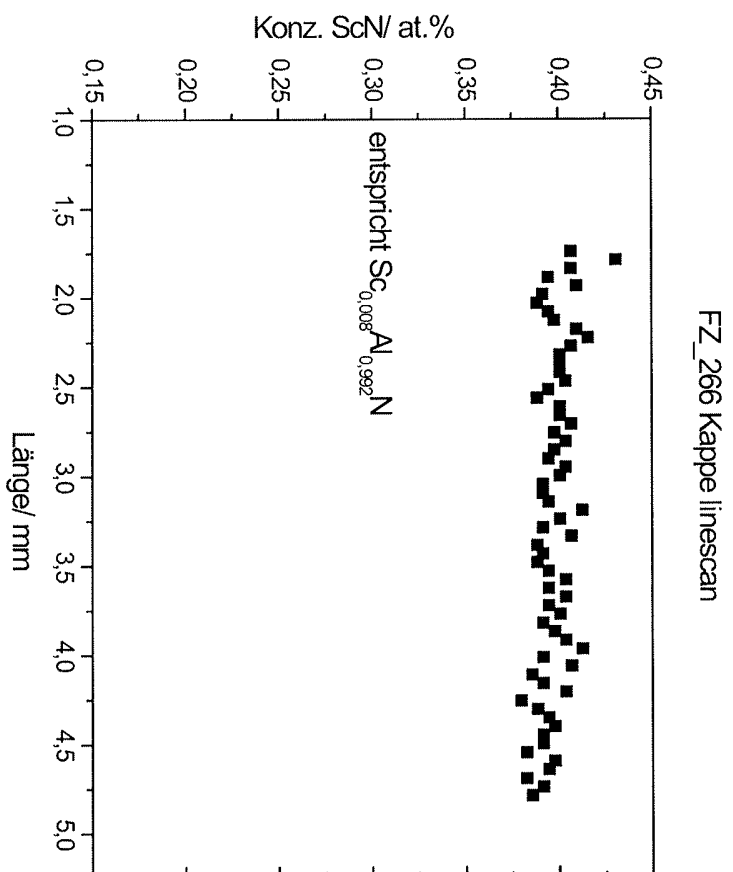


Abb. 9

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2016/070539

<p>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER INV. C30B23/00 C30B23/06 C30B29/40 ADD.</p> <p>According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC</p>											
<p>B. FIELDS SEARCHED</p> <p>Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) C30B</p> <p>Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched</p> <p>Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) EPO-Internal, WPI Data</p>											
<p>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Category*</th> <th>Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages</th> <th>Relevant to claim No.</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>X A</td> <td> WO 2013/151045 A1 (NAT INST FOR MATERIALS SCIENCE [JP]) 10 October 2013 (2013-10-10) example 1 paragraphs [0023], [0052], [0075] claim 14 figures 2, 9-15 </td> <td> 1,2,5-9, 12-14,20 3,4 </td> </tr> <tr> <td>X</td> <td> ----- RIDONG CONG ET AL: "Doping Effect on High-Pressure Behaviors of Sc,Y-doped AlN Nanoprisms", JOURNAL OF PHYSICAL CHEMISTRY C, vol. 117, no. 8, 28 February 2013 (2013-02-28), pages 4304-4308, XP055314987, US ISSN: 1932-7447, DOI: 10.1021/jp312352j "2. Experimental Section" ----- -/-- </td> <td> 10,11 </td> </tr> </tbody> </table>			Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.	X A	WO 2013/151045 A1 (NAT INST FOR MATERIALS SCIENCE [JP]) 10 October 2013 (2013-10-10) example 1 paragraphs [0023], [0052], [0075] claim 14 figures 2, 9-15	1,2,5-9, 12-14,20 3,4	X	----- RIDONG CONG ET AL: "Doping Effect on High-Pressure Behaviors of Sc,Y-doped AlN Nanoprisms", JOURNAL OF PHYSICAL CHEMISTRY C, vol. 117, no. 8, 28 February 2013 (2013-02-28), pages 4304-4308, XP055314987, US ISSN: 1932-7447, DOI: 10.1021/jp312352j "2. Experimental Section" ----- -/--	10,11
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.									
X A	WO 2013/151045 A1 (NAT INST FOR MATERIALS SCIENCE [JP]) 10 October 2013 (2013-10-10) example 1 paragraphs [0023], [0052], [0075] claim 14 figures 2, 9-15	1,2,5-9, 12-14,20 3,4									
X	----- RIDONG CONG ET AL: "Doping Effect on High-Pressure Behaviors of Sc,Y-doped AlN Nanoprisms", JOURNAL OF PHYSICAL CHEMISTRY C, vol. 117, no. 8, 28 February 2013 (2013-02-28), pages 4304-4308, XP055314987, US ISSN: 1932-7447, DOI: 10.1021/jp312352j "2. Experimental Section" ----- -/--	10,11									
<p><input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.</p>											
<p>* Special categories of cited documents :</p> <table border="0"> <tr> <td> <p>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date</p> <p>"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</p> <p>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p> </td> <td> <p>"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</p> <p>"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone</p> <p>"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art</p> <p>"&" document member of the same patent family</p> </td> </tr> </table>			<p>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date</p> <p>"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</p> <p>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p>	<p>"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</p> <p>"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone</p> <p>"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art</p> <p>"&" document member of the same patent family</p>							
<p>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date</p> <p>"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</p> <p>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p>	<p>"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</p> <p>"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone</p> <p>"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art</p> <p>"&" document member of the same patent family</p>										
<p>Date of the actual completion of the international search</p> <p>25 November 2016</p>		<p>Date of mailing of the international search report</p> <p>13/12/2016</p>									
<p>Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016</p>		<p>Authorized officer</p> <p>Schmitt, Christian</p>									

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/EP2016/070539

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	M. A. MORAM ET AL: "ScGaN and ScAlN: emerging nitride materials", JOURNAL OF MATERIALS CHEMISTRY A: MATERIALS FOR ENERGY AND SUSTAINABILITY, vol. 2, no. 17, 1 January 2014 (2014-01-01), page 6042, XP055314792, GB ISSN: 2050-7488, DOI: 10.1039/c3ta14189f	15,18
A	the whole document -----	16,17,19
X	DE 10 2008 063124 A1 (SICRYSTAL AG [DE]) 1 July 2010 (2010-07-01) figure 1 paragraphs [0035] - [0040] -----	20-25
A	US 2010/314653 A1 (ORITA KENJI [JP] ET AL) 16 December 2010 (2010-12-16) paragraphs [0070] - [0080] -----	10,16, 18,19

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2016/070539

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 2013151045 A1	10-10-2013	JP WO2013151045 A1 WO 2013151045 A1	17-12-2015 10-10-2013

DE 102008063124 A1	01-07-2010	DE 102008063124 A1 JP 5623071 B2 JP 2010150133 A	01-07-2010 12-11-2014 08-07-2010

US 2010314653 A1	16-12-2010	US 2010314653 A1 WO 2009147853 A1	16-12-2010 10-12-2009

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2016/070539

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES INV. C30B23/00 C30B23/06 C30B29/40 ADD.		
Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC		
B. RECHERCHIERTE GEBIETE		
Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole) C30B		
Recherchierte, aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen		
Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe) EPO-Internal, WPI Data		
C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	WO 2013/151045 A1 (NAT INST FOR MATERIALS SCIENCE [JP]) 10. Oktober 2013 (2013-10-10) Beispiel 1 Absätze [0023], [0052], [0075] Anspruch 14 Abbildungen 2, 9-15	1,2,5-9, 12-14,20
A	Beispiel 1 Absätze [0023], [0052], [0075] Anspruch 14 Abbildungen 2, 9-15	3,4
X	----- RIDONG CONG ET AL: "Doping Effect on High-Pressure Behaviors of Sc,Y-doped AlN Nanoprisms", JOURNAL OF PHYSICAL CHEMISTRY C, Bd. 117, Nr. 8, 28. Februar 2013 (2013-02-28), Seiten 4304-4308, XP055314987, US ISSN: 1932-7447, DOI: 10.1021/jp312352j "2. Experimental Section" -----	10,11
-/-		
<input checked="" type="checkbox"/> Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen <input checked="" type="checkbox"/> Siehe Anhang Patentfamilie		
* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :		
"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist		"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist
"E" frühere Anmeldung oder Patent, die bzw. das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist		"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden
"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)		"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist
"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht		"&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist
"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist		
Datum des Abschlusses der internationalen Recherche 25. November 2016		Absendedatum des internationalen Recherchenberichts 13/12/2016
Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Bevollmächtigter Bediensteter Schmitt, Christian

C. (Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	M. A. MORAM ET AL: "ScGaN and ScAlN: emerging nitride materials", JOURNAL OF MATERIALS CHEMISTRY A: MATERIALS FOR ENERGY AND SUSTAINABILITY, Bd. 2, Nr. 17, 1. Januar 2014 (2014-01-01) , Seite 6042, XP055314792, GB ISSN: 2050-7488, DOI: 10.1039/c3ta14189f	15,18
A	das ganze Dokument -----	16,17,19
X	DE 10 2008 063124 A1 (SICRYSTAL AG [DE]) 1. Juli 2010 (2010-07-01) Abbildung 1 Absätze [0035] - [0040] -----	20-25
A	US 2010/314653 A1 (ORITA KENJI [JP] ET AL) 16. Dezember 2010 (2010-12-16) Absätze [0070] - [0080] -----	10,16, 18,19

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2016/070539

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
WO 2013151045 A1	10-10-2013	JP WO2013151045 A1	17-12-2015
		WO 2013151045 A1	10-10-2013

DE 102008063124 A1	01-07-2010	DE 102008063124 A1	01-07-2010
		JP 5623071 B2	12-11-2014
		JP 2010150133 A	08-07-2010

US 2010314653 A1	16-12-2010	US 2010314653 A1	16-12-2010
		WO 2009147853 A1	10-12-2009
