

GEFÖRDERT VOM



Bundesministerium
für Bildung
und Forschung

Schlußbericht

Verbundprojekt 5: Herstellung, Bearbeitung und Charakterisierung von AlN-Substratkristallen

Teilprojekt 5.1: Sublimationszüchtung von AlN-Einkristallen (03WKBT05A)

im Wachstumskern Berlin WideBaSe

Zuwendungsgeber: Bundesministerium für Bildung und Forschung

Projektlaufzeit: 01.07.2010 bis 31.06.2013

Dr. Jürgen Wollweber
Projektkoordinator

(Die Verantwortung für den Inhalt dieser Veröffentlichung liegt beim Autor)

II. Eingehende Darstellung

1. Verwendung der Zuwendung und des erzielten Ergebnisses im Einzelnen, mit Gegenüberstellung der vorgegebenen Ziele

1.1 Zentrale Aufgabenstellung

Die Aktivitäten im Regionalen Wachstumskern "Berlin WideBaSe" haben das allgemeine Ziel, anwendungsorientierte Technologien auf Basis breitlückiger Halbleiter (**Wide Bandgap Semiconductors**) des (AlGaIn)N-Materialsystems durch Kooperationen von Unternehmen und Forschungseinrichtungen zu entwickeln. Die Verfügbarkeit von Aluminiumnitride-Wafern (AlN-Wafer) ist dabei ein zentraler Punkt, da von Bauelementen auf AlN-Substraten deutlich längere Lebensdauern und eine höhere Belastbarkeit erwartet werden. Grundlage dafür ist die im Vergleich zu klassischen Fremdsubstraten höhere strukturelle Perfektion der Substrate in Verbindung mit der besseren Gitteranpassung zu den (AlGaIn)N-Epitaxieschichten, die unverzichtbare Voraussetzungen für die Herstellbarkeit neuer Bauelemente für die Kommunikationstechnik im GHz- und Mikrowellenbereich und für effiziente UVC-Lichtemitter, wie Leuchtdioden (UVC-LEDs) und UVC-Laser sind.

Merkantile Auswirkungen werden vor allem im Bereich der UVC-Lichtemitter erwartet. Beispielhaft sei der Ersatz konventioneller Gasentladungslampen durch Halbleiter-UVC-Quellen mit anwendungsorientierten Wellenlängen hervorgehoben. Für die Parameter Betriebssicherheit, Wirtschaftlichkeit, Zuverlässigkeit und Umweltfreundlichkeit in industriellen Anwendungen, wie Anlagen der Medizin, Detektion, Analysentechnik, für Lackhärtung, Desinfektion, Bräunung et cetera, werden signifikante Verbesserungen erwartet. Darüber hinaus wirken AlN-Substrate bei der Herstellung der (AlGaIn)N-Bauelemente kostensenkend, weil weniger Aufwand bei der Abscheidung der Anpassungsschichten erwartet wird.

In der Konsequenz wurde in "Berlin WideBaSe" das Verbundprojekt 5 definiert. Inhalt des Verbundprojekts 5 war die Entwicklung und Bereitstellung von halbleiterreinem AlN-Pulver sowie von epi-ready AlN-Wafern mit großer struktureller Perfektion für den Einsatz in der Kristallzüchtung und der (AlGaIn)N-Epitaxie.

Die Arbeiten im Verbundprojekt 5 wurden vom Leibniz-Institut für Kristallzüchtung im Forschungsverbund Berlin e.V. (IKZ) und der CrysTec GmbH realisiert, wobei die züchtungsrelevanten Aktivitäten dem IKZ im Teilprojekt 5.1 und die AlN-spezifischen Trenn-, Läpp- und Polierverfahren sowie die qualitätssichernde Charakterisierung der CrysTec GmbH im Teilprojekt 5.2 zugeordnet waren.

Die wichtigsten Qualitätsparameter für die epitaxietauglichen AlN-Wafer bestanden in

geringen Versetzungsdichten von $<10^6 \text{ cm}^{-2}$, kleinen Rockingkurvenbreiten von $\text{FWHM} < 100 \text{ arcsec}$ sowie hohen Wärmeleitfähigkeiten ($>170 \text{ W/mK}$, Abhängigkeit vom O-Gehalt). Um Prozeßlinien-kompatibel zu sein, wurde zunächst auf Waferdurchmesser $\geq 1"$ orientiert.

Im Verlauf der Technologieentwicklung wurden jedoch Möglichkeiten gefunden, die strukturelle Perfektion bei geringeren Waferdurchmessern weit über die zunächst definierten Grenzwerte hinaus zu verbessern (Versetzungsdichte von $<10^4 \text{ cm}^{-2}$, Rockingkurvenbreiten von $\text{FWHM} < 20 \text{ arcsec}$). In Absprache mit den anderen Partnern in "Berlin WideBaSe" sind die Arbeitspakete (AP) diesem neuen Entwicklungsstand angepaßt worden.

Für die Abscheidung von Bauelemente-Teststrukturen bei Partnern in "Berlin WideBaSe" (TU, FBH) sollten die AlN-Wafer auf der Al-terminierten Seite durch eine bei der CrysTec GmbH entwickelten chemo-mechanischen Politur (CMP) epi-ready gefinished werden.

Als zweites Produkt der Technologieentwicklung im Verbundprojekt 5 wurde AlN-Pulver in Halbleiterreinheit definiert. Dieses Material hat zunächst als Quellmaterial für die AlN-Züchtung eine große Bedeutung, ist aber auch als hochwertiges Ausgangsmaterial für AlN-Keramiken mit erhöhter Wärmeleitfähigkeit sowie für AlN-Sputtertargets einsetzbar.

AlN-Pulver und AlN-Wafer waren für das Portfolio einer angestrebten Ausgründung vorgesehen.

1.2 Arbeitspakete und Meilensteine

Zum Erreichen der gestellten Ziele wurden die Arbeiten im Teilprojekt 5.1 durch Arbeitspakete wie folgt strukturiert worden:

AP 5.1.1-Theoretische Untersuchungen zur AlN-Züchtung

Zur Optimierung des Züchtungsaufbaus sind numerische Simulationen unter Einbindung der Induktion, des Wärme- und Materialtransports durch Leitung, Konvektion und Strahlung und Massentransport zwischen Quellpulver und Keim mittels „Virtual Reactor for AlN“ (STR GmbH, finite volume code) unter Berücksichtigung der züchtungsrelevanten Randbedingungen:

- Oberflächenkinetik von Kristall und Quelle
- integraler Masseverlust des Züchtungstiegels
- Massetransport und Geometrieänderung der AlN-Quelle inklusive der lokalen Änderung der Pulverparameter (Korngröße und Porosität)
- Evolution der Kristallform durch quasistationäre Annäherung

- Analyse der Ausbreitung von Threading $\langle 1210 \rangle$ und $\langle 0001 \rangle$ -Dislocations als Kontinuumsrechnung geplant worden.

AP 5.1.2- Reinigung von kommerziellem AlN-Quellenmaterial

AlN-Pulver kommerziell nur mit typischen O, C-Gehalten von $\approx 0,5\%$ erhältlich. Für die Nutzung in der AlN-Kristallzüchtung müssen diese Werte auf unter 100 ppm reduziert werden.

Die große Affinität des O zum Al (Bildungsenergie Al_2O_3 : -1676 kJ/mol) sind rein chemische Verfahren zur Präparation von O-armem AlN-Pulver nicht nutzbar. Fraktioniertes Umsublimieren bei $\sim 2000^\circ\text{C}$ führt zu Konzentrationen < 100 ppm O. Allerdings ist dieses Verfahren sehr kostenaufwendig und ergibt massive Körper anstelle des angestrebten Pulvers.

Im Teilprojekt 5.1 sollte daher ein kombinierter physikalisch-chemischer Prozeß entwickelt werden, bei dem ein AlN-Pressling in einem Monomode-Mikrowellenfeld auf bis zu 2000°C erhitzt werden sollte. Vorhandenes Al_2O_3 wird dabei in Gegenwart von AlN, C und N_2 umgesetzt und O als flüchtiges $\text{Al}_2\text{O}(\text{g})$ abgeführt. Parallel zur O-Reduktion wird eine Vergrößerung des AlN-Pulvers ($5\text{ }\mu\text{m}$ Kornausgangsgröße) angestrebt. Vorgesehen sind folgende Entwicklungsschritte:

- Untersuchung des Umsatzes von Al-O-Verbindungen (Al_2O_3 , $\text{AlO}(\text{OH})$) in einem Mikrowellenfeld ($5 - 700$ mbar N_2 , $700-2000^\circ\text{C}$)
- Untersuchung des Sinterverhaltens
- Untersuchung des Umsatzes von Al-O-Verbindungen (Al_2O_3 , $\text{AlO}(\text{OH})$) in einem Mikrowellenfeld unter dynamischen Bedingungen ($50-500$ sccm/min NH_3 , $700-1500^\circ\text{C}$)

Bei Nichterreichen der angestrebten Verunreinigungsreduktion sind alternative Reinigungsprozesse (karbothermische Reduktion, O-Bindung durch Mischkristallbildung $\text{AlN}/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{C} \rightarrow \text{Al}_2\text{CO}$) zu untersuchen.

AP 5.1.3-Züchtung

Zur Entwicklung einer Züchtungstechnologie für hochperfekte AlN-Einkristalle ist die Bearbeitung folgender Arbeitsschwerpunkte geplant worden:

- Technologieentwicklung für die Handhabung von gereinigtem AlN-Quellpulver - Unterbindung der Reoxydation

- Entwicklung einer formschlüssigen Keimbefestigung unter Minimierung thermischer Spannungen beim Aufheizen/Abkühlen
- Untersuchung des flächenspezifischen Wachstumsverhaltens bei der AlN-Sublimation (Einfluss von Verunreinigungen bzw. des Temperaturfeldes); Ermittlung der optimalen Wachstumsrichtung sowie von Versuchsbedingungen für eine Durchmesser-vergrößerung
- Gewinnung von Multigenerationskeimen; Start auf Basis von kommerziellen SiC-Wafern; die gewonnenen dünnen AlN-Kristalle werden durch den Projektpartner CrysTec GmbH beidseitig geläppt/poliert (CMP (chemo-mechanische Politur s. Teilprojekt 5.2))
- Weiterentwicklung der Technologie für die Züchtung von AlN-Einkristallen auf Eigenkeimen (systematische Variation von Quellen- und Substrat-Temperatur, Gesamtdruck, Gaszusammensetzung, Geometrie der Sublimationszone und dynamische Anpassung der Temperaturgradienten); Reduktion der Versetzungsdichte durch Versuchsiteration auf $\leq 2 \cdot 10^6 \text{ cm}^{-2}$
- Vergrößerung des nutzbaren Kristalldurchmessers auf 1"; Züchtung von Kristallen mit 30 mm Durchmesser und 10 mm Länge
- Aufweitung des Kristalldurchmessers auf 2" (undotiert, epi-ready, Versetzungsdichte $\leq 2 \cdot 10^6 \text{ cm}^{-2}$); Bereitstellung von Testwafern für Verbundpartner (s. Teilprojekt 5.2 CrysTec GmbH)

Die chronologischen Abläufe inklusive Meilensteine sind wie folgt vorgesehen gewesen:

		Jahr 1				Jahr 2				Jahr 3				MM	
AP		I	II	III	IV	I	II	III	IV	I	II	III	IV	W	T
5.1	AlN														
5.1.1	Theoret. Unters.			M1 I										18	
5.1.2	Reinigung						M3 I							30	
5.1.3	Züchtung								M5 I					42	
		Summe												72	

(z.B.: (MxI) = Meilenstein Nr.x IKZ)

Meilenstein	Beschreibung	Kommentar/Entscheidung	Monat/Ende
M1 I	Simulation Wachstum, Temperatur- und Konzentrationsfelder	Entscheidungen für Tiegeldesign und Versuchsführung abgeleitet	9
M2 C	Bereitstellung von ersten 10 x 10 mm Wafern	mit CMP auf Basis des aktuellen Standes, Entscheidung für saures oder basisches Milieu	15

M3 I	optimierter Reinigungsprozess für AlN erarbeitet; O-Gehalt < 100 ppm in AlN reproduzierbar erreichbar	bei Nichterfüllung des Reinheitskriteriums → alternative Methode: Nutzung karbothermische Reaktion	18
M4 C	Bereitstellung von 1" AlN-Testwafern für Bündnispartner	Feedback durch Verbundpartner BeMiTec und JOOS/Epigap für Prozessoptimierung notwendig	21
M5 I	Wachstum von AlN-Einkristallen mit $\text{epd} \leq 2 \times 10^6$ und Fläche > (4 cm ²) auf AlN-Keimen erfolgreich nachgewiesen	bei Scheitern muss generell auf SiC-Wafer zurückgegriffen werden → Prozesskosten steigen durch dann notwendiges laterales Auswachsens vor jedem Züchtungsversuchs → Kompensation durch fehlende Keimpräparation möglich	24
M6 C	Bereitstellung von standardisierten 1" AlN-Wafern und 2" AlN-Testwafern für Bündnispartner	Feedback durch Verbundpartner BeMiTec und JOOS/Epigap	30
M7 C	Epitaxie-geeignete Oberfläche an Projektmaterial mit standardisiertem größeren Durchmesser	Bereitstellung von AlN-Testwafern für Verbundpartner im Wachstumskern	33

Untersuchungen zur Defektentwicklung in AlN-Einkristallen, die auf SiC-Keimen gezüchtet wurden, hatten in 2011 gezeigt, daß der gewählte Technologieweg für die spezifischen Anforderungen der (AlGa)N-Bauelemente nicht geeignet ist (Sachbericht 3 VP5 TP1, Berichtszeitraum: 01.07.2011 - 31.12.2011). Eine formale Umsetzung der APs und Meilensteine wäre ungeachtet dessen möglich gewesen. Dieses Vorgehen hätte jedoch dem Gesamtanspruch von „WideBaSe Berlin“ nicht entsprochen!

Es wurde deutlich, dass die benötigten strukturell hochperfekten AlN-Wafer ausschließlich durch Wachstum auf Eigenkeimen erhalten werden können. Da diese Eigenkeime weder kommerziell noch aus natürlichem Vorkommen verfügbar sind, wurde eine Technologieentwicklung definiert, die aus den Schritten:

1. Eigenkeimentwicklung durch spontane Kristallisation freistehender AlN-Kristalle
2. Präparation von Keimen aus den spontan kristallisierten AlN-Kristallen
3. Oberflächenbearbeitung durch chemo-mechanische Politur (CMP)
4. homoepitaktisches Wachstum von AlN-Kristallen mit Durchmesseraufweitung

bestehen sollte. Dazu wurden in Absprache mit Projektpartnern und der PTJ Modifikationen der verbliebenen APs vorgenommen, um geeignete defektarme AlN-Wafer für die Projektpartner bereitstellen zu können:

Meilen- stein	Beschreibung	Kommentar/Entscheidung	Monat /Ende
M4 C	Bereitstellung von Ø8mm-AIN-Testwafern mit CMP gemäß Entwicklungsstand für Bündnispartner	Feedback durch Verbundpartner FBH für Prozessoptimierung notwendig	21 31.03.12
M5 I	Demonstration des epitaktischen Aufwachsens von AIN-Kristallen auf Ø8mm-AIN-Keimen	notwendiger Prozeßschritt, da Voraussetzung für laterales Auswachsens und Erhalt der krist. Perfektion des Keimmaterials	24 30.09.12
M6 I	Bereitstellung von 10*10mm-AIN-Testwafern für CMP	Wafergröße ist erster Schritt zu einer kommerziellen Verwertbarkeit	26 31.11.12
M7 C	Bereitstellung von epiready 10*10mm-AIN-Testwafern für Bündnispartner	Feedback durch Verbundpartner FBH für Prozeßoptimierung wichtig	27 31.12.12
M8 C	Markt- und Kostenanalyse	Entscheidung über Ausgründung; im negativen Fall Planung der weiteren Technologieentwicklung	33 30.06.12

1.3 Umsetzung der Arbeitspakete

ad AP 5.1.1-Theoretische Untersuchungen zur AIN-Züchtung

Die numerischen Simulationen des Züchtungsaufbaus in den Konzeptions- und Optimierungsphasen haben die experimentellen Untersuchungen enorm unterstützt, wodurch finanzielle Aufwendungen und Zeit eingespart werden konnten.

Im Zentrum standen die Optimierung der thermischen Bedingungen (Temperaturfeld und Temperaturgradienten) und der Al-Konzentrationsfelder. Im Rahmen der verfügbaren Materialdaten ist der Einfluß der Oberflächenkinetik bei der Kristallisation von AIN und sowie von Veränderungen des Quellmaterials untersucht worden.

Eine direkte praktische Umsetzbarkeit der erhaltenen Resultate war erst durch die Erweiterung der Datenbank möglich. Die erhaltenen Geometrien und Prozessabläufe haben sich in einer Vielzahl von Experimenten als geeignet erwiesen. Beispielhaft sei die Wirksamkeit der Simulationen an zwei Geometrien demonstriert.

Im ersten Fall handelt es sich um die Frage, ob Strahlungsbleche im freien Bereich der Züchtungstiegel prinzipiell geeignet sind, um die Temperaturgradienten vor der Wachstumsphasengrenze einstellen zu können (Abb. 1), was wegen des nahezu vollständigen Wärmetransports durch Strahlung ($\sim T^4$) durch konventionelle konstruktive Maßnahmen außerhalb des Tiegels schwierig ist.

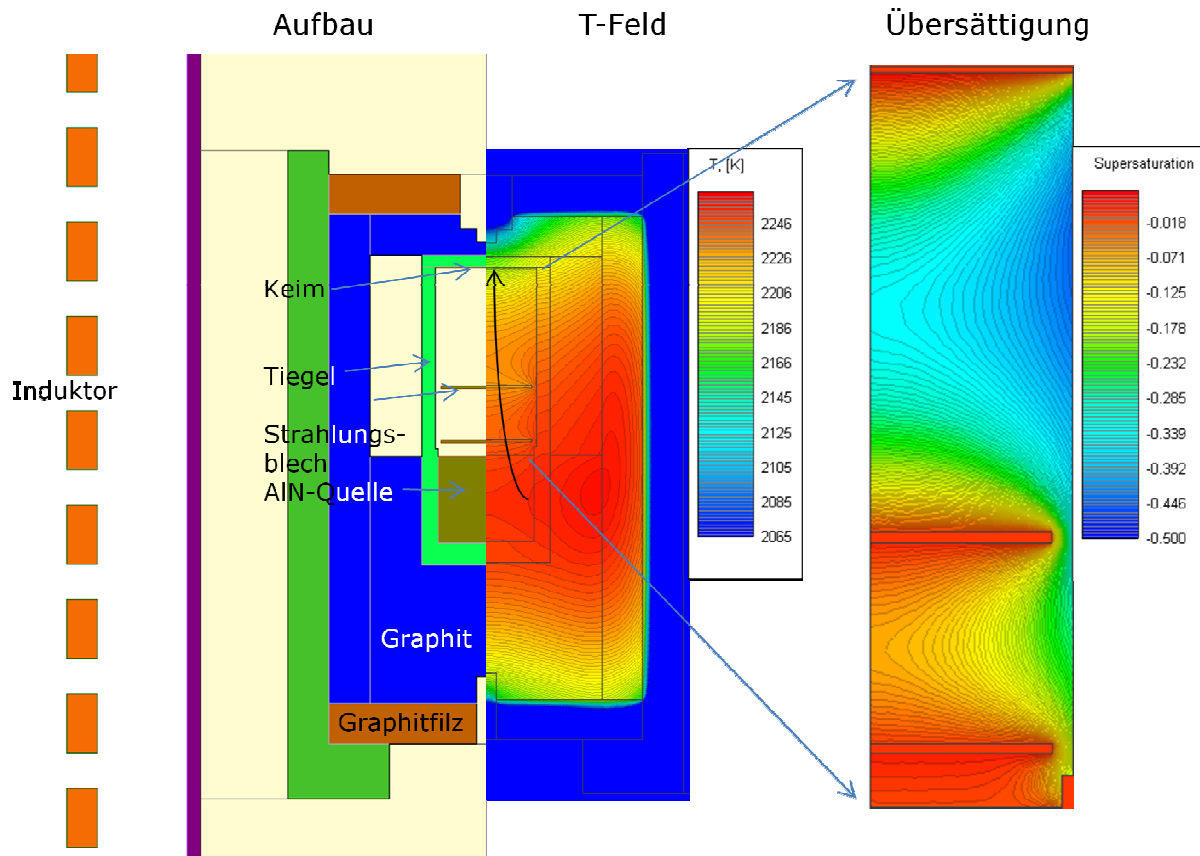


Abb. 1: Aufbau für die Sublimationszüchtung von AlN-Kristallen in einer induktionsbeheizten Anlage (Schema); Kontrolle der Übersättigung und der Konvexität durch Einbau zweier Strahlungsbleche im Gasraum

Tatsächlich konnte gezeigt werden, daß sich bei geeigneten Schilddurchmessern und bestimmten Positionen der Schilde im Verhältnis zum Keim die Konvexität des Temperaturfeldes vor dem Keim kontrollieren lässt. Problematisch ist allerdings die dann bezüglich der Kristallausbeute gegenläufige Entwicklung der Übersättigung und der damit verbundenen Wachstumsrate. Eine sinnvolle Ausbildung der Konvexität des Temperaturfeldes vor dem Keim ist daher mit einer geringen Abscheideeffizienz auf dem Keim verbunden, da die parasitäre Abscheidung auf den Strahlungsblechen zu groß wäre. Auf die praktische Realisierung der Strahlungsbleche wurde daher verzichtet.

Ein positiver Ansatz für die Verwendung eines Strahlungsblechs wurde im Zusammenhang mit der Vermeidung parasitären Wachstums am Keim gefunden (Abb. 2).

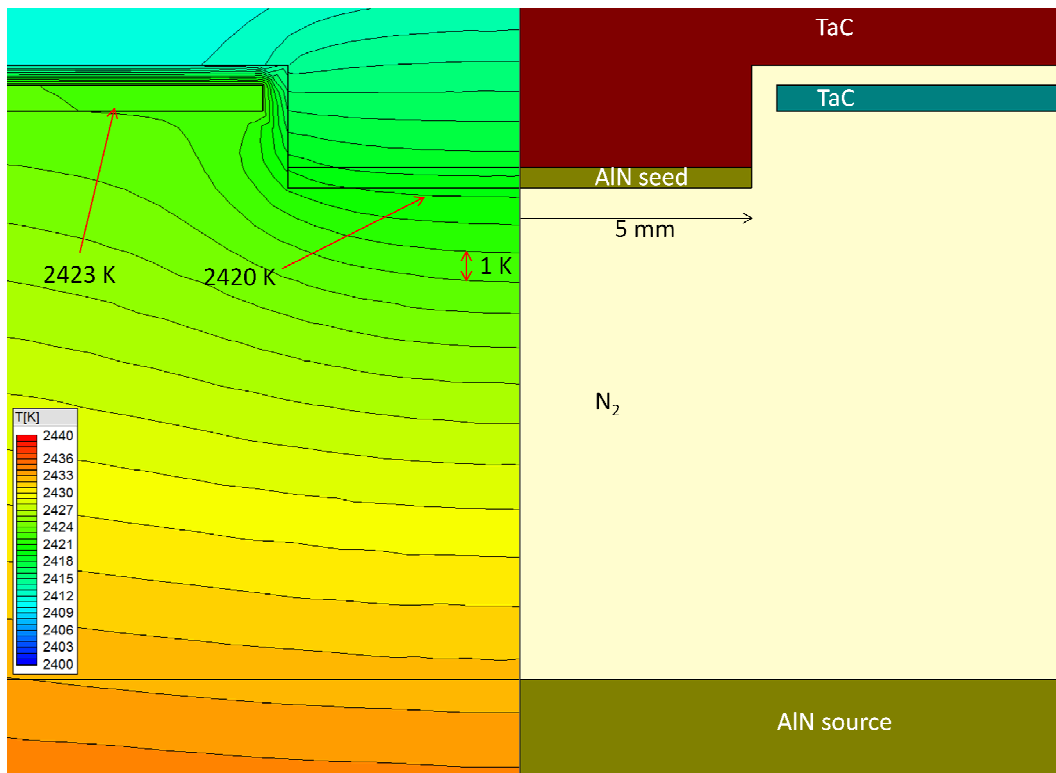


Abb. 2: Podest-Anordnung für die Keimhalterung bei der Sublimationszüchtung von AIN-Kristallen (Schema); Vermeidung von parasitärem Wachstum in der Umgebung des Keims durch Temperaturerhöhung durch Einsatz eines Strahlungsblechs

In dieser Anordnung ist die Temperatur in der Umgebung des Keims um einige Kelvin höher als am Keim selbst. Bei den geringen Übersättigungen reicht dies aus, um ein parasitäres Wachstum am Keimrand zu unterbinden. Der wachsende Kristall kann durch parasitäres Wachstum nicht gestört werden. Dieses durch numerische Simulation erarbeitete Wirkprinzip ist gegenwärtig Bestandteil der Standardtechnologie.

Im Projektantrag war ein Abschluß der theoretischen Untersuchungen zur AIN-Züchtung zum Ende des ersten Quartals im dritten Projektjahr vorgesehen. Die Arbeiten wurden jedoch angesichts der positiven Ergebnisse dieses Arbeitspakets fortgesetzt und um Spannungsanalysen für verschiedene Methoden der Keimbefestigung erweitert.

Der Meilenstein M1I wurde erfüllt.

ad AP 5.1.2- Reinigung von kommerziellem AIN-Quellenmaterial

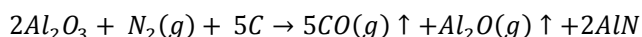
Entsprechend der Planungen zu "Berlin WideBaSe" wurde im IKZ ein Mikrowellenmodul für die Sinterung von AIN-Pulverpresslingen in N_2 oder NH_3 aufgebaut, um die O-

Konzentration des kommerziellen AlN-Pulvers für die Sublimationszüchtung der AlN-Kristalle auf Werte um 100 ppm zu reduzieren. Versuche in dieser Anlage haben eine Reihe von Problemen offengelegt:

- negativer Temperaturkoeffizient der Mikrowellentransparenz führt zu lokaler Überhitzung
- Abstimmung der Reflexion des Dreistifttuners nicht verändert sich permanent
- Temperaturmessung fehlerhaft, da Emissionskoeffizient nicht bekannt
- keine Durchdringung des AlN-Pulverpresslings durch anströmendes Gas
- häufige spontane Lichtbogenbildung

Eine reproduzierbare Versuchsführung bis zum Aufbau einer Versuchstatistik ist unter diesen Bedingungen nicht möglich gewesen. Die Entwicklung einer Technologie zur Reinigung von AlN-Pulverpresslingen in N₂ oder NH₃ durch Mikrowellensintern wurde daher eingestellt.

Alternativ ist im IKZ eine technologische Entwicklung auf Basis einer karbothermischen Reaktion forciert worden, bei der Sauerstoff, der im AlN-Pulver als Al₂O₃ vorliegt, als CO und Al₂O abgeführt wird.



Die Untersuchung derartiger Prozesse ist wegen der hohen Temperatur und der aggressiven Spezies schwierig. In-situ-Massenspektrometrie (MS) ist eine der wenigen Meßmöglichkeiten. Im Teilprojekt 5.1 sind in diesem Zusammenhang kapillargekoppelte MS-Messungen inklusive Modellbildung während des Reinigungsprozesses gemacht worden¹. Grundlage war das Prinzip der „fast-response detection“ in einem homogenen Temperaturfeld. Der verwendete Standardversuchsaufbau wurde dafür auf einen schnellen Gasdurchsatz hin optimiert (Abb. 3).

¹ Chr. Gugushev, In situ Untersuchungen von Kristallwachstums- und Reinigungsprozessen im System Al-N-O-C-H; Dissertation, Berlin 2012

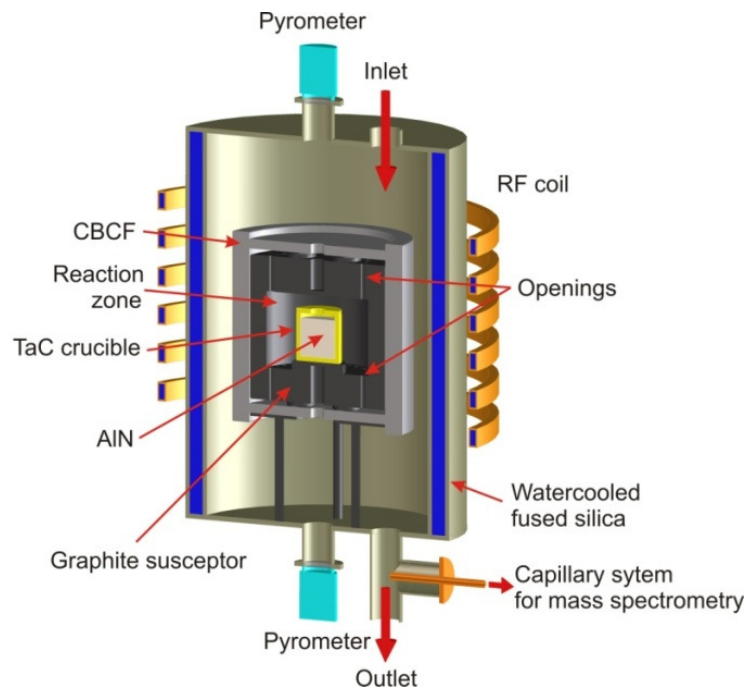


Abb. 3: Schema der kapillargekoppelten MS-Messungen während des karbothermischen Reinigungsprozesses in einem Standardversuchsaufbau mit großem Gasdurchsatz

Dabei wurde die C^+ -Freisetzung unter Aufheizkurven mit unterschiedlichen Temperaturrampen gemessen (Abb. 4). Dieses Vorgehen ist sinnvoll, da in allen möglichen Reaktionswegen CO auftritt, so dass alle Reaktionswege durch das CO-Fragment C^+ charakterisierbar sind.

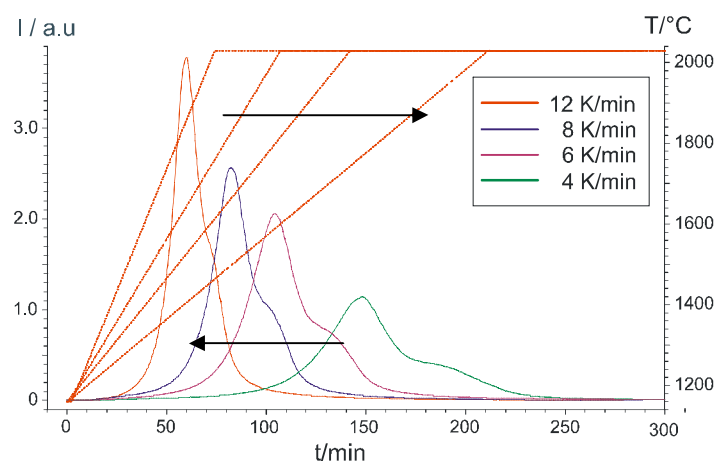


Abb. 4: C^+ -Emission bei Aufheizkurven mit unterschiedlichen Temperaturrampen

Auf Basis dieser Messungen konnte durch eine Friedman-Analyse ein Zwei-Schritt-Prozess mit Aktivierungsenergien von 370 und 420 kJ/mol als kinetisches Reaktionsmodell

aufgestellt werden (Abb. 5), wobei die auffällig hohen Aktivierungsenergien ein Hinweis auf Teilreaktionen sind.

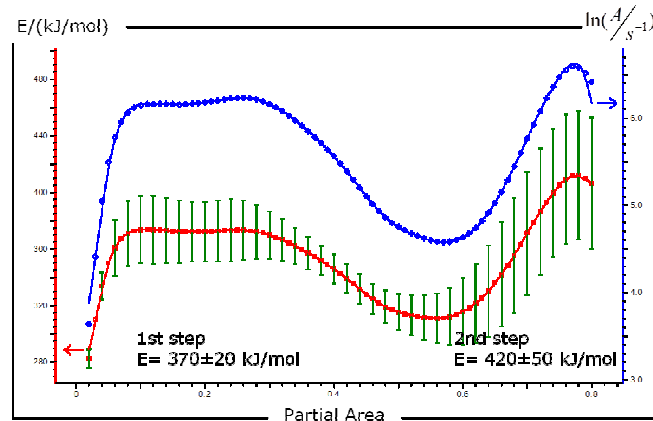


Abb. 5: Friedman-Analyse der C+-Emissionen bei Aufheizkurven mit unterschiedlichen Temperaturrampen (Modell-freie Analyse); Zwei-Schritt-Prozess (Aktivierungsenergien: 370, 420 kJ/mol)

In Folge der Untersuchungen konnte die kabothermische Reinigungstechnologie zeitliche und thermisch optimiert werden, sodass Prozeßzeiten von maximal 24h erreichbar sind. Die O-Konzentrationen im AlN-Quellmaterial konnten so reproduzierbar auf Werte von ca. 100 ppm reduziert werden. Der Meilenstein M3I wurde erfüllt.

ad AP 5.1.3-Züchtung

Die Züchtungsversuche mittels Sublimations/Rekondensationsverfahren (= Sublimation) sind ausschließlich in einem Setup aus Tiegel (TaC, W), HF-Suszeptor (Graphit), Graphitfilz-Wärmedämmung und HF-Induktor (~10kHz) realisiert worden (Abb. 6). Für die Temperaturkontrolle wurde das obere Pyrometer genutzt. Im Allgemeinen beziehen sich daher Angaben von Züchtungstemperaturen auf Meßwerte dieses Pyrometers, während die eigentliche Keim- bzw. Kristalltemperatur deutlich höher ist, aber nur durch numerische Simulation näherungsweise bestimmt werden kann.

Die typischen Züchtungsbedingungen sind Temperaturen von je nach Anforderung 1800 °C bis 2200 °C bei einem Druck von ca. 600 mbar N₂.

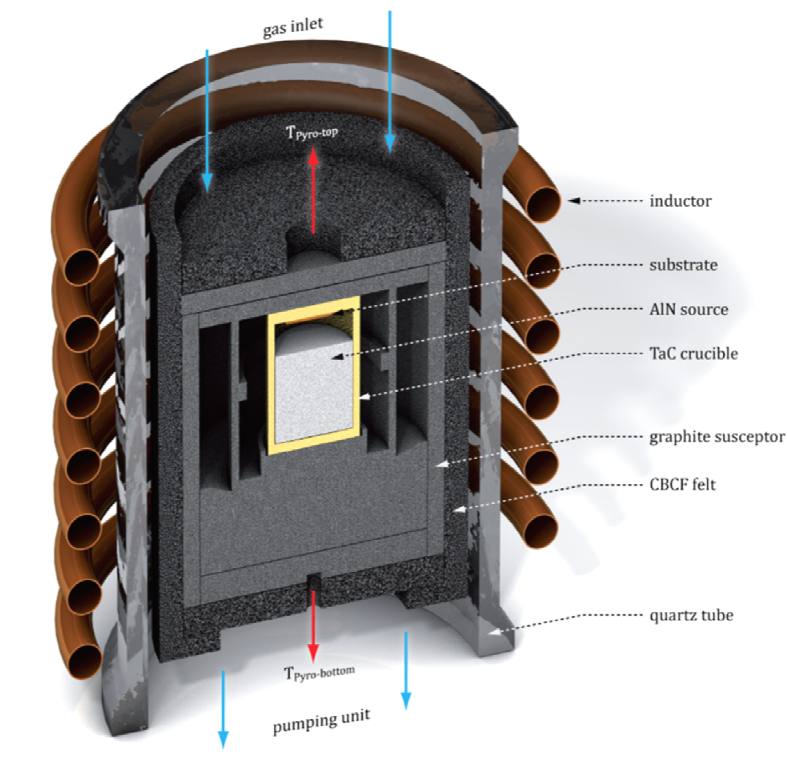


Abb. 6: Sublimations-Züchtungsanordnung für AlN-Kristalle (Schema)

Durch Sublimationsversuche auf SiC-Keimen wurde die Möglichkeit der Züchtung von AlN-Einkristallen mit $\varnothing=35$ mm bei 4 mm Länge reproduzierbar gezeigt (Abb. 7).

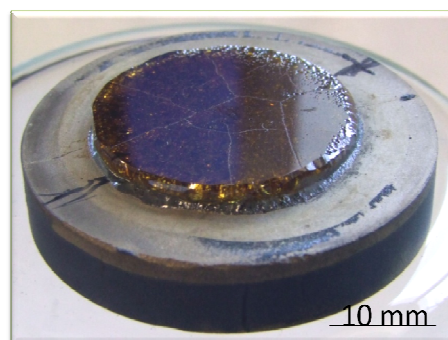


Abb. 7: Al-polar gewachsener AlN-Einkristall; gezüchtet auf SiC-Keim (4° off cut, c-polar); 4 mm dick (Endstück entfernt), Risse und Kleinwinkelkorngrenzen, FWHM ~ 100 arcsec; kein Einfluss der Modifikation (4H, 6H) auf die Kristallperfektion feststellbar

Für das Anwachsverhalten der AlN-Kristalle auf SiC-Keimen wurde ein starker Einfluss

der Polarität festgestellt. Grund ist das unterschiedliche Ätzverhalten der sauerstoffhaltigen Spezies der Gasphase auf die C- bzw. Si-terminierten Seite der SiC-Keime. Bei Si-Terminierung ist das Ätzverhalten anisotrop und resultiert in einer Pyramidenstruktur, die das in separierten Bereichen überwiegend lateral aufwachsende AlN frei trägt (Abb. 8).

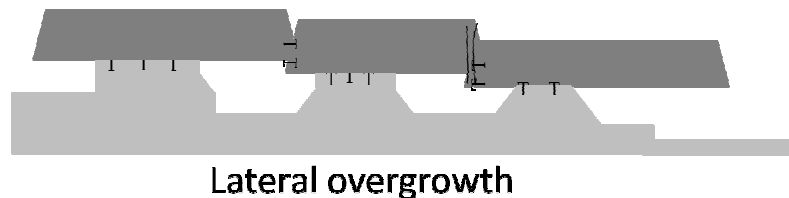


Abb. 8: Erste Aufwuchsstadien bei der Züchtung von AlN (hier dunkelgrau) auf Si-terminiertem SiC (hier hellgrau); Einbau von Partialversetzungen; (Schema)

Im Verlauf des vergleichsweise langsameren axialen Fortschreitens der Wachstumsphasengrenze wachsen diese separierten Bereiche gestört zusammen, was zu Versetzungsdichte zwischen $5 \cdot 10^5$ und $1 \cdot 10^8 \text{ cm}^{-2}$ in diesen AlN-Kristallen führt (Abb. 9).

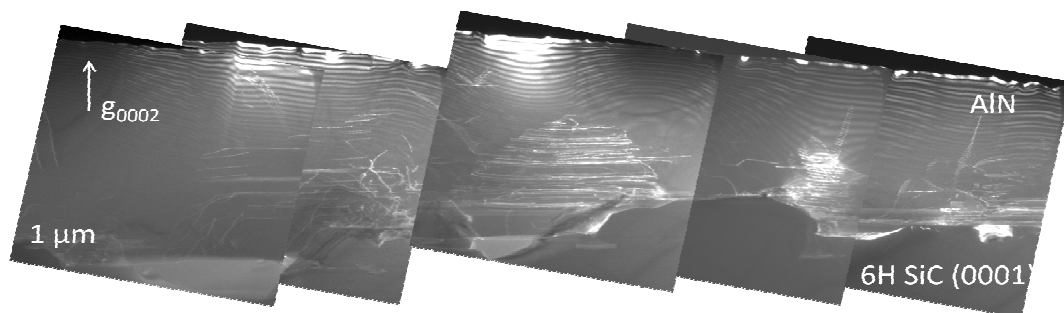


Abb. 9: SiC/AlN-Grenzfläche eines auf Si-terminiertem SiC gewachsenen AlN-Kristalls, h TEM-Analyse

Das Ätzverhalten der C-terminierten Seite des SiC ist dagegen isotrop und führt zu einem Stufenfluß-ähnlichen Aufwuchsverhalten mit deutlich weniger Störungen mit Versetzungsdichten von nur $5 \cdot 10^4 - 5 \cdot 10^6 \text{ cm}^{-2}$ (Abb. 10).

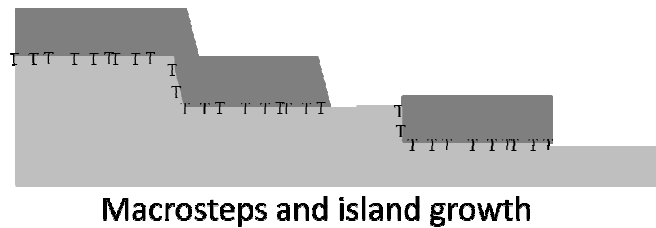


Abb. 10: Erste Aufwuchsstadien bei der Züchtung von AlN (dunkelgrau) auf C-terminiertem SiC (hellgrau), Einbau von Partialversetzungen (Schema)

Auf atomarer Ebene zeigen TEM-Aufnahmen eine strukturell perfekte Grenzfläche mit einem Versetzungsnetzwerk in der Grenzfläche ohne Übergang von Versetzungen in das Kristallvolumen (Abb. 11). Optische Mikroskopie ergab auch eine insgesamt geschlossene Grenzschicht (Abb. 12).

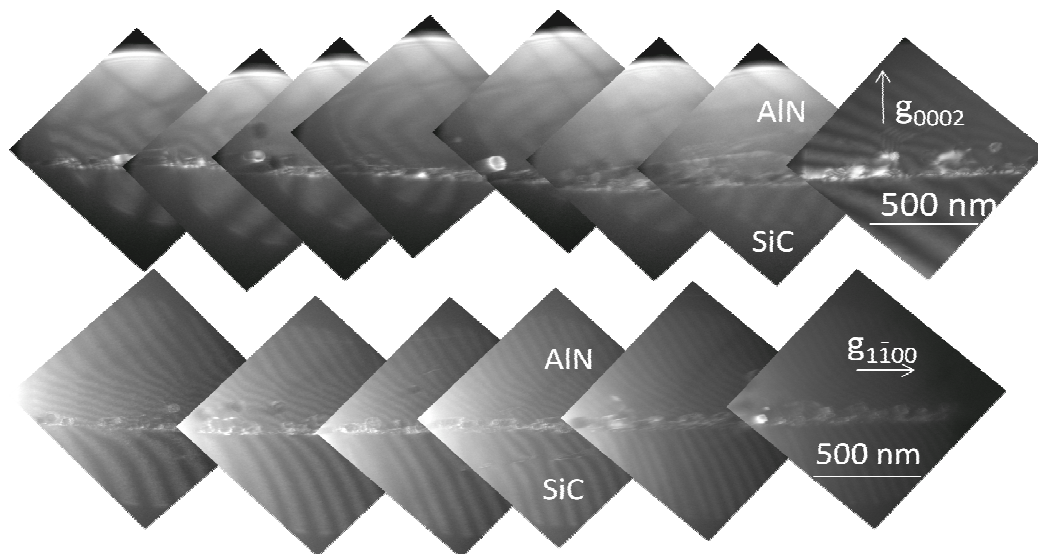


Abb. 11: Wachstum von AlN auf C-terminiertem SiC, TEM-Analyse der SiC/AlN-Grenzfläche

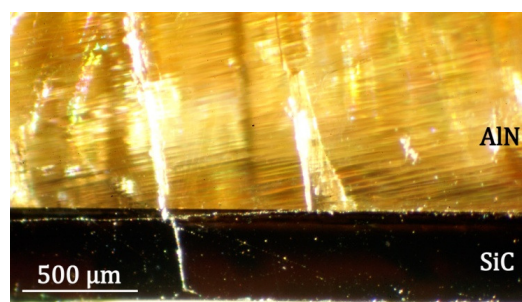


Abb. 12: Querschnitt einer dicken AlN-Schicht, gewachsen auf C-terminiertem 7° fehlorientiertem 4H-SiC- Substrat

Eine weitergehende Analyse durch EPD-Messungen und Bestimmung von Rocking-Kurven ergab eine insgesamt relativ schlechte strukturelle Qualität der auf SiC gewachsenen AlN-Kristalle (Tab. 1).

	EPD at the as grown Al-polar surface [cm ⁻²]	Rocking curve FWHM [arcsec]	
		(0002)	(1124)
C-polarer SiC-Keim	$5 \cdot 10^4 - 5 \cdot 10^6$	50 - 68	60 - 72
Si-polarer SiC-Keim	$5 \cdot 10^5 - 1 \cdot 10^8$	85 - 245	82 - 288

Tab. 1: Strukturelle Parameter dünner AlN-Einkristalle (max. 4 mm Dicke) gewachsen auf unterschiedlichen Keimpolaritäten (SiC)

Hinzukommen die in Tab. 1 nicht darstellbaren Defekte, wie Kleinwinkelkorngrenzen, Kolumnarstruktur und Risse (Abb. 7).

Zusammenfassend muß festgestellt werden, daß die Gesamtheit der strukturellen Parameter eine Verwendung der auf Fremdkeimen gewachsenen AlN-Kristalle bzw. deren Wafer für das potentielle Anwendungsgebiet als UVC-Emitter nicht sinnvoll ist. Da außerdem die Entwicklung einer chemo-mechanischen Politur (CMP) auf dem rissbehafteten Material durch den Projektpartner nicht möglich war, wurde die Entwicklung dieses Technologieweges trotz formaler Erfüllung des Meilensteins M4C abgebrochen!

In der Konsequenz mußte die weitere Arbeit im VP5 mit dem Fokus auf eine Verwendung von Eigenkeimen aus AlN neu ausgerichtet.

Mangels natürlichem Vorkommen oder kommerzieller Verfügbarkeit mußte das für den Start benötigte einkristalline AlN durch spontane Kristallisation gewonnen werden. Die daraus gewonnenen Kristalle müssen für eine spätere Verwendung ungestört und ohne Verwachsungen mit benachbarten Aggregaten und in möglichst isometrischer Form mit großer c-Facette erhalten werden, was nur durch gleichgewichtsnahen Züchtungsbedingungen, d.h. Wachstum in einem homogenen Temperaturfeld, möglich ist. De facto kommt dafür nur die spontane Kristallisation im freien Mittelbereich eines Züchtungstiegels zwischen Keimhalter und Quellpulver auf einem dünnen Diaphragma in

Frage, da die Temperaturgradienten durch den strahlungsbedingt perfekten Energieaustausch hier am geringsten sind (Abb. 13).

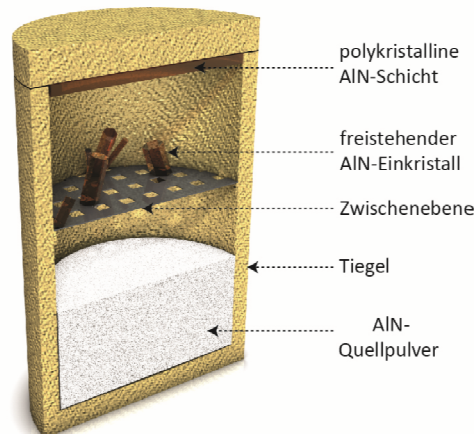


Abb. 13: Tiegeldesign für spontane AlN-Kristallisation auf Diaphragma im freien Bereich eines Standardsublimationstiegels (Schema)

Auf Grundlage numerischer Simulationen zur experimentellen Optimierung des Temperatur- und Konzentrationsfeldes konnten in ersten Versuchen bei relativ kleinen Temperaturen säulenförmige und isometrische Kristalle reproduzierbar hergestellt werden (Abb. 14).



Abb. 14: c-orientierte AlN-Kristallnadel, $4 \times 5 \times 13 \text{ mm}^3$, $R_{\parallel \langle 0001 \rangle} \sim 150\text{-}250 \mu\text{m/h}$, $R_{\perp \langle 0001 \rangle} \sim 40\text{-}80 \mu\text{m/h}$ FWHM=13 arcsec

Bei höheren Temperaturen wurden isometrischen AlN-Einkristalle mit Größen bis zu $12 \times 15 \times 8 \text{ mm}^3$ (typ. $9 \times 9 \times 5 \text{ mm}^3$) erhalten (Abb. 15). Durch die gleichgewichtsnahen Wachstumsbedingungen war auch deren kristallografische Perfektion exzellent.



Abb. 15: Freistehend durch spontane Kristallisation gewachsene Kristalle mit max. $13 \times 15 \times 8 \text{ mm}^3$ Größe, FWHM $\sim 20 \text{ arcsec}$ (offene Blende), N-polar gewachsen

An einzelnen für die Keimgewinnung vorgesehenen AlN-Kristallen wurde eine umfassende Defektanalyse durchgeführt (Abb. 16).

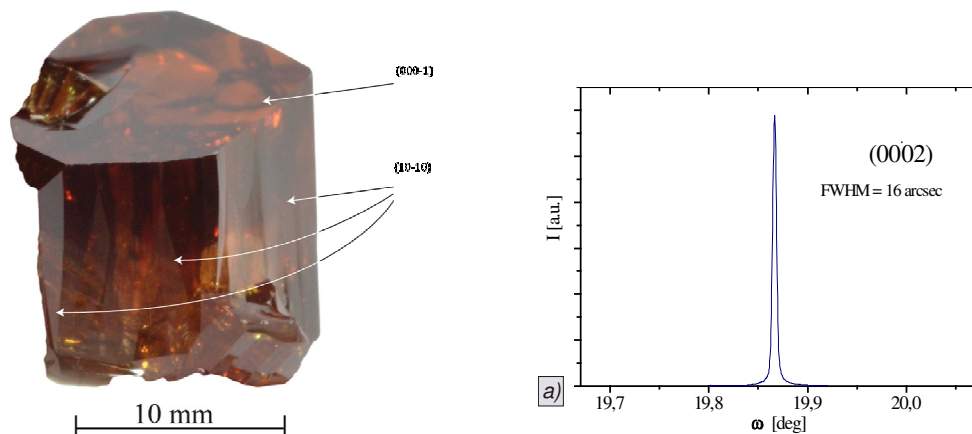


Abb. 16: Freistehend durch spontane Kristallisation gewachsener AlN-Kristall mit ausgeprägter C-Facette (N-terminiert); FWHM $\sim 16 \text{ arcsec}$ (gemessen auf in-situ-Facette, offene Blende)

Die Versetzungsdichte dieser Kristalle lag in Einzelfällen bei $\sim 100 \text{ cm}^{-2}$ in Randbereichen dieser Kristalle. In den Kernbereichen wurden in Einzelfällen keine Versetzungen nachgewiesen. Kleinwinkelkorngrenzen traten generell nicht auf (Abb. 17, 18).

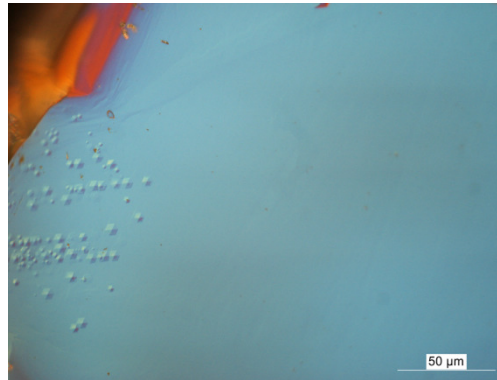


Abb. 17: Al-polarer AlN-Wafer mit Versetzungsagglomeration im Randbereich nach CMP plus Defektätzen in eutektischer KOH/NaOH Schmelze (350 °C, 3 min), Nomarski-Kontrast

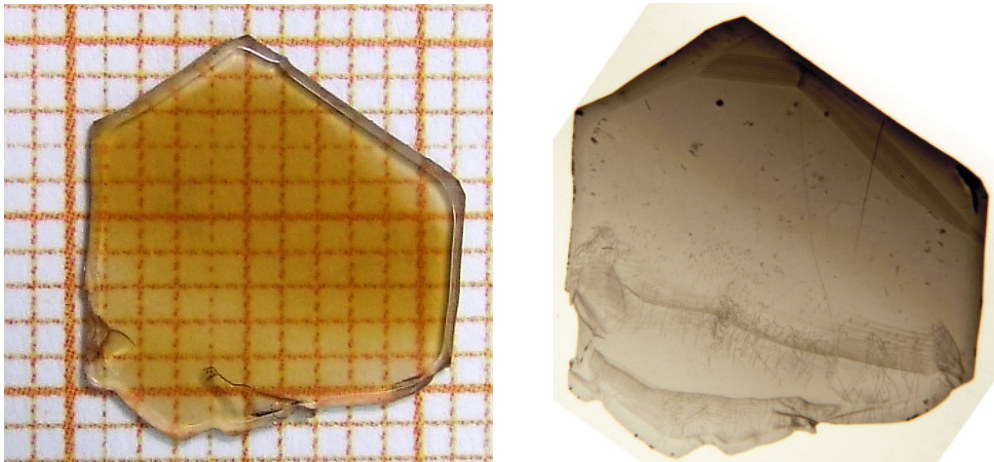


Abb. 18: links- c-orientierter AlN-Wafer aus freistehend durch spontane Kristallisation gewachsenem AlN-Kristall mit CMP gefinished; rechts: Lang-Topogramm im Transmissions-Modus des Wafers links

Als Ergebnis dieser Arbeiten stand einkristallines hochperfektes AlN-Keimmateriale für nachfolgende Züchtungsgenerationen zur Verfügung. Die Basis für die Bereitstellung von ersten epitaxiefähigen AlN-Wafern (Ø8 mm) an die Projektpartner entsprechend der angepassten Projektplanung (03/12) für die Schichtabscheidung war damit gegeben (Abb. 19).

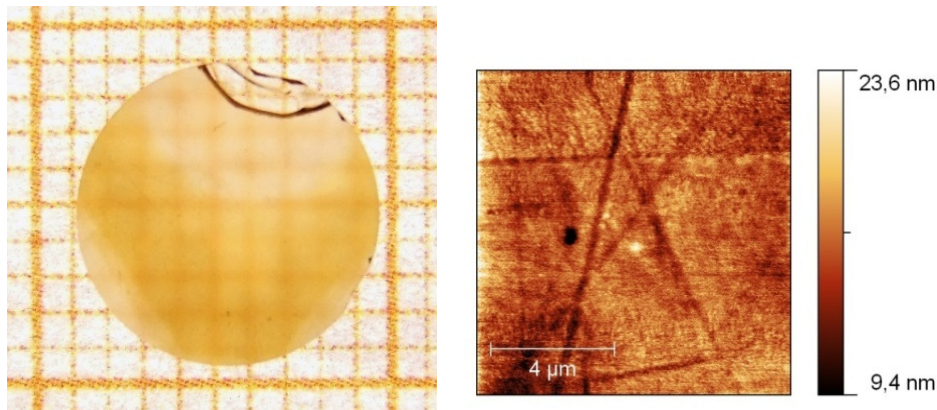


Abb. 19: links: Epitaxiefähiger AlN-Standardwafer (Ø8 mm, Dicke 550 µm) für den Einsatz in der Züchtung bzw. Bauelementeentwicklung; je nach Verwendung mit CMP auf Al- oder N-terminierter Facette; rechts: AFM-Image von AlN-Standardwafer wenige Kratzer sichtbar, aber ohne "subsurface damage"

Die mechanische Präparation und die notwendige CMP-Entwicklung sind entsprechend dem verfügbaren Stand parallel zu den bereits dargestellten Arbeiten durch den Projektpartner im TP5.2 realisiert worden. Dessen Arbeiten wurden, um die Grundlagen der CMP an nitridischen Halbleitern, die weltweit als schwierig betrachtet wird, besser zu verstehen und neuartige Ansätze auszuprobieren, parallel zu den Bemühungen bei Crystec am IKZ durch einen eigenfinanzierten Doktoranden erweitert.

Beispielhaft wurde durch Sublimation auf mechanisch polierten AlN-Keimen ein Vergleich zur Sublimation auf chemo-mechanisch polierten AlN-Keimen geführt (Abb. 20, 21).

Es ist dabei nachgewiesen worden, daß eine mechanische Politur die durch Sägen und Lappen zerstörten Oberflächenschichten nicht restlos beseitigen kann bzw. daß die mechanische Politur selbst eine gewisse neue Zerstörung der Oberfläche bewirkt, was zu dreidimensionalem Wachstum mit geringer struktureller Oberflächenperfektion führt.

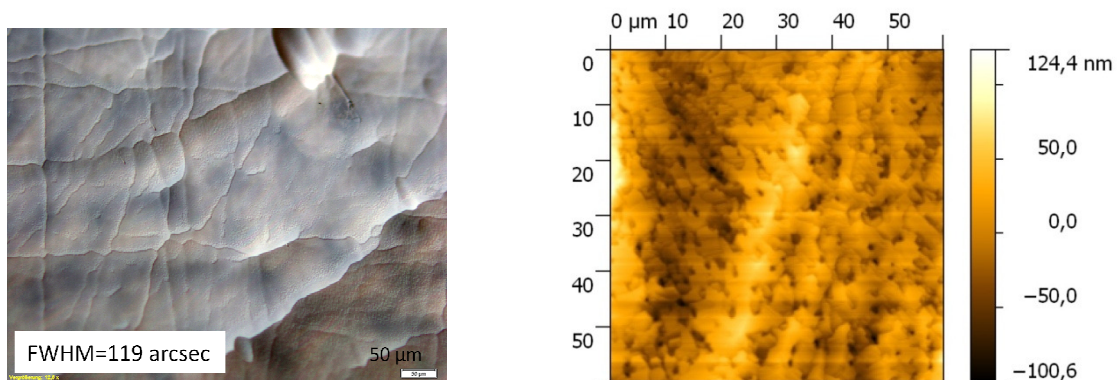


Abb. 20: Homoepitaktische AlN-Sublimationszüchtung mit dreidimensionalem Wachstum;
links: AlN-Schicht auf mechanisch poliertem AlN-Keim; rechts: AFM-Bild

Dagegen ergibt die entwickelte CMP eine Oberflächenperfektion, die beim Kristallwachstum zu perfektem Stufenfluß und hoher Kristallperfektion führt.

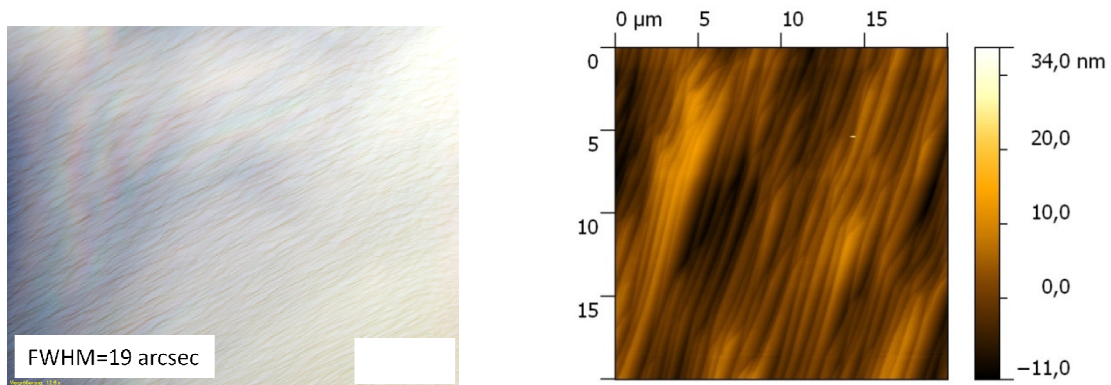


Abb. 21: Homoepitaktische AlN-Sublimationszüchtung mit Wachstum per Stufenfluß; links:
dünne AlN-Schicht auf CMP-poliertem AlN-Keim; rechts AFM-Bild

Die ersten Versuche mit homoepitaktischem Wachstum auf AlN-Eigenkeimen haben ein generelles Problem durch parasitische AlN-Abscheidung um den vorgegebenen Keim herum offengelegt (Abb. 21).



Abb. 22: Homoepitaktisch gezüchteter AlN-Einkristall mit parasitisch abgeschiedenem polykristallinen Rand

Die Wachstumsrate dieses parasitisch abgeschiedenen Materials ist durch den Anteil der m-Flächen im polykristallinen Bulk zirka 1,5-mal so groß wie die des einkristallinen Materials auf den c-Keimflächen. Randstörungen mit der Tendenz zu einer Verminderung der kristallinen Perfektion des Einkristalls sind die Folge. Eine Kristallvergrößerung der Kristalldurchmesser von Versuch zu Versuch bei konstanter struktureller Perfektion kann so nicht erzielt werden.

Die Lösung dieses Problems beruhte auf zwei Faktoren; erstens Verhinderung der polykristallinen Keimbildung, zweitens Ausbildung eines konvexen Temperaturfelds am

Keim, um eine Durchmesservergrößerung und ein Auswachsen existierender Defekte zu gewährleisten.

Mit Hilfe numerischer Simulationen (Virtual Reactor for AlN, STR GmbH) konnte ein Tiegelsetup entwickelt werden, daß diese Bedingungen umsetzt (s. Abb. 2 in ad AP 5.1.1-Theoretische Untersuchungen zur AlN-Züchtung).

Kennzeichen dieses Tiegelsetups ist die Kombination eines podestförmigen Keimhalters mit einem umgebenden Strahlungsschild, wodurch vom Keim zur Umgebung eine Temperaturabsenkung von bis zu 15 K erzielt werden kann. Der Keim wird in dieser Anordnung mit einem keramischen Kleber auf dem Podest befestigt. Die AlN-Kristallisation lässt sich mit diesem Design fast vollständig auf den podestförmigen Keimhalter beschränken. Ein Kontakt von polykristallinem Randmaterial mit dem wachsenden Kristall ist ausgeschlossen.

Durch Wahl der konkreten Geometrie von Podest und Strahlungsblech lässt sich die Konvexität des Temperaturfelds am Keim und damit in Grenzen auch die Größe der Durchmesseraufweitung einstellen. Für eine Kristallaufweitung von Ø9 mm auf Ø15 mm über eine Distanz von 8 mm ist in diesem Zusammenhang keine spannungsbedingte Defektgeneration nachweisbar gewesen (Abb. 23). Die strukturelle Qualität des AlN-Keims blieb erhalten.



Abb. 23: Homoepitaktisch gewachsener AlN-Kristall (Ø~15 mm), Züchtung in Setup mit Podest und Strahlungsschild, kein Kontakt zum parasitär abgeschiedenen Material (hier entfernt)

Der Habitus aller kontaktlos gewachsenen AlN-Kristalle wird von N-polaren c-Facetten und prismatischen m-Facetten dominiert. Die FWHM-Werte dieser Flächen sind mit 13-18 arcsec reproduzierbar sehr gut (Meßgrenze ~8 arcsec) (Abb. 24).

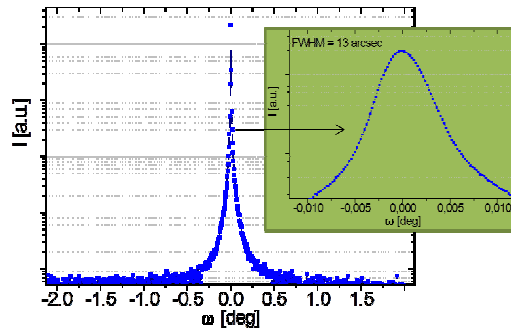


Abb. 24: Rockingkurve einer as-grown N-polaren c-Facette von homoepitaktischem AlN-Einkristall (offener Detektor mit Eingangsblende 2 mm)

An ausgesuchten CMP-behandelten Wafern aus homoepitaktischem Wachstum wurden durch chemisches Ätzen in einem eutektischen Gemisch NaOH/KOH (350 °C, 4 min) Versetzungsdichten bestimmt (Abb. 25). Vergleichbar zu den Messungen an spontan nukleierten AlN-Kristallen zeigten sich auch hier große Teile der Waferoberfläche praktisch frei von Versetzungen. In Randbereichen der Wafer sind dagegen Versetzungswolken mit Werten von maximal $2 \cdot 10^5 \text{ cm}^{-2}$ gefunden worden. Im Mittel kann von einer mittleren Versetzungsdichte von 10^4 cm^{-2} ausgegangen werden.

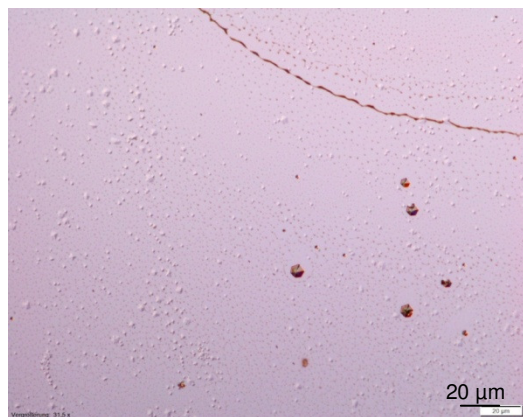


Abb. 25: Bestimmung der Versetzungsdichte auf AlN-Wafer, Al-polare Oberfläche durch CMP behandelt, $\text{EPD} \sim 5 \cdot 10^4 \text{ cm}^{-2}$, Nomarski-Kontrast

Durch Parameteroptimierung konnte die Reproduzierbarkeit der technologischen Abläufe stetig erhöht werden, sodass standardisierte AlN-Wafer mit $\varnothing = 8 \text{ mm}$ bei 550 μm Dicke sowie einzelne Wafer der Größe $10 \cdot 10 \text{ mm}^2$ hergestellt werden konnten (Abb. 26).

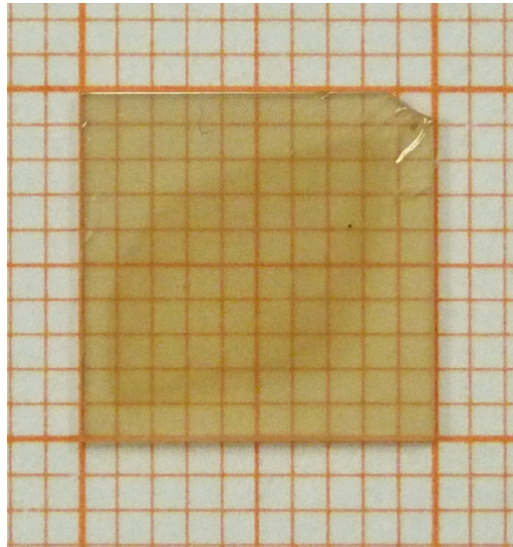


Abb. 26: AlN-Wafer der Größe $10 \times 10 \text{ mm}^2$ aus homoepitaktisch gewachsenem AlN-Kristall, CMP auf Al-polarer c-Facette für AlGaIn-Abscheidung

CMP behandelte AlN-Wafer der Standardgröße $\varnothing=8 \text{ mm}$ sowie zwei Wafer der Größe $10 \times 10 \text{ mm}^2$ sind gemäß der Absprachen (FBH – Dr. Weyers, TU – Prof. Kneissl, CrysTec – Herr Peters) in mehreren Tranchen durch den Projektpartner im VP5 CrysTec an das IKZ, FBH und TU geliefert worden.

Bei den Projektpartnern im „WideBaSe Berlin“ FBH und TU Berlin wurden erste homoepitaktische Testschichten auf diesen Wafern hergestellt. Die Epitaxieergebnisse entsprachen qualitativ den Erwartungen. Mit den Verbundpartnern wurden Vorschläge für eine weitere Optimierung der CMP diskutiert. Das IKZ hat sich hier an der Charakterisierung der Testschichten beteiligt.

Die Meilensteine aus VP5 TP 1:

- M5 I- Demonstration des epitaktischen Aufwachsens von AlN-Kristallen auf $\varnothing 8 \text{ mm}$ -AlN-Keimen und
- M6 I- Bereitstellung von $10 \times 10 \text{ mm}^2$ -AlN-Testwafern für CMP

konnten vorfristig erfüllt werden. Die gewonnene Zeit ist vor allem für die Optimierung der Prozesse hinsichtlich Reproduzierbarkeit und damit für eine bessere Versorgung der Projektpartner mit AlN-Wafern genutzt worden.

Nach Ende der Laufzeit von „WideBaSe Berlin“ wurde die themenbezogene Zusammenarbeit von IKZ, CrysTec, FBH und TU-Berlin fortgesetzt. Für die Koordination und

Auswertung der Arbeiten finden regelmäßige gemeinsame Meetings statt.

1.4 Zusammenfassung

Im Rahmen des VP5 TP5.2 von „WideBaSe Berlin“ wurden durch das IKZ in Zusammenarbeit mit dem Partner im Verbundprojekt die Schlüsseltechnologien AlN-Quellpulverreinigung, AlN-Keimherstellung, Durchmesseraufweitung und epi-ready AlN-Waferpräparation erfolgreich entwickelt.

Strukturell hochperfekte AlN-Wafer verschiedener Größe ($\varnothing 8$ mm, 550 μ m dick sowie 10×10 mm², 550 μ m dick) sind an die Projektpartner FBH und TU-Berlin für die AlGaN-Bauelementeentwicklung ausgeliefert worden, die darauf Teststrukturen (optisch gepumpte Laser) realisiert haben.

Die koordinierte Zusammenarbeit aller Partner wird in den nächsten Jahren fortgesetzt.

2. wichtigste Positionen des zahlenmäßigen Nachweises

Der weitaus größte Teil der Zuwendung wurde zur Finanzierung zweier Stellen der Kategorie „wissenschaftliche Mitarbeiter“ verwendet, die über die gesamte Projektlaufzeit mit den gleichen Personen besetzt waren. Diese Kontinuität führte zu besonderer Effizienz.

Die beiden wissenschaftlichen Mitarbeiter waren auf den Gebieten Quellpulverpräparation, Kristallzüchtung und Charakterisierung tätig.

3. Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit

Erste Arbeiten zur Züchtung von AlN-Kristallen wurden bereits vor mehreren Jahrzehnten publiziert. Dank wachsenden merkantilen Interesses sind dann seit 1997 mehrere Firmen entstanden, die sich mit der Züchtung von AlN-Einkristallen, der Waferpräparation und der Bauelementeentwicklung beschäftigen. Die frei verfügbaren AlN-Wafer entstammen jedoch ausschließlich aus Technologien, bei denen zunächst auf SiC gezüchtet wurde bzw. aus späteren Generationen dieser anfänglichen SiC-basierten Züchtung. Die strukturelle Qualität dieser AlN-Wafer entspricht nicht den hohen Anforderungen der AlGaN-Epitaxie, die vor allem auf eine sehr hohe lokale wie integrale strukturelle Waferperfektion zielen. Gegen Ende der Projektlaufzeit wurde bekannt, daß die Firma HEXATECH Inc. AlN-Wafer aus homo-epitaktischer Züchtung mit spontaner Kristallisation als Startpunkt für die Bauelemente-Epitaxie verkauft. Dies geschieht allerdings nur in einzelnen Exemplaren zu Preisen von ~5.000,-\$/Stk. und kann daher auch nicht als Basis für eine breite Bauelementeentwicklung dienen.

Daher war es für AlGaN-innovationsorientierte Verbundprojekte, wie in „WideBaSe Berlin“ zusammengefaßt, unverzichtbar, eine eigene Materialbasis für native AlN-Wafer zu besitzen. Die im VP 5 bearbeiteten APs haben diesen Anspruch durch Bereitstellung von epi-ready AlN-Wafern verschiedener Größe (Standardgeometrie: Ø8 mm, 550µm dick sowie 10*10 mm², 550 µm dick) an die Projektpartner FBH und TU-Berlin erfüllt.

4. voraussichtlicher Nutzen, insbesondere der Verwertbarkeit des Ergebnisses im Sinne des fortgeschriebenen Verwertungsplans

Als Resultat der Arbeiten im VP 5 des innovativen regionalen Wachstumskerns „WideBaSe Berlin“ ist das IKZ gegenwärtig neben dem Department of Materials Science and Engineering /North Carolina State University die weltweit einzige Forschungseinrichtung, die epi-ready AlN-Wafer mit der für AlGaN-Anwendungen notwendigen Qualität herstellen kann.

Das Vorhaben „WideBaSe Berlin“ hat daher die Position des IKZ als Serviceinstitut und als führende Einrichtung für Material- und Technologieentwicklung auf dem Gebiet der Nitridhalbleiter gestärkt. Für die Bündnispartner bedeutet dieses Ergebnis in den nächsten Jahren Versorgungssicherheit für epi-ready AlN-Wafer und damit herausragende Vorteile bei der Entwicklung neuer Produkte verbunden mit einer Stärkung der Bündnispartner im Wettbewerb. D.h., die eigentliche Wertschöpfung aus dem Verbundprojekt wird über die spätere Vermarktung von Bauelemente erfolgen. Dabei ist es von besonderem Wert, daß die Technologieentwicklungen durch den direkten Kontakt mit den Bauelementeentwicklern, wie dem FBH und der Bearbeitungsfirma Crystec GmbH, eine direkte und schnelle Rückkopplung zwischen Substratentwicklung, Substratbearbeitung und Bauelementeherstellung erfahren, als im Einzelnen möglich wäre.

Darüber hinaus wird als Ergebnis des VP 5 die Vermarktung des halbleiterreinen AlN-Pulver vorangetrieben. Der Markt für dieses Pulver besteht neben der Anwendung in der Kristallzüchtung in der Verwendung als Wärmesenken, Targets und als chemischer Rohstoff.

IKZ und Verbundpartner CrysTec GmbH werden in den nächsten Jahren regelmäßig die Möglichkeit einer Ausgründung prüfen.

5. während der Durchführung des Vorhabens dem ZE bekannt gewordener Fortschritt auf dem Gebiet des Vorhabens bei anderen Stellen

In der Laufzeit des Vorhabens „WideBaSe Berlin“ bekannt gewordener Fortschritt bei der Züchtung von AlN-Einkristallen bezieht sich vor allem auf folgende Firmen:

- CrystAl-N: bietet AlN-Wafer in den Qualitäten research und production mit epi-ready Oberfläche (Al- und N-polar) in den Abmessungen 1" und 2" (300 µm dick, 50 % Transmission bis 230 nm) an. Die Versetzungsdichte ist $< 10^5 \text{ cm}^{-2}$.

Kommentar d.A.: CrystAl-N ist durch seine spezielle Züchtungstechnologie gezwungen, nach wenigen Versuchsgenerationen mit immer kleiner werdenden Kristalldurchmesser einen Neustart bei Zieldurchmesser auf SiC-Keimen durchzuführen. Resultat ist eine Struktur mit Kleinwinkelkorngrenzen und relativ kleiner Versetzungsdichte zwischen den Kleinwinkelkorngrenzen. Da die Wachstumsphasengrenze in dem W-basierenden Züchtungsaufbau immer Al-terminiert ist, zerfällt die eigentlich als c-Facette ausgebildete Wachstumsphasengrenze in rhomboedrische Facetten, was zu stark inhomogenem O-Einbau führt.

- HEXATECH: Die Firma bietet nun eine Reihe von Waferspezifikationen für Leistungsbaulemente, Laserdioden und UV-C LEDs (hier bessere UV-Transparenz bei 265 nm) an. Die typische Wafergeometrie ist 1" Durchmesser bei 550 µm Dicke. Die strukturelle Waferperfektion wird mit $< 100 \text{ arcsec}$ beschrieben. Neben der klassischen c-Orientierung werden auch 1"-m-Wafer angeboten.

Die AlN-Wafer werden ausschließlich für Epitaxieanwendungen in sehr geringen Stückzahlen zu Preisen um 5.000,-€ verkauft. Diese Restriktionen ergeben sich wahrscheinlich aus der Tatsache, daß HEXATECH eine eigene Bauelementeentwicklung betreibt.

- Crystal-IS: Mit Übernahme von Crystal-IS im Jahr 2010 durch die Asahi Kasei Company ist die Publikationstätigkeit zu AlN-Züchtungsergebnissen eingestellt worden.

6. erfolgte oder geplante Veröffentlichungen des Ergebnisses nach Nr. 6

eingeladen zu:

C. Hartmann et al., PVT growth of AlN single crystals - review, Semiconductor Science and Technology 2014

geplant:

M. Martens, F. Mehnke, C. Kuhn, C. Reich, V. Kueller, A. Knauer, C. Netzel, C. Hartmann, J. Wollweber, J. Rass, T. Wernicke, M. Bickermann, M. Weyers, and M. Kneissl, Performance

characteristics of UV-C AlGaIn quantum well lasers grown on sapphire and bulk AlN substrates, Photonics Technology Letters, to be published

erfolgte:

Publikationen:

T. Schulz, M. Albrecht, K. Imscher, C. Hartmann, J. Wollweber, R. Fornari, Ultraviolet luminescence in AlN, Phys. Status Solidi B 248, No. 6, 1513–1518 (2011) /DOI 10.1002/pssb.201046616

C. Gugushev, E. Moukhina, J. Wollweber, A. Dittmar, K. Böttcher, C. Hartmann, S. Golka, R. Fornari, In situ kinetic investigations during aluminium nitride purification and crystal growth processes by capillary coupled mass spectrometry, Thermochemica Acta 526 (2011) 213-221

A. Dittmar, Ch. Gugushev, C. Hartmann, S. Golka, A. Kwasniewski, J. Wollweber, R. Fornari, Gas tight sintered material for high temperature sublimation setups, Journal of the European Ceramic Society 31 (2011) 2733–2739

C. Gugushev, A. Dittmar, E. Moukhina, C. Hartmann, S. Golka, J. Wollweber, M. Bickermann, R. Fornari: Growth of bulk AlN single crystals with low oxygen content taking into account thermal and kinetic effects of oxygen-related gaseous species, Journal of Crystal Growth (2012) in press, DOI: 10.1016/j.jcrysgro.2012.02.019

C. Hartmann, M. Albrecht, J. Wollweber, J. Schuppang, U. Juda, Chr. Gugushev, S. Golka, A. Dittmar, R. Fornari, SiC seed polarity-dependent bulk AlN growth under the influence of residual oxygen, Journal of Crystal Growth 344 (2012) 19–26

C. Hartmann, Aluminiumnitrid-Volumenkristallzüchtung mittels physikalischen Gasphasentransport, Dissertation, BTU Cottbus 2013

K. Imscher, C. Hartmann, C. Gugushev, M. Pietsch, J. Wollweber et al., Identification of a tri-carbon defect and its relation to the ultraviolet absorption in aluminum nitride, J. Appl. Phys. 114, 123505 (2013); doi: 10.1063/1.4821848

Vorträge:

M. Albrecht, C. Hartmann, J. Schuppang, T. Remmele, J. Wollweber, A. Dittmar, R. Fornari, AIN on SiC by Physical Vapour Transport: Dislocation Formation and Initial Stages of Growth (invited talk), 22nd International Conference on Indium Phosphide and Related Materials, Takamatsu (Japan), Mai 2010

M. Albrecht, J. Schuppang, C. Hartmann, J. Wollweber, R. Fornari, Initial stages of Growth and Strain Relaxation of AIN on SiC- a study by aberration corrected high resolution transmission electron microscopy (invited talk), Int. Workshop on Nitride Semiconductors 2010, Tampa (FL, USA), September 2010

C. Gugushev, J. Wollweber, E. Moukhina, A. Dittmar, K. Böttcher, C. Hartmann, S. Golka and R. Fornari, In-situ investigation of chemical processes during the AIN sublimation (invited talk), 5th International Workshop on Crystal Growth Technology, Berlin, Juni 2011

M. Bickermann, Current status of AIN Growth. "German-Polish-Workshop on Nitride Semiconductors", LOB/microsys, Berlin, March 2012