

Министерство науки и высшего образования  
Российской Федерации  
Федеральное государственное  
бюджетное образовательное учреждение  
высшего образования  
«Тверской государственный университет»

**ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ  
ИЗУЧЕНИЯ КЛАСТЕРОВ,  
НАНОСТРУКТУР  
И НАНОМАТЕРИАЛОВ**

**PHYSICAL AND CHEMICAL ASPECTS  
OF THE STUDY OF CLUSTERS,  
NANOSTRUCTURES AND  
NANOMATERIALS**

**FIZIKO-HIMIČESKIE ASPEKTY  
IZUČENIÂ KLASTEROV,  
NANOSTRUKTUR I NANOMATERIALOV**

**выпуск 12**

**ТВЕРЬ 2020**

УДК 620.22:544+621.3.049.77+539.216.2:537.311.322: 530.145

ББК Ж36:Г5+В379

Ф50

Рецензирование статей осуществляется на основании Положения о рецензировании статей и материалов для опубликования в журнале «Физико-химические аспекты изучения кластеров, наноструктур и наноматериалов».

**Официальный сайт издания в сети Интернет:**

**<https://www.physchemaspects.ru>**

**Ф50** Физико-химические аспекты изучения кластеров, наноструктур и наноматериалов [Текст]. – Тверь: Твер. гос. ун-т, 2020. – Вып. 12. – 908 с.

Зарегистрирован Федеральной службой по надзору в сфере связи, информационных технологий и массовых коммуникаций, свидетельство о регистрации СМИ ПИ № ФС77-47789 от 13.12.2011.

Издание составлено из оригинальных статей, кратких сообщений и обзоров теоретического и экспериментального характера, отражающих результаты исследований в области изучения физико-химических процессов с участием кластеров, наноструктур и наноматериалов физики, включая межфазные явления и нанотермодинамику. Журнал предназначен для научных и инженерно-технических работников, преподавателей ВУЗов, студентов и аспирантов. Издание подготовлено на кафедре общей физики Тверского государственного университета.

*Переводное название: Physical and chemical aspects of the study of clusters, nanostructures and nanomaterials*

*Транслитерация названия: Fiziko-himičeskie aspekty izučeniâ klasterov, nanostruktur i nanomaterialov*

УДК 620.22:544+621.3.049.77+539.216.2:537.311.322: 530.145

ББК Ж36:Г5+В379

Print ISSN 2226-4442

Online ISSN 2658-4360

© Коллектив авторов, 2020

© Тверской государственный университет, 2020

## ВЛИЯНИЕ ТЕРМИЧЕСКОГО ОТЖИГА НА СТРУКТУРУ И ОПТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ТОНКИХ ПЛЕНОК НИТРИДА АЛЮМИНИЯ НА САПФИРЕ

О.В. Девицкий<sup>1,2</sup>, А.А. Кравцов<sup>1,2</sup>, А.С. Пашенко<sup>1</sup>, И.А. Сысоев<sup>2</sup>

<sup>1</sup>ФГБУН «Федеральный исследовательский центр Южный научный центр  
Российской академии наук»

344006, Ростов-на-Дону, пр. Чехова, 41

<sup>2</sup>ФГАОУ ВО «Северо-Кавказский федеральный университет»

355017, Ставрополь, ул. Пушкина, 1

v2517@rambler.ru

DOI: 10.26456/pcascnn/2020.12.591

**Аннотация.** Представлены результаты экспериментального исследования влияния термического отжига на структуру, морфологию поверхности и оптические свойства тонких пленок нитрида алюминия на сапфире. Тонкие пленки нитрида алюминия на сапфире толщиной 200 нм отжигались на воздухе и в атмосфере азота при остаточном давлении газов в вакуумной камере установки ионно-лучевого осаждения не менее 100 Па при температуре 850 °С. Установлено, что при термическом отжиге пленок нитрида алюминия на сапфире в атмосфере азота происходит уменьшение среднеквадратичной шероховатости пленок до 0,8 нм, увеличение коэффициента пропускания в диапазоне длин волн 300–1100 нм вплоть до 96 %, а также повышение стехиометрии пленок. Показано, что для пленок нитрида алюминия на сапфире, отожженных на воздухе, происходит окисление нитрида алюминия с образованием аморфного оксида алюминия при температуре 850 °С. Результаты энергодисперсионного анализа показали полное отсутствие азота на поверхности этих пленок. Снижение коэффициента пропускания во всем диапазоне длин волн для пленок  $AlN$ , отожженных на воздухе, делает их не пригодными для применения в оптоэлектронике. Морфология поверхности этих пленок представляет собой массив остrokонечных образований с максимальной высотой 190,7 нм и среднеарифметической шероховатостью поверхности 3,7 нм.

*Ключевые слова:* нитрид алюминия, ионно-лучевое осаждение, термический отжиг, наногетероструктуры, сапфир, оптические свойства, энергодисперсионный анализ.

### 1. Введение

Полумодифицированные подложки сапфира  $AlN / Al_2O_3$  являются наиболее перспективной основой для создания устройств СВЧ-электроники и высокоэффективных фотоэлектрических приборов. Нитрид алюминия  $AlN$  вызывает широкий интерес у исследователей из-за его уникальных свойств: большой ширины запрещенной зоны ~ 6,2 эВ [1], высокой теплопроводности, низкого коэффициента теплового расширения, высокой химической и термической стабильности, высокой диэлектрической прочности при пробое [2-4].

Основными методами получения высококачественных наноструктур  $AlN$  на сапфире являются импульсное лазерное напыление (ИЛН), атомно-

слоевое осаждение (АСО), молекулярно-лучевая эпитаксия (МЛЭ), ионно-лучевое осаждение (ИЛО) [5-8]. Каждый из этих методов имеет свои преимущества перед другими, однако особо следует отметить метод ИЛН как наиболее простой метод, обеспечивающий низкие температуры роста пленки  $AlN$ , точный контроль толщины пленки. Метод ИЛО также как и ИЛН является перспективным для получения  $AlN / Al_2O_3$ , что отмечается в работах [9-10].

Получение гетероэпитаксиальных наноструктур  $AlN$  на сапфировой подложке осложнено из-за рассогласования постоянных кристаллической решетки и коэффициентов линейного термического расширения сапфира и  $AlN$  [11-12], что приводит к повышению плотности дислокаций и дефектов структуры в этих наноструктурах, действующих как центры безызлучательной рекомбинации. Отжиг после получения  $AlN / Al_2O_3$  используется для устранения дефектов и улучшения качества гетероэпитаксиального слоя. Известно, что термический отжиг является эффективным способом улучшения кристаллического качества полупроводников [13]. Однако влияние термического отжига на нитриды изучено недостаточно полно. Отжиг пленок  $GaN$  в основном используется для гомогенизации колебаний состава азота и уменьшения количества дефектов, а также для активации легирующих примесей и оптимизации электрических свойств в имплантированных нитридах [14-15]. Отжиг пленок  $AlN$  применяется для улучшения кристаллического совершенства и восстановления стехиометрического состава пленки [16-17]. Температура отжига влияет на качество пленок  $AlN$ , например, в работе [18] было показано, что высокотемпературный отжиг при температуре  $1680^\circ C$  частично нарушает слой  $AlN$  из-за образования поликристаллического  $AlON$  на границе раздела  $AlN - Al_2O_3$ . К тому же при этом на поверхности  $AlN$  образуется ориентированный слой  $AlON$  (111), который препятствует дальнейшему эпитаксиальному росту. Результаты рентгеновской дифракции, описанные авторами в работе [19], показывают, что тонкие пленки  $AlN$  на сапфире не изменяют стехиометрический состав при отжиге в атмосфере кислорода до температуры  $900^\circ C$ , в то время как при  $1000^\circ C$  слой  $AlN / Al_2O_3$  толщиной 100 нм полностью окисляется. При отжиге в атмосфере азота пленки  $AlN$  на сапфире стабильны вплоть до  $1000^\circ C$ .

Целью данной работы является исследование влияния термического отжига на структуру и оптические свойства тонких пленок нитрида алюминия, полученных методом ионно-лучевого осаждения на сапфировых подложках.

## **2. Методика исследований**

В качестве экспериментальных образцов использовались полученные в работе [20] тонкие пленки  $AlN$  на подвергнутых ионно-лучевой полировке сапфировых подложках [21]. В частности, использовались образцы, полученные методом ИЛО при объемной доле азота с азотно-аргоновой смеси  $c(N_2)$  70% и 90% при частичной ионизации ионного пучка. Отжиг пленок  $AlN$  на сапфире производился в атмосфере азота при остаточном давлении газа газов в вакуумной камере установки ионно-лучевого осаждения не менее  $10^2$  Па и в муфельной печи на воздухе. Температура термического отжига составляла  $850^\circ\text{C}$  при скорости нагрева  $7,5^\circ\text{C}/\text{мин.}$ , время отжига – 3 часа.

Энергодисперсионный анализ поверхности образцов проводился на растровом электронном микроскопе Jeol JSM-6010 LA.

Спектры пропускания образцов тонких пленок  $AlN$  исследованы при помощи спектрометра СФ-56 в диапазоне 250-1100 нм.

Атомно-силовая микроскопия (АСМ) поверхности тонких пленок были получены при помощи атомно-силового микроскопа Park System XE150 в бесконтактном режиме. Обработка изображений производилась на свободно распространяемом программном обеспечении Gwyddion [22]. Исследовалась морфология поверхности образцов после термического отжига. Обработка АСМ-изображений заключалась в вычитании поверхности второго порядка, определялась среднеарифметическая шероховатость поверхности  $R_a$ , а также диаметр и максимальная высота, и диаметр нанобъектов на поверхности.

## **3. Объект исследований**

На рис. 1 приведены зависимости коэффициента пропускания пленок, полученных до и после проведения термического отжига на воздухе при  $c(N_2)$  70% (см. рис. 1 а), при  $c(N_2)$  90% (см. рис. 1 в) и в атмосфере азота при  $c(N_2)$  70% (см. рис. 1 б), при  $c(N_2)$  90% (см. рис. 1 г). Из полученных спектров пропускания (см. рис. 1) видно, что после проведения термического отжига значения коэффициента пропускания увеличились во всем диапазоне длин волн только для образцов, отожженных в атмосфере азота. Для образцов, отожженных на воздухе (см. рис. 1 а и рис. 1 в) наблюдалось снижение значения коэффициента пропускания в интервале 400-1100 нм. Такое заметное снижение светопропускания, можно объяснить тем, что при проведении термического отжига при температуре  $850^\circ\text{C}$  на воздухе пленка нитрида алюминия была полностью окислена.

Энергодисперсионный анализ поверхности образцов пленок  $AlN$

после проведения термического отжига на воздухе показал, что для пленок отожженных на воздухе при  $c(N_2)$  70 % наблюдается полное отсутствие азота на поверхности ( $O$  – 51,45 %,  $Al$  – 48,55 %).

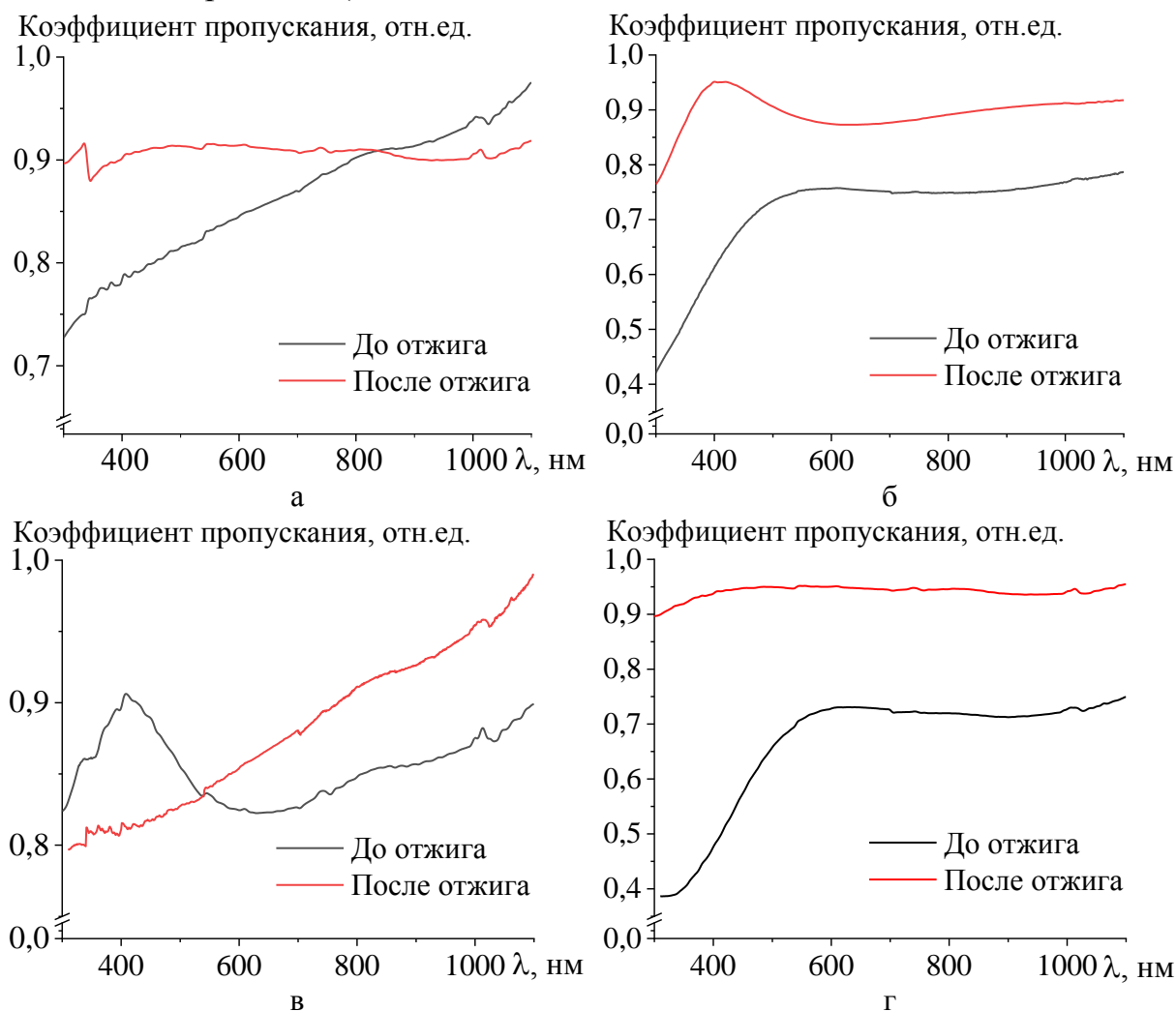


Рис. 1. Спектры пропускания образцов пленок  $AlN$  на сапфире до и после отжига: а – на воздухе при  $c(N_2)$  70 %, б – в атмосфере азота при  $c(N_2)$  70 %, в – на воздухе при  $c(N_2)$  90 %, г – в атмосфере азота при  $c(N_2)$  90 %.

В связи с этим фактом можно сделать вывод о том, что после отжига на поверхности образцов сформировалась аморфная пленка оксида алюминия. Элементный состав поверхности отожжённой на воздухе пленки при  $c(N_2)$  90 %  $AlN$  показал наличие малых долей азота ( $O$  – 49,83 %,  $Al$  – 45,39 %,  $N$  – 4,78 %), что также свидетельствует о отсутствии стехиометрического нитрида алюминия.

Для пленок полученных при  $c(N_2)$  70 % и  $c(N_2)$  90 % после отжига в атмосфере азота состав поверхности пленки был близок к стехиометрическому ( $O$  – 0,69 %,  $Al$  – 51,99 %,  $N$  – 47,32 %) и ( $Al$  – 50,54 %,  $N$  – 49,46 %).

$N$  – 49,46 %).

На рис. 2 представлены АСМ-изображение поверхности пленок  $AlN$  на сапфире на воздухе при  $c(N_2)$  70 % (см. рис. 2 а), при  $c(N_2)$  90 % (см. рис. 2 в) и в атмосфере азота при  $c(N_2)$  70 % (см. рис. 2 б), при  $c(N_2)$  90 % (см. рис. 2 г). На представленных изображениях хорошо видно, что поверхность пленок  $AlN$  развитая и на ней присутствуют остроконечные образования. Анализ результатов атомно-силовой микроскопии с использованием программного обеспечения NOVA NT-MDT позволил определить величину  $R_a$  поверхности пленок  $AlN$  после отжига, а также максимальную высоту остроконечных образований. Наименьшие величины этих показателей имеет пленка  $c(N_2)$  90 %, отожженная в атмосфере азота (см. рис. 2 б). Максимальная высота остроконечных образований на её поверхности не превышает 7 нм при  $R_a$  равном 0,8 нм (до отжига  $R_a$  составляла 1 нм). Для пленки  $AlN$   $c(N_2)$  90 %, отожженной на воздухе  $R_a \sim 3,7$  при максимальной высоте остроконечных образований 190,7 нм, что значительно выше, чем было до термического отжига.

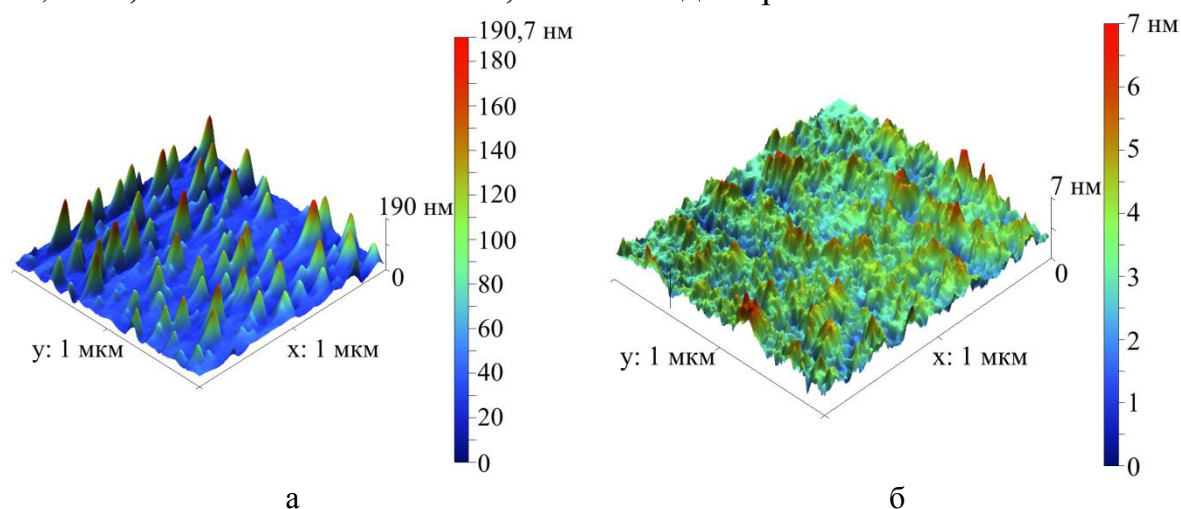


Рис. 2. АСМ-изображение поверхности, отожженных пленок при температуре 850 °С  $AlN$  на сапфире, полученных при  $c(N_2)$  90 % на воздухе (а) и в атмосфере азота (б).

Это факт позволяет говорить о том, что после термического отжига пленок  $AlN$  в атмосфере наблюдается снижение величины  $R_a$  поверхности пленок на 0,2 нм. Для пленок, отожженных на воздухе, наоборот, величина  $R_a$  увеличивается на 2,7 нм.

## 5. Заключение

Проведенные экспериментальные исследования показали, что при термическом отжиге пленок нитрида алюминия на сапфире происходит их полное окисление с образованием аморфного оксида алюминия при

температуре 850 °С. Результаты энергодисперсионного анализа показали полное отсутствие азота на поверхности этих пленок. Снижение коэффициента пропускания во всем диапазоне длин волн для пленок  $AlN$ , отожженных на воздухе, делает их не пригодными для применения в оптоэлектронике. Морфология поверхности этих пленок представляет собой массив остrokонечных образований с максимальной высотой 190,7 нм и среднеарифметической шероховатостью поверхности 3,7 нм.

При термическом отжиге пленок нитрида алюминия на сапфире в атмосфере азота наблюдалось повышение стехиометрии пленок, полученных при  $c(N_2)$  как 70 %, так и 90 %. Также было установлено, что величина коэффициента пропускания пленок  $AlN$  после отжига в атмосфере азота увеличивается во всем диапазоне длин волн, максимальное значение коэффициента пропускания для отожженных пленок составляет 95 %.

*Публикация подготовлена в рамках государственного задания Федерального исследовательского центра Южного научного центра РАН на 2020 год (номер государственной регистрации АААА-А19-119040390081-2).*

### **Библиографический список:**

1. **Miyake, H.** Preparation of high-quality  $AlN$  on sapphire by high-temperature face-to-face annealing / H. Miyake, C.H. Lin, K. Tokoro, K. Hiramatsu // *Journal of Crystal Growth*. – 2016. – V. 456. – P. 155-159. DOI: 10.1016/j.jcrysgro.2016.08.028.
2. **Ghosh, P.K.** High temperature capacitors using  $AlN$  grown by MBE as the dielectric/ P.K. Ghosh, M. Sarollahi, C. Li, et al. // *Journal of Vacuum Science & Technology B*. – 2018. – V. 36. – I. 4. – P. 041202-1041202-6. DOI: 10.1116/1.5033931.
3. **Polyakov, A.Y.** Structural and electric properties of  $AlN$  substrates used for LED Heterostructures' growth / A.Y. Polyakov, N.B. Smirnov, A.V. Govorkov, et al. // *Russian Microelectronics*. – 2010. – V. 40. – I. 8. – P. 629-633. DOI: 10.1134/S1063739711080178.
4. **Kim, J.W.** Critical thickness of  $AlN$  thin film grown on  $Al_2O_3(0001)$  / J. W. Kim, Y.H. Hwang, J.H. Cho, H.K. Kim // *Japanese Journal of Applied Physics*. – 2001. – V. 40. – Part 1. – № 7. – P. 4677-4679. DOI:10.1143/jjap.40.4677.
5. **Hagedorn, S.**  $AlN$  and  $AlN/Al_2O_3$  seed layers from atomic layer deposition for epitaxial growth of  $AlN$  on sapphire / S. Hagedorn, A. Knauer, M. Weyers, F. Naumann, H. Gargouri // *Journal of Vacuum Science & Technology*. – 2019. – V. 37. – I. 2. – P. 020914-1-020914-8. DOI: 10.1116/1.5079473.
6. **Liu, B.** Preparation and rapid thermal annealing of  $AlN$  thin films grown by molecular beam epitaxy / B. Liu, J. Gao, K.M. Wu, C. Liu // *Solid State Communications*. – 2009. – V. 149. – I. 17-18. – P. 715-717. DOI: 10.1016/j.ssc.2009.02.008.
7. **Hajakbari, F.** Optical properties of amorphous  $AlN$  thin films on glass and silicon substrates grown by single ion beam sputtering / F. Hajakbari, M.M. Larijani, M. Ghoranneviss, M. Aslaninejad, A. Hojabri // *Japanese Journal of Applied Physics*. – 2010. – V. 49. – № 9R. – P. 095802-1-095802-6. DOI: 10.1143/JJAP.49.095802.



8. **Kolaklieva, L.** Pulsed laser deposition of aluminum nitride films: correlation between mechanical, optical, and structural properties / L. Kolaklieva, V. Chitanov, A. Szekeres, et al. // *Coatings*. – 2019. – V. 9. – I. 3. – Art. № 195. – 16 p. DOI: 10.3390/coatings9030195.
9. **Afonso, C.N.** Pulsed laser deposition of thin films for optical applications / C.N. Afonso, J. Gonzalo // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*. – 1996. – V. 116. – I. 1-4. – P. 404-409. DOI: 10.1016/0168-583X(96)00078-X.
10. **Dhunna, R.** Structural and optical properties of *AlN/Si* system / R. Dhunna, C. Lal, V. Sisodia, et al. // *Materials Science in Semiconductor Processing*. – 2008. – V. 11. – I. 4. – P. 126-130. DOI: 10.1016/j.mssp.2009.05.003.
11. **Szekeres, A.** Structural characterization of *AlN* films synthesized by pulsed laser deposition / A. Szekeres, Z. Fogarassy, P. Petrik, et al. // *Applied Surface Science*. – 2011. – V. 257. – I. 12. – P. 5370-5374. DOI: 10.1016/j.apsusc.2010.10.043.
12. **Shimahara, Y.** Fabrication of deep-ultraviolet-light-source tube using *Si*-doped *AlGaIn* / Y. Shimahara, H. Miyake, K. Hiramatsu, et al. // *Applied Physics Express*. – 2011. – V. 4. – № 4. – P. 042103-1-042103-2. DOI: 10.1143/APEX.4.042103.
13. **Nizhankovskiy, S.V.** Thermochemical nitridation of sapphire substrates of different crystallographic orientations / S.V. Nizhankovskiy, A.A. Krukhmalev, H.Sh.-ogly Kaltaev, et al. // *Physics of the Solid State*. – 2012. – V. 54. – I. 9. – P. 1896-1902. DOI: 10.1134/S1063783412090211.
14. **Fukuyama, H.** Impact of high-temperature annealing of *AlN* layer on sapphire and its thermodynamic principle / H. Fukuyama, H. Miyake, G. Nishio, S. Suzuki, K. Hiramatsu // *Japanese Journal of Applied Physics*. – 2016. – V. 55. – № 5S. – P. 05FL02-1-05FL02-5. DOI: 10.7567/jjap.55.05fl02.
15. **Huang, C.Y.** High-quality and highly-transparent *AlN* template on annealed sputter-deposited *AlN* buffer layer for deep ultra-violet light-emitting diodes / C.Y. Huang, P.Y. Wu, K.S. Chang, et al. // *AIP Advances*. – 2017. – V. 7. – I. 5. – P. 055110-1-055110-6. DOI: 10.1063/1.4983708.
16. **Miyake, H.** Preparation of high-quality *AlN* on sapphire by high-temperature face-to-face annealing / H. Miyake, C.H. Lin, K. Tokoro, K. Hiramatsu // *Journal of Crystal Growth*. – 2016. – V. 456. – P. 155-159. DOI: 10.1016/j.jcrysgro.2016.08.028.
17. **Miyake, H.** Annealing of an *AlN* buffer layer in  $N_2-CO$  for growth of a high-quality *AlN* film on sapphire / H. Miyake, G. Nishio, S. Suzuki, K. Hiramatsu, H. Fukuyama, J. Kaur, N. Kuwano // *Applied Physics Express*. – 2016. – V. 9. – № 2. – P. 025501-1-025501-4. DOI: 10.7567/APEX.9.025501.
18. **Hagedorn, S.** Stabilization of sputtered *AlN*/sapphire templates during high temperature annealing / S. Hagedorn, S. Walde, A. Mogilatenko, et al. // *Journal of Crystal Growth*. – 2019. – V. 512. – P. 142-146. DOI: 10.1016/j.jcrysgro.2019.02.024.
19. **Gillinger, M.** Impact of annealing temperature on the mechanical and electrical properties of sputtered aluminum nitride thin films/ M. Gillinger, M. Schneider, A. Bittner, P. Nicolay, U. Schmid // *Journal of Applied Physics*. – 2015. – V. 117. – I. 6. – P. 065303-1-065303-5. DOI: 10.1063/1.4907208.
20. **Девецкий, О.В.** Морфология и оптические свойства пленок *AlN* на сапфире / О.В. Девецкий, Д.А. Никулин, И.А. Сысоев, В.Б. Осипян // *Научно-технический вестник информационных технологий, механики и оптики*. – 2019. – Т. 19. – № 6. – С. 1049-1057. DOI: 10.17586/2226-1494-2019-19-6-1049-1057.
21. **Девецкий, О.В.** Исследование изменения морфологии поверхности лейкосапфира

пучком ионов аргона под малым углом падения к поверхности / О.В. Девицкий, О.Г. Дмитриева, Д.А. Никулин, И.В. Касьянов, И.А. Сысоев // Научно-технический вестник информационных технологий, механики и оптики. – 2019. – Т. 19. – № 5. – С. 848-854. DOI: 10.17586/2226-1494-2019-19-5-848-854.

#### References:

1. **Miyake, H.** Preparation of high-quality *AlN* on sapphire by high-temperature face-to-face annealing / H. Miyake, C.H. Lin, K. Tokoro, K. Hiramatsu // Journal of Crystal Growth. – 2016. – V. 456. – P. 155-159. DOI: 10.1016/j.jcrysgro.2016.08.028.
2. **Ghosh, P.K.** High temperature capacitors using *AlN* grown by MBE as the dielectric/ P.K. Ghosh, M. Sarollahi, C. Li, et al. // Journal of Vacuum Science & Technology B. – 2018. – V. 36. – I. 4. – P. 041202-1041202-6. DOI: 10.1116/1.5033931.
3. **Polyakov, A.Y.** Structural and electric properties of *AlN* substrates used for LED Heterostructures' growth / A.Y. Polyakov, N.B. Smirnov, A.V. Govorkov, et al. // Russian Microelectronics. – 2010. – V. 40. – I. 8. – P. 629-633. DOI: 10.1134/S1063739711080178.
4. **Kim, J.W.** Critical thickness of *AlN* thin film grown on  $Al_2O_3(0001)$  / J. W. Kim, Y.H. Hwang, J.H. Cho, H.K. Kim // Japanese Journal of Applied Physics. – 2001. – V. 40. – Part 1. – № 7. – P. 4677-4679. DOI:10.1143/jjap.40.4677.
5. **Hagedorn, S.** *AlN* and *AlN/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>* seed layers from atomic layer deposition for epitaxial growth of *AlN* on sapphire / S. Hagedorn, A. Knauer, M. Weyers, F. Naumann, H. Gargouri // Journal of Vacuum Science & Technology. – 2019. – V. 37. – I. 2. – P. 020914-1-020914-8. DOI: 10.1116/1.5079473.
6. **Liu, B.** Preparation and rapid thermal annealing of *AlN* thin films grown by molecular beam epitaxy / B. Liu, J. Gao, K.M. Wu, C. Liu // Solid State Communications. – 2009. – V. 149. – I. 17-18. – P. 715-717. DOI: 10.1016/j.ssc.2009.02.008.
7. **Hajakbari, F.** Optical properties of amorphous *AlN* thin films on glass and silicon substrates grown by single ion beam sputtering / F. Hajakbari, M.M. Larijani, M. Ghoranneviss, M. Aslaninejad, A. Hojabri // Japanese Journal of Applied Physics. – 2010. – V. 49. – № 9R. – P. 095802-1-095802-6. DOI: 10.1143/JJAP.49.095802.
8. **Kolaklieva, L.** Pulsed laser deposition of aluminum nitride films: correlation between mechanical, optical, and structural properties / L. Kolaklieva, V. Chitanov, A. Szekeres, et al. // Coatings. – 2019. – V. 9. – I. 3. – Art. № 195. – 16 p. DOI: 10.3390/coatings9030195.
9. **Afonso, C.N.** Pulsed laser deposition of thin films for optical applications / C.N. Afonso, J. Gonzalo // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms. – 1996. – V. 116. – I. 1-4. – P. 404-409. DOI: 10.1016/0168-583X(96)00078-X.
10. **Dhunna, R.** Structural and optical properties of *AlN/Si* system / R. Dhunna, C. Lal, V. Sisodia, et al. // Materials Science in Semiconductor Processing. – 2008. – V. 11. – I. 4. – P. 126-130. DOI: 10.1016/j.mssp.2009.05.003.
11. **Szekeres, A.** Structural characterization of *AlN* films synthesized by pulsed laser deposition / A. Szekeres, Z. Fogarassy, P. Petrik, et al. // Applied Surface Science. – 2011. – V. 257. – I. 12. – P. 5370-5374. DOI: 10.1016/j.apsusc.2010.10.043.
12. **Shimahara, Y.** Fabrication of deep-ultraviolet-light-source tube using *Si*-doped *AlGaIn* / Y. Shimahara, H. Miyake, K. Hiramatsu, et al. // Applied Physics Express. – 2011. – V. 4. – № 4. – P. 042103-1-042103-2. DOI: 10.1143/APEX.4.042103.
13. **Nizhankovskiy, S.V.** Thermochemical nitridation of sapphire substrates of different

crystallographic orientations / S.V. Nizhankovskiy, A.A. Krukhmalev, H.Sh.-ogly Kaltaev, et al. // *Physics of the Solid State*. – 2012. – V. 54. – I. 9. – P. 1896-1902. DOI: 10.1134/S1063783412090211.

14. **Fukuyama, H.** Impact of high-temperature annealing of *AlN* layer on sapphire and its thermodynamic principle / H. Fukuyama, H. Miyake, G. Nishio, S. Suzuki, K. Hiramatsu // *Japanese Journal of Applied Physics*. – 2016. – V. 55. – № 5S. – P. 05FL02-1-05FL02-5. DOI: 10.7567/jjap.55.05fl02.

15. **Huang, C.Y.** High-quality and highly-transparent *AlN* template on annealed sputter-deposited *AlN* buffer layer for deep ultra-violet light-emitting diodes / C.Y. Huang, P.Y. Wu, K.S. Chang, et al. // *AIP Advances*. – 2017. – V. 7. – I. 5. – P. 055110-1-055110-6. DOI: 10.1063/1.4983708.

16. **Miyake, H.** Preparation of high-quality *AlN* on sapphire by high-temperature face-to-face annealing / H. Miyake, C.H. Lin, K. Tokoro, K. Hiramatsu // *Journal of Crystal Growth*. – 2016. – V. 456. – P. 155-159. DOI: 10.1016/j.jcrysgro.2016.08.028.

17. **Miyake, H.** Annealing of an *AlN* buffer layer in  $N_2-CO$  for growth of a high-quality *AlN* film on sapphire / H. Miyake, G. Nishio, S. Suzuki, K. Hiramatsu, H. Fukuyama, J. Kaur, N. Kuwano // *Applied Physics Express*. – 2016. – V. 9. – № 2. – P. 025501-1-025501-4. DOI: 10.7567/APEX.9.025501.

18. **Hagedorn, S.** Stabilization of sputtered *AlN*/sapphire templates during high temperature annealing / S. Hagedorn, S. Walde, A. Mogilatenko, et al. // *Journal of Crystal Growth*. – 2019. – V. 512. – P. 142-146. DOI: 10.1016/j.jcrysgro.2019.02.024.

19. **Gillinger, M.** Impact of annealing temperature on the mechanical and electrical properties of sputtered aluminum nitride thin films/ M. Gillinger, M. Schneider, A. Bittner, P. Nicolay, U. Schmid // *Journal of Applied Physics*. – 2015. – V. 117. – I. 6. – P. 065303-1-065303-5. DOI: 10.1063/1.4907208.

20. **Devitsky, O.V.** Issledovanie izmeneniya morfologii poverkhnosti leikosapfira puchkom ionov argona pod malym uglom padeniya k poverkhnosti [Morphology and optical properties of *AlN* films on sapphire] O.V. Devitsky, D.A. Nikulin, I.A. Sysoev, V.B. Osipyany // *Nauchno-tekhnicheskii vestnik informatsionnykh tekhnologii, mekhaniki i optiki*. – 2019. – V. 19. – № 6. – P. 1049-1057. DOI: 10.17586/2226-1494-2019-19-6-1049-1057. (In Russian).

21. **Devitsky, O.V.** Issledovanie izmeneniya morfologii poverkhnosti leikosapfira puchkom ionov argona pod malym uglom padeniya k poverkhnosti [Study of leukosapphire surface morphology change by argon ion beam at small grazing angle] / O.V. Devitsky, O.G. Dmitrieva, D.A. Nikulin, I.V. Kasyanov, I.A. Sysoev // *Nauchno-tekhnicheskii vestnik informatsionnykh tekhnologii, mekhaniki i optiki*. – 2019. – V. 19. – № 5. – P. 848-854. DOI: 10.17586/2226-1494-2019-19-5-848-854. (In Russian).

*Original paper*

**INFLUENCE OF THERMAL ANNEALING ON THE STRUCTURE AND OPTICAL  
PROPERTIES OF THIN ALUMINUM NITRIDE FILMS ON SAPPHIRE**

O.V. Devitsky<sup>1,2</sup>, A.A. Kravtsov<sup>1,2</sup>, A.S. Pashchenko<sup>1</sup>, I.A. Sysoev<sup>2</sup>

<sup>1</sup>*Federal Research Centre The Southern Scientific Centre of The Russian Academy of Sciences,  
Rostov-on-Don, Russia*

<sup>2</sup>*North Caucasus Federal University, Stavropol, Russia*

DOI: 10.26456/pcascnn/2020.12.591

**Abstract:** The results of an experimental study of the effect of thermal annealing on the structure, surface morphology and optical properties of thin films of aluminum nitride on sapphire are presented.

Thin films of aluminum nitride on sapphire with a thickness of 200 nm were annealed in air and in a nitrogen atmosphere at a residual gas pressure in the vacuum chamber of the ion-beam deposition unit of no less than 100 Pa at a temperature of 850 °C. It was found that thermal annealing of aluminum nitride films on sapphire in a nitrogen atmosphere leads to a decrease in the root mean square roughness of the films to 0,8 nm, an increase in the transmittance in the wavelength range of 300-1100 nm up to 96 %, and an increase in the stoichiometry of the films. It is shown that for aluminum nitride films annealed in air on sapphire, aluminum nitride is oxidized to form amorphous aluminum oxide at a temperature of 850 °C. The results of energy dispersive analysis showed the complete absence of nitrogen on the surface of these films. A decrease in the transmittance over the entire wavelength range for films  $AlN$  annealed in air makes them unsuitable for use in optoelectronics. The surface morphology of these films is an array of pointed formations with a maximum height 190,7 nm and an arithmetic mean surface roughness 3,7 nm.

*Keywords: aluminum nitride, ion-beam deposition, thermal annealing, nanoheterostructures, sapphire, optical properties, energy dispersive analysis.*

*Девцкий Олег Васильевич – к.т.н., старший научный сотрудник лаборатории физики и технологии полупроводниковых наногетероструктур для СВЧ-электроники и фотоники ФГБУН «Федеральный исследовательский центр Южный научный центр Российской академии наук»; старший научный сотрудник научно-образовательного центра фотовольтаики и нанотехнологии ФГАОУ ВО «Северо-Кавказский федеральный университет»*

*Кравцов Александр Александрович – к.т.н., старший научный сотрудник лаборатории физики и технологии полупроводниковых наногетероструктур для СВЧ-электроники и фотоники ФГБУН «Федеральный исследовательский центр Южный научный центр Российской академии наук»; научный сотрудник научно-образовательного центра фотовольтаики и нанотехнологии ФГАОУ ВО «Северо-Кавказский федеральный университет»*

*Пащенко Александр Сергеевич – к.ф.-м.н., ведущий научный сотрудник лаборатории физики и технологии полупроводниковых наногетероструктур для СВЧ-электроники и фотоники ФГБУН «Федеральный исследовательский центр Южный научный центр Российской академии наук»;*

*Сысоев Игорь Александрович – д.т.н., доцент, директор научно-образовательного центра фотовольтаики и нанотехнологии ФГАОУ ВО «Северо-Кавказский федеральный университет»*

*Oleg V. Devitskiy – Ph. D., Senior Researcher, Laboratory of Physics and Technology of Semiconductor Nanoheterostructures for Microwave Electronics and Photonics, Federal Research Center Southern Scientific Center of the Russian Academy of Sciences, Senior Researcher, Scientific and Educational Center for Photovoltaics and Nanotechnology North Caucasus Federal University*

*Aleksandr A. Kravtsov – Ph. D., Senior Researcher, Laboratory of Physics and Technology of Semiconductor Nanoheterostructures for Microwave Electronics and Photonics, Federal Research Center Southern Scientific Center of the Russian Academy of Sciences; Researcher, Scientific and Educational Center for Photovoltaics and Nanotechnology North Caucasus Federal University*

*Alexander S. Pashchenko – Ph. D. in Physics and Mathematics, Leading Researcher of the Laboratory of Physics and Technology of Semiconductor Nanoheterostructures for Microwave Electronics and Photonics, Federal Research Center Southern Scientific Center of the Russian Academy of Sciences;*

*Sysoev Igor Aleksandrovich – Dr. Sc., Docent, Director of the Scientific and Educational Center for Photovoltaics and Nanotechnology North Caucasus Federal University*

Поступила в редакцию/received: 15.09.2020; после рецензирования/ revised: 16.10.2020; принята/accepted 18.10.2020.