

Дислокационная структура индентированных объемных кристаллов AlN

© О.Ф. Вывенко¹, О.А. Гогина^{1,2,¶}, Ю.В. Петров^{1,2}, Е.В. Убийвовк^{1,2}, Т.С. Аргунова², С.С. Нагалюк²

¹ Санкт-Петербургский государственный университет,
199034 Санкт-Петербург, Россия

² Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук,
194021 Санкт-Петербург, Россия

¶ E-mail: o_gogina@mail.ru

Поступила в Редакцию 5 мая 2025 г.

В окончательной редакции 28 июля 2025 г.

Принята к публикации 28 июля 2025 г.

Приведены результаты катодоллюминесцентных исследований дефектной структуры, созданной индентированием базисной и призматической поверхности малодислокационных объемных кристаллов нитрида алюминия, а также нитрида галлия. Впервые установлено, что дислокационная структура в приповерхностной области вблизи отпечатка индентора в AlN качественно отличается от хорошо известной для других полупроводников со структурой вюрцита и хорошо объяснимой моделью Пайерлса. Сделано заключение о неприменимости этой модели для характеристики динамики дислокаций в AlN и необходимости разработки для этого новых теоретических подходов.

Ключевые слова: нитрид алюминия, дислокации, катодоллюминесценция.

DOI: 10.61011/FTP.2025.05.61479.8095

В последние годы нитрид алюминия (AlN) привлек внимание во всем мире как сверхширокозонный полупроводник с превосходными характеристиками, которые в совокупности с развитыми эффективными методами выращивания объемных кристаллов AlN создают широкие перспективы применения AlN в областях высокоэффективных оптоэлектронных, а также мощных и высокочастотных электронных устройств, сверхвысоковольтных силовых электронных приборов, датчиков предупреждения и наведения, а также систем дезинфекции в глубоком УФ-диапазоне [1,2].

Процесс роста кристаллов и гетероструктур для производства электронных компонент часто сопровождается введением дислокаций, которые могут влиять на функциональные электронные свойства материала, что обуславливает необходимость наличия правильных представлений об их основных характеристиках, таких как типы и системы скольжения дислокаций, структура их ядер, подвижность при воздействии различных механических напряжений, температуры и присутствия инжектированных носителей заряда.

Среди III-нитридов с гексагональной решеткой вюрцита, родственных AlN, электронные и механические свойства дислокаций лучше всего изучены в GaN, чему посвящены десятки работ (см. обзоры по электронным свойствам [3], по микротвердости [4]). Системы скольжения дислокаций в индентированных образцах GaN были изучены методами катодоллюминесценции (КЛ) и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ), и они довольно хорошо укладываются в представления о пайерсовском механизме движения дислокаций. Что касается AlN, то подобные сведения для этого материала довольно скудны и еще не получили однозначной

интерпретации. Структура ядер ростовых дислокаций исследовалась только в двух работах по ПЭМ [5,6], в которых однозначного вывода о преобладающем типе их ядер, т.е. совершенные или расщепленные на частичные, сделано не было. Основная информация о системах скольжения была получена с помощью метода просвечивающей электронной микроскопии в работах по наноиндентированию этого материала [7–9], в которых пробег вводимых дислокаций не превышает нескольких микрон и которые, за исключением работы [9], были выполнены на выращенных на подложке тонких пленках с высокой плотностью ростовых дислокаций ($10^9 - 10^{10} \text{ см}^{-2}$). При этом оказалось, что дислокационная структура, обнаруживаемая в ПЭМ-исследованиях поперечного разреза наноиндентированных образцов, несколько отличалась от наблюдаемой в GaN, но данных о системах скольжения вблизи поверхности, непосредственно подвергнутой индентированию, по нашим сведениям, получено до сих пор не было.

В настоящей работе впервые проведены исследования дефектной структуры, возникающей при индентировании при больших нагрузках *a*- и *m*-плоскостей объемных и малодислокационных кристаллов AlN и регистрируемой на тех же плоскостях с помощью метода катодоллюминесценции.

Кристаллы AlN были выращены сублимационным сэндвич-методом (ССМ) по механизму сублимации и реконденсации из паровой фазы порошка AlN высокой чистоты на затравке (0001) из монокристаллического 6H-SiC диаметром 60 мм. Условия и результаты роста объемных кристаллов AlN методом ССМ приведены в обзоре [10]. Толщина полученного слоя AlN достигла 1.8 мм. По данным ПЭМ, плотность дислокаций в кри-

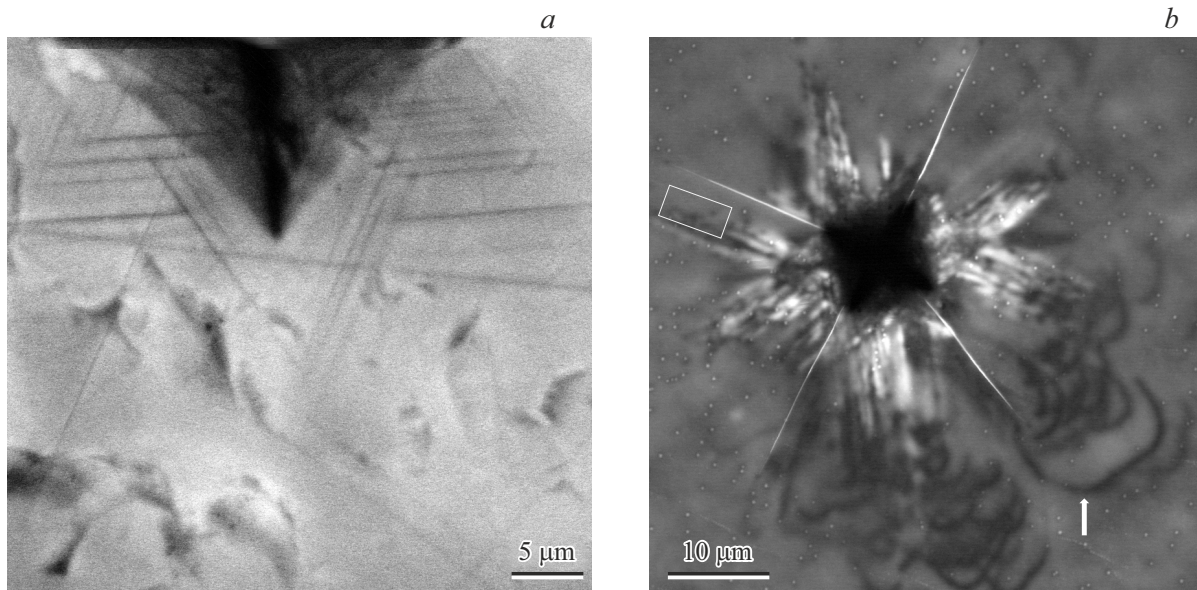


Рис. 1. Панхроматические карты вблизи места укола индентором Виккерса поверхностей (0001) кристаллов AlN (*a*) и GaN (*b*) с нагрузками 3 и 1 Н соответственно. Ускоряющее напряжение — 20 кВ.

сталле AlN толщиной 1.8 мм изменялась от $8 \cdot 10^7 \text{ см}^{-2}$ вблизи интерфейса с подложкой до 10^5 см^{-2} вблизи ростовой поверхности, что на 3–5 порядков меньше, чем в ранее выполненных работах по индентированию AlN. Для исследований были приготовлены образцы с плоской поверхностью ростовой базисной и поперечной призматической ($10\bar{1}0$) ориентациями, которые подвергались воздействию индентора Виккерса на микротвердометре Shimadzu HNV-2T с нагрузками от 1 до 10 Н. С индентированной базисной поверхности посредством механической шлифовки и последующей химико-механической полировки последовательно удалялись слои с шагом 1–3 мкм, что позволило получить трехмерную КЛ-картину распределения дислокаций. После такой обработки поверхность получалась зеркально-гладкой и исследования методом дифракции обратно отраженных электронов (EBSD) подтвердили отсутствие приповерхностного нарушенного слоя.

Исследования дислокационной структуры проводились в сканирующих электронных микроскопах (СЭМ) МРЦ „Нанотехнологии“ Научного парка СПбГУ методами КЛ и EBSD, последний из которых использовался для определения ориентации направлений обнаруженных контрастов КЛ.

На рис. 1 показаны панхроматические карты КЛ вблизи отпечатков индентора на ростовой базисной поверхности образцов нитридов алюминия и галлия, сделанные при нагрузках 3 и 1 Н соответственно. Как видно из рис. 1, *a*, в AlN дислокации проявляются как темные строго прямолинейные контрасты, образующие вокруг места укола узор типа „звезды Давида“.

Спектр КЛ AlN как в недеформированной части образца, так и вблизи отпечатка индентора состоял из

широкой полосы с максимумом $\sim 500 \text{ нм}$. Дополнительные люминесцентные спектральные полосы в исследованном спектральном диапазоне от 200 до 800 нм вблизи дислокаций обнаружено не было. Таким образом, наблюдение темных контрастов от дислокаций соответствует уменьшению интенсивности, характерной для исследованного образца полосы люминесценции, и повышенной безызлучательной рекомбинации избыточных носителей заряда.

Из сопоставления КЛ-изображений рис. 1, *a* и *b* и данных по кристаллографической ориентации можно выделить следующие различия в дислокационной структуре индентированного AlN по сравнению с GaN.

В индентированном GaN отчетливо прослеживаются две системы скольжения. Первая представлена прямолинейными контрастами, распространяющимися от отпечатка индентора в шести радиальных направлениях типа $\langle 1\bar{2}10 \rangle$, большая часть из которых имеет светлый контраст, источником которого является собственная люминесценция винтовых дислокаций, подробно изученная ранее в работе [11], где также было продемонстрировано, что прямолинейные люминесцирующие контрасты часто завершаются темными точечными контрастами (несколько из которых выделены прямоугольником на рис. 1, *b*).

Сочетание точечных и линейных контрастов является следствием образования и скольжения дислокационных петель в призматических плоскостях скольжения типа $\{10\bar{1}0\}$, где темные точечные контрасты есть выходы краевых дислокаций, вытянутых вдоль гексагональной оси *C* кристаллов со структурой вюрцита. Такое распределение дислокаций вблизи отпечатка индентора на плоскости (0001) совпадает с неоднократно наблюдае-

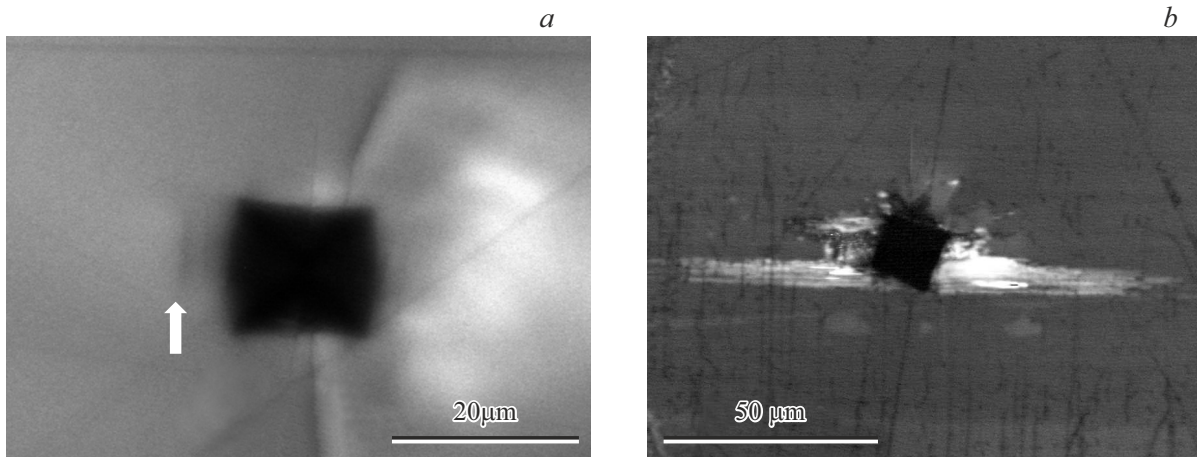


Рис. 2. Панхроматические карты распределения интенсивности КЛ вблизи места укола индентора m -плоскости AlN (а) и GaN (b). Вертикальное направление рисунков [0001].

мым ранее в работах [4,12] и объяснимо предложенной в них моделью.

Второй тип контрастов в GaN — это криволинейные дислокации, очевидно, формирующие полупетли в базисных плоскостях, одна из которых помечена стрелкой внизу рис. 1, b. Они состоят из отрезков, вытянутых преимущественно как вдоль, так и поперек радиального направления распространения петель. Некоторые из продольных компонент исходят из места отпечатка индентора и соответствуют преимущественно винтовым дислокациям. Более удаленные от центра полупетли на рис. 1, b не связаны видимыми контрастами с индентором, что вызвано либо более глубоким залеганием продольных компонент, либо выходом преимущественно винтовых их участков на поверхность.

Линейчатые контрасты в AlN, видимые на рис. 1, a, не соответствуют ни одному из характерных для GaN. Темные точечные контрасты отсутствовали при всех примененных нагрузках на индентор, и вид карты КЛ с редкими линейными контрастами сохранялся подобным приведенному на рис. 1, a и после последовательного снятия поверхностного слоя вплоть до глубины отпечатка индентора. Более того, по данным EBSD, темные линии на рис. 1, a оказывается вытянуты по $\langle 10\bar{1}0 \rangle$, которые могут лежать либо в базисных, либо в призматических плоскостях $\{1\bar{2}10\}$. Если их отнести к дислокациям в базисной плоскости с вектором Бюргера $b = 1/3 [1\bar{2}10]$, то гипотетически это могут быть 30- или 90-градусные [13], хотя об их наблюдении ранее, насколько нам известно, не сообщалось. Вместе с тем оказалось, что большинство таких строго линейных контрастов сохраняются и не изменяют своего положения и после каждого из шагов последовательного семикратного удаления поверхностного слоя по 1 мкм. Этот результат показывает, что происхождение этих контрастов связано с двумерными дефектами в плоскостях $\{1\bar{2}10\}$.

Вывод о существенном качественном различии дефектной структуры между GaN и AlN подтверждается и данными по индентированию призматической m -поверхности ($10\bar{1}0$), представленными на рис. 2, a и b. На КЛ-картах вблизи укола индентора в GaN видна двулучевая розетка, каждый из лучей которой состоит из длинной и короткой компонент, распространяющихся от краев отпечатка, т.е. в областях с максимальными латеральными сдвиговыми напряжениями. Такой вид розетки хорошо известен для многих полупроводников со структурой вюрцита, который отражает различие в подвижности дислокаций с различным атомным ядром [14].

Как видно из КЛ-карты рис. 2, a, в AlN подобная дислокационная розетка не образуется вовсе. Вместо этого наблюдаются только отрезки темных линейчатых контрастов, вытянутых в направлении гексагональной оси C , длина которых совпадает с размером отпечатка. Этот факт свидетельствует о том, что скольжения дислокаций в базисной плоскости не происходит, а индуцированные приложенной нагрузкой протяженные дефекты распространяются вглубь образца, что находится в соответствии с данными, полученными на индентированной базисной поверхности.

Таким образом, экспериментально установлено, что дефектная структура, возникающая при индентировании AlN, качественно отличается от характеризуемой минимальным для данного типа решетки вектором Бюргера, который использовался для интерпретации дефектной структуры в наноиндентированном AlN в работе [8]. Несмотря на то что детальная кристаллография дефектов, ответственных за обнаруженные контрасты, остается пока не установленной, можно предположить, что ими являются дефекты упаковки в призматических плоскостях $\{1\bar{2}10\}$, которые, согласно анализу Осипьяна и Смирновой (см. работу [15]), могут быть ограничены подвижными дислокациями Шокли с векторами

Бюргерса $1/2 \langle 1\bar{1}01 \rangle$ вдоль оси C и $1/6 \langle 02\bar{2}3 \rangle$ вдоль направлений $\langle 10\bar{1}0 \rangle$.

Объяснением такой структурной особенности протяженных дефектов в AlN может быть то, что при близких значениях параметров, входящих в выражение модели Пайерлса (модуль сдвига и параметры решетки, см. работу [16]), в AlN энергия межплоскостного взаимодействия [17], как и энергия образования дефекта упаковки, в базисной плоскости ($\sim 120 \text{ мэВ/Å}^2$) [18,19] в 4–5 раз больше, чем в GaN, в то время как для призматических дефектов упаковки, согласно расчетам (см. работу [20]), для обоих соединений они близки (79 и 72 мэВ/Å² соответственно) и тем самым они являются для AlN энергетически предпочтительными.

Неприменимость модели Пайерлса для AlN приводит к выводу о необходимости разработки новой теории для описания динамики дислокаций в AlN или, как уже отмечалось авторами работы [9], проведения сложных расчетов методом молекулярной динамики.

Благодарности

Экспериментальные результаты получены с использованием оборудования Междисциплинарного ресурсного центра по направлению „Нанотехнологии“ Научного парка СПбГУ.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] R. Yu, G. Liu, G. Wang, C. Chen, M. Xu, H. Zhou, T. Wang, J. Yu, G. Zhao, L. Zhang. *J. Mater. Chem. C*, **9**, 1852 (2021).
- [2] H. Amano, R. Collazo, C. De Santi, S. Einfeldt, M. Funato, J. Glaab, S. Hagedorn, A. Hirano, H. Hirayama, R. Ishii, Y. Kashima, Y. Kawakami, R. Kirste, M. Kneissl, R. Marti et al. *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **53** (50), 503001 (2020).
- [3] O. Vyvenko, A. Bondarenko. *Crystal Lattice Defects as Natural Light Emitting Nanostructures in Semiconductors*, in *Progress in Photon Science: Recent Advances*, ed. by K. Yamanouchi, S. Tunik, and V. Makarov (Springer International Publishing, Cham, 2019) p. 405.
- [4] P. Kavouras, I. Ratschinski, G.P. Dimitrakopoulos, H.S. Leipner, Ph. Komninou, G. Leibiger, F. Habel. *Mater. Sci. Technol.*, **34**, 1531 (2018).
- [5] P. Delavignette, H.B. Kirkpatrick, S. Amelinckx. *J. Appl. Phys.*, **32**, 1098 (1961).
- [6] M. Azzaz, J.P. Michel, V. Feregotto, A. George. *Mater. Sci. Eng. B*, **71**, 30 (2000).
- [7] I. Yonenaga, T. Shima, M.H.F. Sluiter. *Jpn. J. Appl. Phys.*, **41**, 4620 (2002).
- [8] Y. Tokumoto, K. Kutsukake, Y. Ohno, I. Yonenaga. *J. Appl. Phys.*, **112**, 093526 (2012).
- [9] J. Chen, K. Chen, X. Su, M. Niu, Q. Wang, K. Xu. *Thin Sol. Films*, **791**, 140240 (2024).
- [10] Е.Н. Мохов, А.А. Вольфсон, О.П. Казарова. *ФТТ*, **61**, 2298 (2019).
- [11] O. Medvedev, O. Vyvenko, E. Ubyivovk, S. Shapenkov, A. Bondarenko, P. Saring, M. Seibt. *J. Appl. Phys.*, **123**, 161427 (2018).
- [12] I. Ratschinski, H.S. Leipner, F. Heyroth, W. Fränzel, R. Hammer, M. Jurisch. *Phys. Status Solidi C*, **8**, 1325 (2011).
- [13] Yu.A. Osipyan, I.S. Smirnova. *Phys. Status Solidi B*, **30**, 19 (1968).
- [14] *Электронные свойства дислокаций в полупроводниках*, под ред. Ю.А. Осипьяна (М., Эдиториал УРСС, 2000).
- [15] Yu.A. Osipyan, I.S. Smirnova. *J. Phys. Chem. Solids*, **32**, 1521 (1971).
- [16] Д. Хирт, И. Лоте. *Теория дислокаций* (М., Атомиздат, 1972).
- [17] A.F. Wright. *J. Appl. Phys.*, **82**, 5259 (1997).
- [18] K. Suzuki, M. Ichihara, S. Takeuchi. *Jpn. J. Appl. Phys.*, **33**, 1114 (1994).
- [19] C. Stampfl, C.G. Van de Walle. *Phys. Rev. B*, **57**, R15052 (1998).
- [20] J.E. Northrup. *Appl. Phys. Lett.*, **86** (2005).

Редактор А.Н. Смирнов

Dislocation structure of bulk AlN crystals under indentation

O.F. Vyvenko¹, O.A. Gogina^{1,2}, Yu.V. Petrov^{1,2}, E.V. Ubyivovk^{1,2}, T.S. Argunova², S.S. Nagalyuk²

¹ St. Petersburg State University, 198504 St. Petersburg, Russia

² Ioffe Institute, 194021 St. Petersburg, Russia

Abstract The results of cathodoluminescence studies of the defect structure created by indentation of the basic and prismatic surfaces of low-dislocation bulk crystals of aluminium nitride and gallium nitride are presented. It is found for the first time that the dislocation structure in the near-surface region at the indenter imprint in AlN is qualitatively different from that well known for other semiconductors with the wurtzite structure which is well explained by the Peierls model. It is concluded that this model is inapplicable for the characterisation of dislocations in AlN and that it is necessary to construct new theoretical approaches for this purpose.