

Определение толщины зародышевого слоя AlN, сформированного на поверхности Al₂O₃(0001) в процессе нитридации, методами РФЭС и ИК-спектроскопии

© Д.С. Милахин^{1,2}, Т.В. Малин¹, В.Г. Мансуров¹, А.С. Кожухов¹, Н.Н. Новикова³,
В.А. Яковлев³, К.С. Журавлев¹

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

² Новосибирский государственный технический университет, 630073 Новосибирск, Россия

³ Институт спектроскопии Российской академии наук, 108840 Москва, Троицк, Россия

E-mail: dmilakhin@isp.nsc.ru

Поступила в Редакцию 2 марта 2022 г.

В окончательной редакции 25 марта 2022 г.

Принята к публикации 25 марта 2022 г.

Исследовано влияние разной степени завершенности процесса нитридации поверхности сапфира на морфологию буферного слоя AlN. Обнаружено, что ~85% завершенность образования кристаллической фазы AlN способствует росту двумерного буферного слоя AlN с гладкой морфологией поверхности вне зависимости от температуры подложки и потока аммиака, в отличие от формирования зародышевого слоя AlN в результате слабой или избыточной нитридации сапфира, на котором образуется поликристаллическая либо трехмерная структуры AlN с высокой плотностью инверсионных доменов соответственно. Независимыми методами рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии и инфракрасной спектроскопии поверхностных поляритонов была определена толщина зародышевого слоя AlN при ~85% степени завершенности процесса нитридации, которая составила ~1 монослой.

Ключевые слова: молекулярно-лучевая эпитаксия из аммиака, AlN, сапфир, дифракция быстрых электронов на отражение, нитридация, инверсионные домены, рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия, поверхностные поляритоны.

DOI: 10.21883/FTP.2022.08.53137.23

1. Введение

После успеха Исаму Акасаки [1], Хироси Аmano [2] и Сюдзи Накамура [3] в получении первого синего светодиода высокой яркости на основе полупроводниковых соединений элементов III группы и азота (III-N) на подложках сапфира (Al₂O₃), данные полупроводники рассматриваются как очень перспективная группа материалов для опто- (светоизлучающие диоды, лазерные диоды и УФ фотодетекторы) и наноэлектронных применений. В 2006 году был продемонстрирован ультрафиолетовый светодиод с наименьшей длиной волны (210 нм) на основе AlN [4]. Масштабным направлением, также привлекающим большое внимание к III-N, является СВЧ и силовая электроника, благодаря отличным транспортным свойствам электронов, наличию пьезоэлектрического эффекта и явлению спонтанной поляризации в III-N структурах, в том числе высокой подвижности электронов (~1000 см² · В⁻¹ · с⁻¹ при 300 К для GaN), высокой дрейфовой скорости (~2.7 · 10⁷ см · с⁻¹ при 300 К для GaN) и высокой концентрации двумерного электронного газа ~2 · 10¹³ см⁻² (на порядок выше концентрации на гетерогранице AlGaAs/GaAs) в гетеропереходе Al(Ga)N/GaN [5]. После успеха в получении графена, соединения AlN и GaN привлекли исследовательский

интерес благодаря возможности формирования в виде сверхтонких слоев с графеноподобной гексагональной структурой [6–12], которые могут быть использованы в качестве подзатворного диэлектрика для изоляции двумерных проводников типа графена или силицена с нулевой запрещенной зоной при синтезе ван-дер-ваальсовых кристаллов, открывая новые перспективы в развитии наноэлектроники и спинтроники [12].

Благодаря оптической прозрачности в видимом и УФ диапазонах длин волн, значительной теплопроводности (38.5 Вт · м⁻¹ · К⁻¹ при 300 К), термической стабильности, высокому кристаллическому совершенству и существенно более низкой стоимости по сравнению с подложками SiC и нитридными подложками, сапфир является широко используемым подложечным материалом, преимущественно для оптоэлектронных приборов, а также может быть использован при обработке технологии роста гетероэпитаксиальных структур для транзисторов и сверхтонких слоев с графеноподобной гексагональной структурой. Технологические сложности эпитаксиального роста III-N на подложке Al₂O₃ связаны с большим рассогласованием латеральных параметров кристаллических решеток и коэффициентов термического расширения выращиваемых слоев AlN/GaN и сапфира. Для согласования параметров кристаллических

решеток III-N и подложки выполняют химическое преобразование поверхности Al_2O_3 в потоке активного азота — нитридизацию, в результате которой формируется тонкий зародышевый слой кристаллического AlN. Значимость нитридного слоя, сформированного в результате нитридации сапфира, для технологии формирования III-N подчеркивалась в работах Каваками [13], Рувье-ра [14], Мона [15], Столярчука [16] и др.

Исследования показали, что скорость формирования зародышевого слоя AlN зависит от условий нитридации — температуры подложки и потока активного азота, однако данные разнятся [17–20], при этом кинетика формирования кристаллической фазы AlN всегда остается неизменной [21]. Несмотря на разносторонние исследования процесса нитридации и роста последующих слоев III-N разными авторами, до сих пор оставались открытыми вопросы — когда необходимо завершать процесс нитридации и начинать эпитаксиальный рост буферного слоя AlN и какова толщина зародышевого слоя AlN при оптимальной нитридации поверхности сапфира.

Для исследования тонкого зародышевого слоя AlN, формирующегося на поверхности сапфира, требуются очень чувствительные методы. Рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия (РФЭС) предоставляет ограниченную информацию [20,22,23], поэтому в данной работе для исследования пленок AlN, выращенных методом аммиачной МЛЭ на сапфировых подложках, в качестве независимого инструмента были использованы инфракрасное (ИК) отражение и ИК-спектроскопия поверхностных поляритонов (ПП). Поверхностные поляритоны представляют собой вид безызлучательных электромагнитных колебаний, возникающих в результате сильного взаимодействия электромагнитных волн (ИК фотонов) с оптическими фонами и распространяющихся вдоль границы раздела двух сред, если одна из них является поглощающей [24,25]. Электромагнитное поле ПП сосредоточено вблизи гетерограницы AlN/сапфир, что делает данный метод чувствительным к наличию очень тонких (вплоть до наноразмерных) слоев на границах раздела.

В данной работе исследовано влияние завершенности процесса нитридации на эпитаксиальный рост буферного слоя AlN и определена толщина зародышевого слоя AlN в случае оптимальной нитридации поверхности сапфира независимыми методами РФЭС и ИК-спектроскопии поверхностных поляритонов, которая составила ~ 1 монослой.

2. Методика эксперимента

Исследуемые образцы выращивались на установке молекулярно-лучевой эпитаксии СВЕ-32(Р) фирмы Riber, адаптированной под аммиачную МЛЭ. Базовое давление в камере составляло $1.0 \cdot 10^{-9}$ Торр. В качестве источника активного азота использовался аммиак особой

чистоты (99.999%) в комплексе с фильтрами дополнительной очистки фирмы Entegris со степенью очистки аммиака выше 99.999999%. Поток аммиака в камеру задавался регулятором потока фирмы Bronkhorst, работающим в диапазоне $8\text{--}400 \text{ ст. см}^3 \cdot \text{мин}^{-1}$. В экспериментах использовались (0001) сапфировые подложки диаметром 2 дюйма, подготовленные к эпитаксии (так называемые „epi-ready“). Перед экспериментом подложки сапфира подвергались высокотемпературному отжигу при температуре 900°C в течение 1 ч в остаточной атмосфере при давлении $(2\text{--}5) \cdot 10^{-8}$ Торр с целью предварительной очистки поверхности от остаточных углеродных и водородных загрязнений. Нагрев подложек осуществлялся посредством поглощения излучения от нагревателя слоем молибдена толщиной 0.4 мкм, нанесенным на обратную сторону подложки сапфира. Нагреватель был выполнен в виде танталовой спирали, помещенной в форму из пиролитического нитрида бора. Для регистрации спектров свечения нагретых подложек использовался малогабаритный дифракционный прибор „Ocean Optics USB4000“, оснащенный многоканальным кремниевым фотодетектором [26]. Исходная шероховатость поверхности подложки сапфира, использованной в экспериментах, характеризовалась среднеквадратичным отклонением (СКО) ~ 120 пм. Шероховатость оценивалась методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) с площадок размером 5×5 мкм. Нитридизация поверхности сапфира осуществлялась при температуре подложки 840°C в потоке аммиака $25 \text{ ст. см}^3 \cdot \text{мин}^{-1}$ в течение 35 мин. Метод дифракции быстрых электронов на отражение (ДБЭО), используемый в экспериментах, является уникальным *in situ* методом изучения структуры поверхности, реконструкционных фазовых переходов поверхности и кинетики химических реакций на поверхности. Эволюция общей ДБЭО картины в процессе экспонирования поверхности сапфира в потоке аммиака регистрировалась аналитической системой kSA 400, оснащенной ПЗС-камерой высокого разрешения с высокочувствительной оптикой, специально разработанной для ДБЭО, и измерялась интенсивность рефлексов сапфира и AlN. Зависимость интенсивности дифракционного рефлекса от времени, отображаемая в виде кинетических кривых, позволяет исследовать кинетику химических реакций при наличии кристаллических фаз. Процесс построения кинетических кривых подробно описан в работах [21,27].

Для оценки толщины зародышевого слоя AlN подложки исследовались методами РФЭС и ИК-спектроскопии поверхностных поляритонов. В методе нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО) используется эффект полного внутреннего отражения, в результате которого при больших углах падения на границе призмы возникает экспоненциально затухающая волна (ближнего поля), которая проникает в образец на глубину порядка микрона. Варьируя углы падения, можно обеспечить совпадение фазовой скорости затухающей волны и фазовой скорости ПП для эффективной

передачи энергии затухающей волны поверхностным поляритонам, проявляемой в ослаблении отраженной интенсивности. Измерения поверхностных поляритонов НПВО в конфигурации Отто [24] и измерения спектров отражения были выполнены с использованием инфракрасного фурье-спектрометра IFS66v (BRUKER). Приставка НПВО с призмой КРС-5 (НПВО-1, ЛОМО) использовалась при различных углах падения ($20\text{--}60^\circ$ в призме) в p -поляризованном свете для исследования поперечно-магнитных (ПМ) поверхностных поляритонов. Использовался решеточный поляризатор на подложке КРС-5. Спектральное разрешение было 2 см^{-1} . Воздушный зазор между призмой и образцом (от единиц до десятков микрон) регулировался лавсановыми лентами или частицами пыли в зазоре. Спектры внешнего отражения измерялись при падении излучения, близком к нормальному, в s -поляризованном свете. Измеренный спектр сравнивался с рассчитанным спектром для структуры призма–зазор–пленка–подложка. Диэлектрические проницаемости пленок и подложки описывались с помощью наборов затухающих гармонических осцилляторов. Программа SCOUT-94 [28,29] варьировала параметры структуры и минимизировала разницу экспериментального и расчетного спектров.

В данной работе рассматривались только ПП при частотах $> 550\text{ см}^{-1}$, так как только такие ветви ПП могут находиться в резонансе с фононами пленки AlN.

На заключительном этапе выращивался слой AlN толщиной 1 мкм в потоке аммиака $15\text{ ст. см}^3 \cdot \text{мин}^{-1}$ при температуре подложки 940°C со скоростью $0.3\text{ мкм} \cdot \text{ч}^{-1}$. Морфология полученных слоев AlN изучалась с помощью метода атомно-силовой микроскопии.

3. Экспериментальные результаты

Как правило, при формировании зародышевого слоя AlN на поверхности сапфира исследователи ориентируются на время нитридации при фиксированных температуре подложки и потоке активного азота [17–20]. Однако время формирования зародышевого слоя AlN может зависеть от неконтролируемого изменения фонового давления в ростовой камере или высокоэнергетичных электронов при использовании метода ДБЭО [27,30], что существенно снижает воспроизводимость процесса нитридации. Поэтому необходим универсальный критерий, учитывающий влияние всех условий (температуры подложки, потока аммиака и времени нитридации). Таким критерием является степень завершенности процесса нитридации. Для определения степени завершенности процесса нитридации *in situ* можно ориентироваться на интенсивность дифракционного рефлекса образуемой кристаллической фазы AlN на кинетических кривых, используя метод ДБЭО [20].

На экспериментальной кинетической кривой процесса нитридации сапфира было выбрано несколько точек

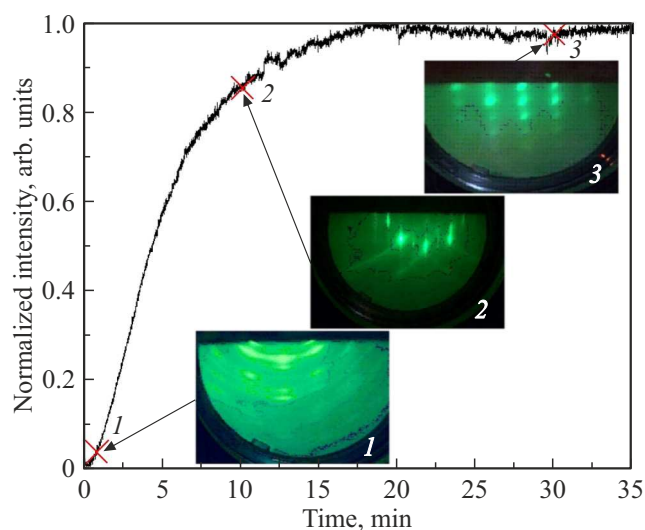


Рис. 1. Кинетическая кривая процесса нитридации со вставками дифракционных картин (ДК) выращенных буферных слоев AlN (1 мкм) при разной степени завершенности нитридации (точки на кривой 1, 2 и 3).

(рис. 1), с которых начиналось формирование буферного слоя AlN. Показано, что, если рост буферного слоя AlN начинать при 100% завершенности нитридации поверхности сапфира (предполагается, что в данном случае сформировавшийся зародышевый слой AlN полностью покрывает сапфир), соответствующей точке 3 на кинетической кривой, образуется 3D AlN с высокой плотностью инверсионных доменов, о чем свидетельствует трансмиссионная дифракционная картина. В случае выбора начальной точки 2 для роста буферного слоя AlN, соответствующей $\sim 85\%$ завершенности формирования кристаллической фазы AlN на поверхности сапфира, формируется двумерная пленка AlN с гладкой морфологией поверхности и металлической поляризованностью, о чем свидетельствует отражательная ДК и реконструкция (2×2) . Эпитаксиальный рост AlN в точке 1, соответствующей не нитридованной/слабо нитридованной поверхности сапфира, характеризуется огрублением поверхности, что впоследствии приводит к росту поликристалла. Важно отметить, что соответствие точек на кинетической кривой и морфологии поверхности буферных слоев AlN будет сохраняться на любых кинетических кривых, полученных при различных условиях нитридации, что подчеркивает универсальность критерия степени завершенности процесса нитридации.

Для исследования влияния степени завершенности нитридации Al_2O_3 на морфологию поверхности буферного слоя AlN были выращены III-N структуры на исходной (не нитридованной) и нитридованной на разных стадиях завершенности подложках сапфира. В случае начала роста буферного слоя AlN в точке 3 кинетической кривой нитридации, получается структура

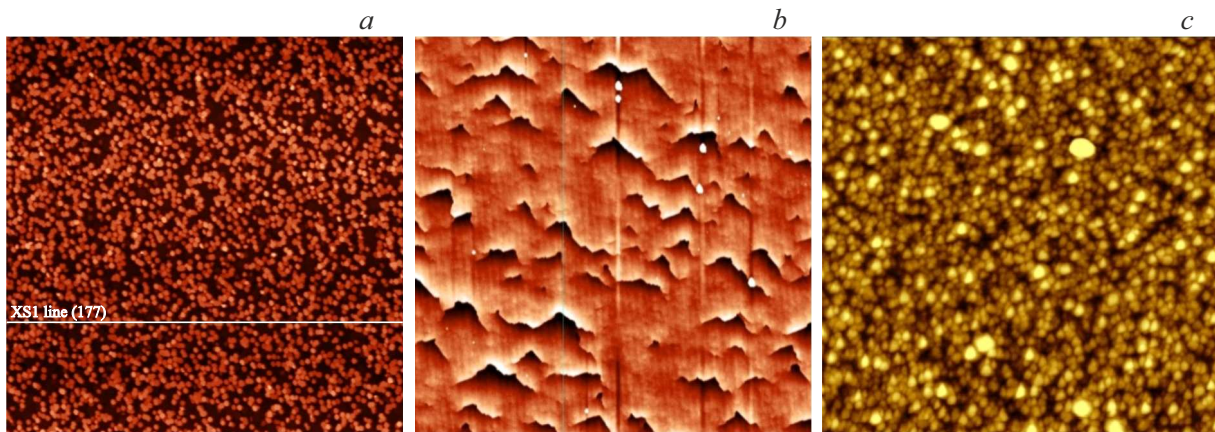


Рис. 2. АСМ-изображения 15×15 мкм выращенных пленок AlN (1 мкм) на глубоко нитридизированной поверхности сапфира, соответствующей точке 3 кинетической кривой нитридации (а), с оптимальной ($\sim 85\%$) завершенностью процесса нитридации в точке 2 кинетической кривой (b) и на не нитридированной подложке сапфира или в точке 1 кинетической кривой нитридации (с). Высота по шкале Z составила, нм: а — 110, b — 10, с — 65. Высота инверсионных доменов на поверхности пленки (а) составила ~ 40 нм, на изображении поверхности (b) инверсионные домены отсутствуют, шероховатость поверхности составила ~ 0.5 нм.

с высокой плотностью инверсионных доменов (рис. 2, а). В результате при оптимальной стадии завершенности нитридации (точка 2 на кинетической кривой) был получен буферный слой AlN без инверсионных доменов (рис. 2, b). Слои AlN, выращенные на не нитридированной подложке сапфира или в точке 1 кинетической кривой нитридации, имеют поликристаллическую структуру (рис. 2, с). Предполагается, что увеличение толщины нитридированного слоя приводит к формированию большего числа отклоненных зародышей AlN и увеличению количества инверсионных доменов.

Для получения информации о толщине нитридированного слоя для случая с $\sim 85\%$ завершенностью процесса нитридации, соответствующей точке 2 кинетической кривой на рис. 1, образец исследовался двумя независимыми методами рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии и ИК-спектроскопии. Методом РФЭС регистрировалось изменение химического состава поверхности Al_2O_3 до и спустя 10 мин после нитридации при 840°C в потоке аммиака $25 \text{ ст. см}^3 \cdot \text{мин}^{-1}$. На рис. 3 показаны спектры исходной и нитридированной поверхностей (0001) Al_2O_3 и поверхности буферного слоя (0001) AlN. На вставке к рис. 3 отчетливо видно появление пика атома азота N1s.

Толщина зародышевого слоя AlN, синтезированного в результате нитридации, рассчитывалась по формуле

$$I = I_0 \left(1 - e^{-\frac{d}{\lambda}}\right), \quad (1)$$

где I_0 — калибровочная интенсивность N1s пика атома азота в буферном слое AlN, I — интенсивность N1s пика атома азота в зародышевом слое AlN на Al_2O_3 , d — искомая толщина сформированного на поверхности сапфира зародышевого слоя AlN, λ — характерная

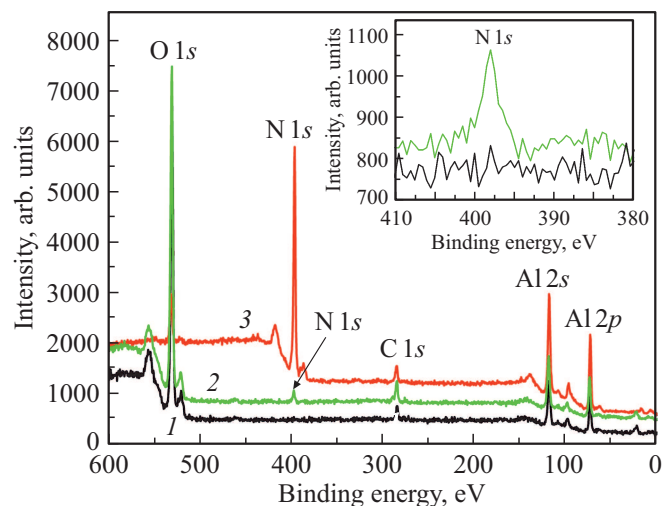


Рис. 3. РФЭС-спектры образцов: 1 — исходная поверхность (0001) Al_2O_3 , 2 — нитридированная поверхность (0001) Al_2O_3 , 3 — поверхность буферного слоя (0001) AlN. На вставке изображены спектры исходной и нитридированной поверхности Al_2O_3 в области пика N1s.

глубина выхода электронов, или, другими словами, средняя длина свободного пробега электронов. Параметр λ оценивался из универсальной кривой зависимости длины свободного пробега электронов λ от кинетической энергии E_{kin} . При $E_{\text{kin}} > 100$ эВ, $\lambda \sim E_{\text{kin}}^{1/2}$. Кинетическая энергия электронов определена из уравнения $E_{\text{kin}} = h\nu - E_{\text{bin}}$ и составила 1088.5 эВ, где $h\nu$ — энергия возбуждающего фотона линии Al K α 1486.6 эВ, а E_{bin} — энергия связи эмитированного электрона с уровня 1s атома N, равная 398.1 эВ. В данном случае параметр λ равен ~ 33 Å. Таким образом, расчет по формуле (1) показывает, что

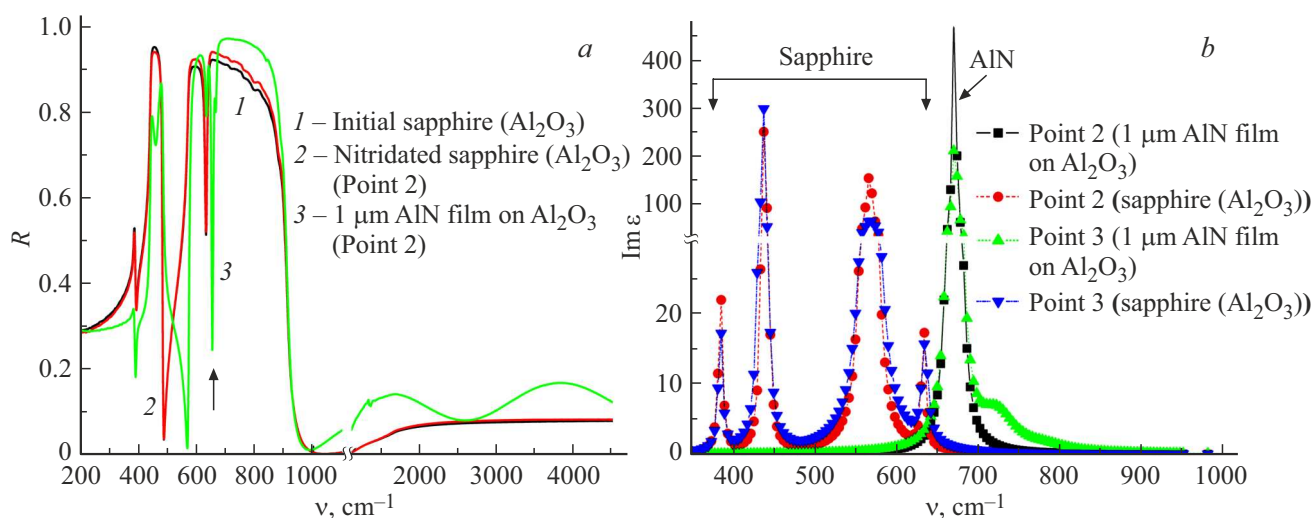


Рис. 4. *a* — экспериментальные спектры внешнего отражения при падении, близком к нормальному, для исходной (1) и нитризованной (2) сапфировой подложки (в точке 2 на кинетической кривой), (3) буферного слоя AlN (в точке 2); *b* — расчетная мнимая часть диэлектрической проницаемости для буферного слоя AlN (в точках 2 и 3). (Цветной вариант рисунка представлен в электронной версии статьи).

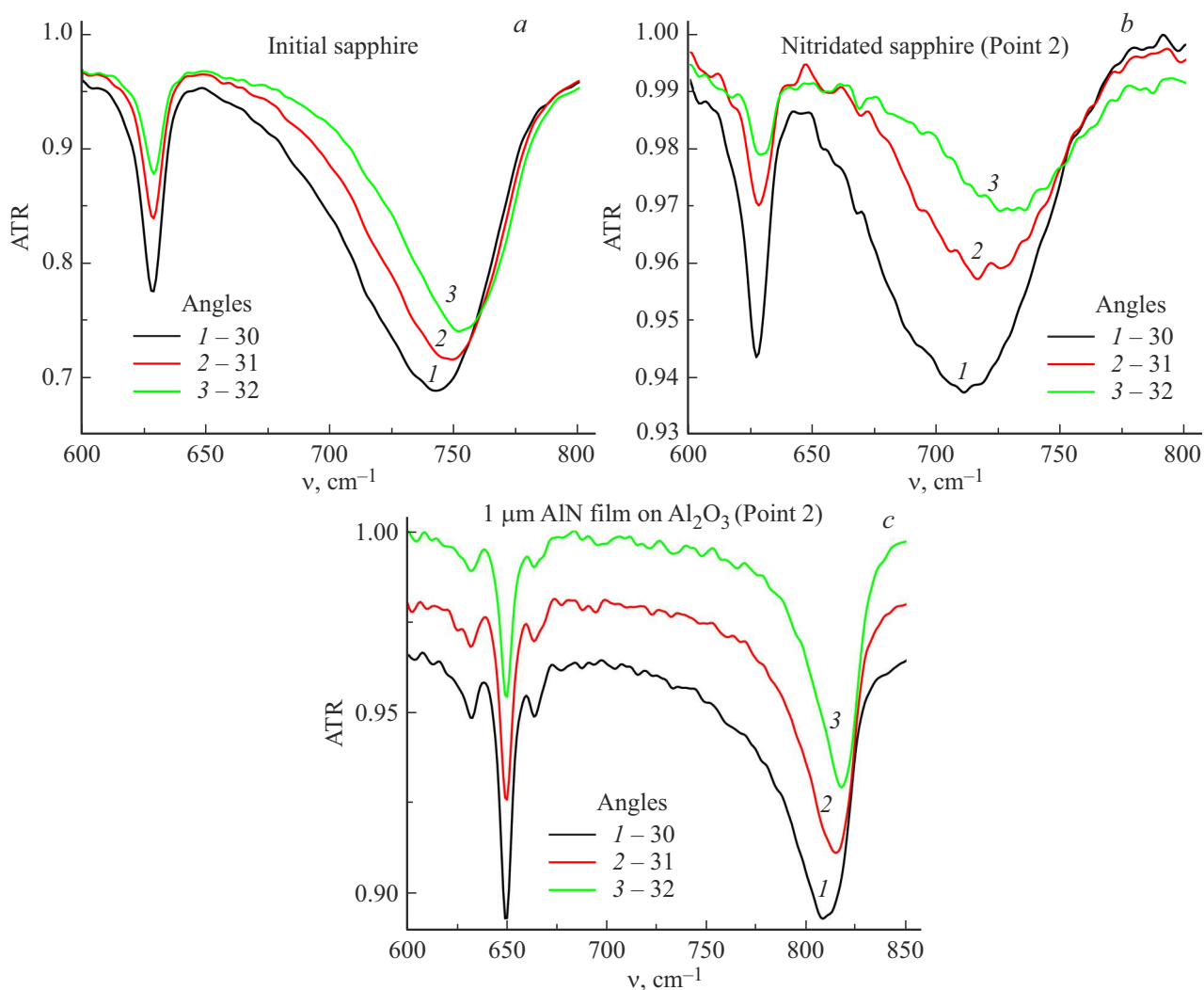


Рис. 5. НПВО-спектры исходной (а) и нитризованной (b) подложки сапфира (в точке 2), а также буферного слоя AlN (с). Спектры смещены по оси ординат. Возле кривых отображены углы падения излучения в градусах.

толщина зародышевого слоя AlN, синтезированного в результате нитридации, составляет $\sim 2 \text{ \AA}$ или ~ 1 монослой (МС).

Спектры внешнего отражения (R) исходной и нитризированной (в точке 2) подложек сапфира, а также буферного слоя AlN, выращенного на сапфировой подложке при $\sim 85\%$ завершенности формирования кристаллической фазы AlN, при падении излучения, близком к нормальному, показаны на рис. 4, а. Из графика видно, что R -спектры отражения исходной и нитризированной (в точке 2) подложек практически совпадают. R -спектр отражения буферного слоя AlN заметно отличается от спектра сапфировых подложек из-за интерференции света в пленке AlN. Наиболее важным отличием от спектра исходного сапфира является возникновение резкого минимума на частоте 651 см^{-1} , отмеченного стрелкой. Данное значение соответствует перпендикулярной оптической оси на частоте ТО-фонона пленки (E -колебания). На рис. 4, б представлены расчетные спектральные зависимости мнимых частей диэлектрических проницаемостей для исследованных буферных слоев AlN (в точках 2 и 3) и их подложек.

Пики на кривых соответствуют частотам ТО-фононов сапфира и AlN. Из рис. 4 видно, что для получения хорошей аппроксимации R -спектра отражения для образца, сформированного при $\sim 85\%$ завершенности нитридации, необходимо учитывать дополнительные слабые фононы с частотами $682, 724, 784 \text{ см}^{-1}$. Предполагается, что данные ТО-фононы происходят из переходной области слоя AlN, сформированной вблизи подложки сапфира, или обусловлены наличием N -полярных участков AlN.

Зародышевые слои AlN, образовавшиеся в результате экспонирования поверхности нагретой подложки сапфира в потоке аммиака, анализировались методом ИК-спектроскопии в режиме нарушенного полного внутреннего отражения. Так как электромагнитное поле ПП концентрируется вблизи границ раздела AlN/сапфир, такие возбуждения более чувствительны к состоянию поверхности или наличию очень тонких пленок по сравнению с методом внешнего отражения. На рис. 5 представлены спектры НПВО исходной и нитризированной подложек сапфира (в точке 2), а также буферного слоя AlN (в точке 2).

Наблюдаемый вблизи частоты 800 см^{-1} минимум в спектрах НПВО буферного слоя AlN обусловлен наличием в структуре зазор-AlN-сапфир поверхностных поляритонов. Сравнение спектров НПВО подложек исходного и нитризированного сапфира (в точке 2) показывает, что положение минимума вблизи частоты 700 см^{-1} зависит от наличия на поверхности сапфира кристаллической фазы AlN. Некоторая асимметрия минимума для исходного сапфира обусловлена угловой шириной зондирующего луча в призме. Еще один минимум вблизи частоты 630 см^{-1} на данных спектрах связан с сапфировой подложкой. Сопоставление НПВО-спектров нитризированного сапфира со спектрами, сгенерированными с

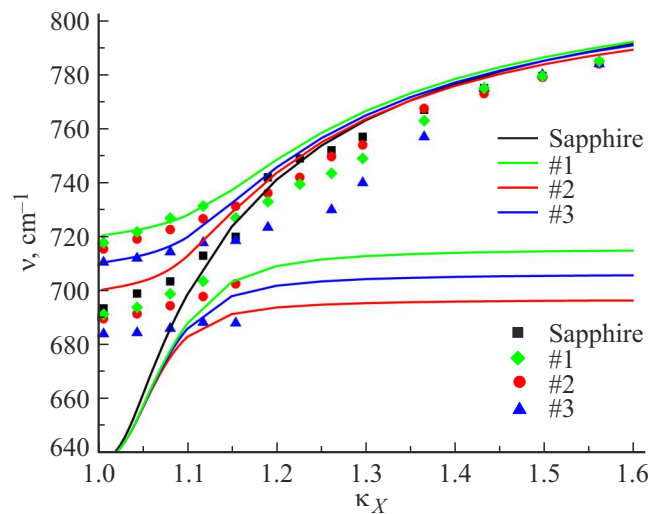


Рис. 6. Кривые дисперсии для исходного (квадраты) и трех нитризированных в разной степени образцов сапфира: точка 1 — ромбы, точка 2 — кружки, точка 3 — треугольники.

помощью модели затухающих гармонических осцилляторов, демонстрирует наличие расщепления минимумов. Совпадение поперечной оптической (ТО) частоты AlN с частотой ПП приводит к появлению щели в кривой дисперсии ПП, обусловленной резонансным взаимодействием ПП сапфира с ТО-фононом пленки AlN. На рис. 6 представлены кривые дисперсии для поверхности сапфира исходной и нитризированной с разной степенью завершенности (точки 1, 2 и 3 на кинетической кривой). Значками обозначены положения минимумов в спектрах НПВО.

Положение щели определяется частотой ТО-фонона, которая зависит от кристаллической структуры, атомного состава, деформации пленки AlN и т.д. Толщина пленки AlN пропорциональна квадрату величины щели энергетического спектра согласно формуле

$$d = 2\Delta^2\lambda^3, \quad (2)$$

где λ — длина волны электромагнитного излучения ($\sim 10 \text{ мкм}$). Толщина зародышевого слоя AlN, согласно данной формуле, составила $\sim 0.25 \text{ нм}$ или ~ 1 монослой (МС), что соотносится с результатами, полученными методом РФЭС.

4. Заключение

В данной работе исследовано влияние степени завершенности процесса нитридации на рост буферного слоя AlN. Установлено, что при формировании на поверхности сапфира зародышевого слоя AlN толщиной $\sim 1 \text{ МС}$ ($\sim 85\%$ завершенность процесса нитридации) последующий рост буферного слоя AlN будет осуществляться без инверсионных доменов вне зависимости от условий нитридации.

Данный результат позволяет существенно повысить воспроизводимость последующих III-N наноструктур. Методами ДБЭО, РФЭС, ИК-спектроскопии исследованы исходный и оптимально нитридизованный сапфир, а также буферные слои AlN толщиной 1 мкм, выращенные методом аммиачной МЛЭ на сапфировых подложках. Высокая чувствительность ПП позволила зарегистрировать изменение спектров сапфира после экспонирования поверхности в потоке аммиака, а также при варьировании времени нитридации. Установлено, что кривые дисперсии ПП зависят от степени превращения исходного поверхностного слоя сапфира в кристаллический AlN в процессе нитридации. Морфология поверхности буферных слоев AlN, выращенных на нитридизованной в разной степени сапфировой подложке, различается, что подтверждает существенное влияние процесса нитридации на качество последующих пленок AlN.

Финансирование работы

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки РФ в рамках стипендии Президента Российской Федерации молодым ученым и аспирантам на 2022–2024 г., уникальный идентификатор СП-1646.2022.3.

Благодарности

АСМ диагностика проводилась на оборудовании Центра коллективного пользования „Технологии наноструктурирования полупроводниковых, металлических, углеродных, биоорганических материалов и аналитические методы их исследования на наноуровне“ (ЦКП „Наноструктуры“).

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] I. Akasaki. *Rev. Mod. Phys.*, **87** (4), 1119 (2015). DOI: 10.1103/RevModPhys.87.1119
- [2] H. Amano. *Rev. Mod. Phys.*, **87** (4), 1133 (2015). DOI: 10.1103/RevModPhys.87.1133
- [3] S. Nakamura. *Rev. Mod. Phys.*, **87** (4), 1139 (2015). DOI: 10.1103/RevModPhys.87.1139
- [4] Y. Taniyasu, M. Kasu, T. Makimoto. *Nature*, 441 (7091), 325 (2006). DOI: 10.1038/nature04760
- [5] R.A. Ferreyra, C. Zhu, A. Teke, H. Morkoc. *Group III Nitrides*, ed. by S. Kasap, P. Capper (Springer International Publishing AG, 2017), Pt D(31), 743 (2017). DOI: 10.1007/978-3-319-48933-9
- [6] C.L. Freeman, C. Frederik, L.A. Neil, H.H. John. *Phys. Rev. Lett.*, **96** (6), 066102 (2006). DOI: 10.1103/PhysRevLett.96.066102
- [7] H. Şahin, S. Cahangirov, M. Topsakal, E. Bekaroglu, E. Akturk, R.T. Senger, S. Ciraci. *Phys. Rev. B*, **80** (15), 155453 (2009). DOI: 10.1103/PhysRevB.80.155453
- [8] А.Л. Ивановский. *Успехи химии*, **81** (7), 571 (2012). [A.L. Ivanovskii. *Russ. Chem. Rev.*, **81** (7), 571 (2012)]. DOI: 10.1070/RC2012v081n07ABEH004302
- [9] C.J.F. Solano, A. Costales, E. Francisco, A. Martín Pendas, M.A. Blanco, K.-C. Lau, H. He, R. Pandey. *Comput. Model. Eng. Sci.*, **24** (2), 143 (2008).
- [10] M. Houssa, G. Pourtois, V.V. Afanas'ev, A. Stesmans. *Appl. Phys. Lett.*, **97** (11), 112106 (2010). DOI: 10.1063/1.3489937
- [11] V. Mansurov, T. Malin, Yu. Galitsyn, K. Zhuravlev. *J. Cryst. Growth*, **428**, 93 (2015). DOI: 10.1016/j.jcrysgro.2015.07.030
- [12] V.G. Mansurov, Yu.G. Galitsyn, T.V. Malin, S.A. Teys, K.S. Zhuravlev, I. Cora, B. Pecz. *2D Materials*, ed. by Ch. Wongchoosuk and Y. Seekeaw (IntechOpen, 2018). DOI: 10.5772/intechopen.81775
- [13] H. Kawakami, K. Sakurai, K. Tsubouchi, N. Mikoshiba. *Jpn. J. Appl. Phys.*, **27** (2), L161 (1988). DOI: 10.1143/jjap.27.L161
- [14] J.L. Rouvière, M. Arlery, R. Niebuhr, K.H. Bachem, O. Briot. *Mater. Sci. Eng. B*, **43** (1–3), 161 (1997). DOI: 10.1016/s0921-5107(96)01855-7
- [15] S. Mohn, N. Stolyarchuk, T. Markurt, R. Kirste, M.P. Hoffmann, R. Collazo, A. Courville, R.D. Felice, Z. Sitar, P. Vennéguès, M. Albrecht. *Phys. Rev. Appl.*, **5** (5), 054004 (2016). DOI: 10.1103/PhysRevApplied.5.054004
- [16] N. Stolyarchuk, T. Markurt, A. Courville, K. March, O. Tottereau, P. Vennéguès, M. Albrecht. *J. Appl. Phys.*, **122** (15), 155303 (2017). DOI: 10.1063/1.5008480
- [17] K. Uchida, A. Watanabe, F. Yano, M. Kouguchi, T. Tanaka, S. Minagawa. *J. Appl. Phys.*, **79** (7), 3487 (1996). DOI: 10.1063/1.361398
- [18] N. Grandjean, J. Massies, M. Leroux. *Appl. Phys. Lett.*, **69** (14), 2071 (1996). DOI: 10.1063/1.116883
- [19] C. Heinlein, J. Grepstad. *Appl. Phys. Lett.*, **71** (3), 341 (1997). DOI: 10.1063/1.119532
- [20] F. Dwikusuma, T.F. Kuech. *J. Appl. Phys.*, **94** (9), 5656 (2003). DOI: 10.1063/1.1618357
- [21] D.S. Milakhin, T.V. Malin, V.G. Mansurov, Yu.G. Galitsyn, K.S. Zhuravlev. *J. Therm. Anal. Calorim.*, **133** (11), 1099 (2018). DOI: 10.1007/s10973-018-7116-z
- [22] K. Masu, Y. Nakamura, T. Yamazaki, T. Shibata, M. Takahashi, K. Tsubouchi. *Jpn. J. Appl. Phys.*, **34** (6B), L760 (1995). DOI: 10.1143/JJAP.34.L760
- [23] Y. Cho, Y. Kim, E. R. Weber, S. Ruvimov, Z.L. Weber. *J. Appl. Phys.*, **85**, 7909 (1999). DOI: 10.1063/1.370606
- [24] V.M. Agranovich, D.L. Mills (eds). *Surface Polaritons* (North-Holland Publ. Co., Amsterdam, 1982).
- [25] G.N. Zhizhin, M.A. Moskaleva, E.A. Vinogradov, V.A. Yakovlev. *Appl. Spectrosc. Rev.*, **18**, 171 (1982).
- [26] T.V. Malin, V.G. Mansurov, A.M. Gilinskii, D.Yu. Protasov, A.S. Kozhukhov, A.P. Vasilenko, K.S. Zhuravlev. *Optoelectron. Instrument. Proc.*, **49**, 429 (2013). DOI: 10.3103/S8756699013050026
- [27] D.S. Milakhin, T.V. Malin, V.G. Mansurov, Yu.G. Galitsyn, A.S. Kozhukhov, D.E. Utkin, K.S. Zhuravlev. *Appl. Surf. Sci.*, **541**, 148548 (2021). DOI: 10.1016/j.apsusc.2020.148548
- [28] W. Theiß. *The SCOUT through CAOS, Manual of the Windows application SCOUT*.
- [29] W. Theiß. *Surf. Sci. Rep.*, **29**, 91 (1997).

- [30] D.S. Milakhin, T.V. Malin, V.G. Mansurov, Yu.G. Galitsyn, K.S. Zhuravlev. Phys. Status Solidi B, **256**, 1800516 (2019). DOI: 10.1002/pssb.201800516

Редактор А.Н. Смирнов

Thickness determination of the AlN nucleation layer formed on the Al₂O₃(0001) surface during nitridation process by XPS and IR spectroscopy techniques

D.S. Milakhin^{1,2}, T.V. Malin¹, V.G. Mansurov¹, A.S. Kozhukhov¹, N.N. Novikova³, V.A. Yakovlev³, K.S. Zhuravlev¹

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

² Novosibirsk State Technical University, 630073 Novosibirsk, Russia

³ Institute of Spectroscopy, Russian Academy of Sciences, 108840 Moscow, Troitsk, Russia

Abstract The influence of different degrees of completion of the sapphire surface nitridation process on the AlN buffer layer morphology was studied. It has been found that ~ 85% completion of the AlN crystalline phase formation promotes the two-dimensional AlN buffer layer growth with a smooth surface morphology regardless of the substrate temperature and ammonia flow, in contrast to the AlN nucleation layer formation as a result of weak or excessive sapphire nitridation, on which the formation of a polycrystalline or three-dimensional AlN structure with a high inversion domains density occurs, respectively. Using independent methods of X-ray photoelectron spectroscopy and infrared spectroscopy of surface polaritons, the thickness of the AlN nucleation layer was determined at ~ 85% degree of the nitridation process completion, which amounted to ~ 1 monolayer.