

УДК 539.23
EDN: PGSILN

PACS: 81.15.Gh

Разработка и исследование конструкции реактора металлоорганической газофазной эпитаксии нитридов III группы© И. А. Сысоев^{1*}, И. О. Гордиевич¹, И. В. Касьянов^{1,2}, А. В. Шипулин³, Е. Н. Шипулина³¹ ФГАОУ ВО «Северо-Кавказский федеральный университет», Ставрополь, 355017 Россия

* E-mail: eianpisia@yandex.ru

² ФГБУН «Федеральный исследовательский центр Южный научный центр РАН»,
Ростов-на-Дону, 344006 Россия³ ООО «Стилсофт», Ставрополь, 355012, Россия

Статья поступила в редакцию 07.07.2026; после доработки 14.09.2026; принята к публикации 22.10.2026
Шифр научной специальности: 2.2.3.

Представлены результаты проектирования и численного моделирования отечественного реактора для металлоорганической газофазной эпитаксии (МОГФЭ) нитридов III группы (III-N), а также экспериментального получения пленок AlN. Ключевой особенностью разработанной конструкции является коаксиальная схема подачи прекурсоров в сочетании с активным водяным охлаждением промежуточной зоны. Это позволяет эффективно минимизировать паразитные газофазные реакции и термомгравитационную конвекцию. Методами вычислительной гидродинамики показано, что данное техническое решение обеспечивает температуру газов ниже 450 °С, предотвращая преждевременное разложение металлоорганических прекурсоров до их смешения. Проведена экспериментальная оптимизация параметров роста пленок AlN на подложках Si(100). Установлено, что максимальная толщина плотного коалесцировавшего слоя составляет 800 нм и достигается при температуре подложки 700 °С и соотношении потоков ТМА/NH₃, равном 0,53, что соответствует переходу процесса в диффузионно-контролируемый режим. Обсуждаются перспективы применения высокочастотной плазменной активации для синтеза метастабильных твердых растворов AlGaInN.

Ключевые слова: МОГФЭ, нитриды III группы, тонкие пленки, эпитаксия, вычислительная гидродинамика, массоперенос.

DOI: 10.51368/1996-0948-2026-5-96-102

1. Введение

Металлоорганическая химическая газофазная эпитаксия (МОГФЭ) является доминирующим методом синтеза эпитаксиальных структур на основе нитридов элементов III группы. Ключевую роль в современной оптоэлектронике, силовой микроэлектронике и устройствах глубокого ультрафиолетового диапазона играют нитрид галлия (GaN) и нит-

рид алюминия (AlN) [1–6]. Фундаментальным вызовом при реализации МОГФЭ является необходимость обеспечения высочайшего структурного совершенства и однородности пленок GaN и AlN в условиях кардинально различающихся термодинамических и кинетических режимов их роста [5–9]. Если температурный оптимум для GaN лежит в области 1000–1050 °С, то получение качественного AlN требует экстремально высоких темпера-

тур (1150–1200 °С) для преодоления высокого энергетического барьера десорбции азота и активации прекурсоров [10].

Столь широкий температурный коридор диктует жесткие требования к конструкции реакционной камеры: система должна обеспечивать прецизионный контроль температурных полей, эффективный массообмен и, что критически важно, подавление паразитных газофазных реакций. В частности, для AlN характерно интенсивное образование аддуктов и кластеров в пограничном слое, а для GaN – высокая чувствительность к локальным градиентам температур и парциальных давлений [11, 12]. В современных вертикальных реакторах с близко расположенным душевым узлом управление гидродинамикой и подавление нежелательной термогравитационной конвекции достигается за счет строгой оптимизации профиля скоростей газового потока и геометрии реакционного зазора [13–16].

В настоящей работе представлены физико-технические основы и оригинальная конструкция экспериментальной установки МОГФЭ, целенаправленно разработанной для эпитаксии соединений III-N. Научная и техническая новизна предлагаемого решения заключается в коаксиальной схеме ввода и отвода реакционной смеси, а также в применении графитового susceptора с модифицированной геометрией профиля, обеспечивающего радиальную однородность температур-

ного поля в сочетании с активным водяным охлаждением стенок камеры. Целью работы является комплексное описание архитектуры реактора, численное моделирование процессов тепломассопереноса методами вычислительной гидродинамики для специфических режимов роста GaN и AlN, а также экспериментальное исследование качества полученных эпитаксиальных пленок.

2. Конструкция установки и численное моделирование тепломассопереноса

Конструктивной основой установки является вакуумная камера с коаксиальным газовым трактом (рис. 1). В отличие от традиционных планетарных или стандартных вертикальных реакторов [10] подача газовой смеси металлоорганических прекурсоров осуществляется через внешнее кольцевое пространство, а отвод отработанной смеси и подача аммиака (NH₃) организованы через центральную кварцевую трубку. Такая схема формирует специфический профиль скоростей потоков, при котором фронт реакции «запирается» в кольцевой зоне над подложкой, что минимизирует турбулентные завихрения и рециркуляцию газов к центру. Нагрев сапфировой подложки диаметром 50 мм осуществляется резистивным нагревателем через графитовый susceptор, имеющий форму линзы для оптимизации радиационного теплообмена.

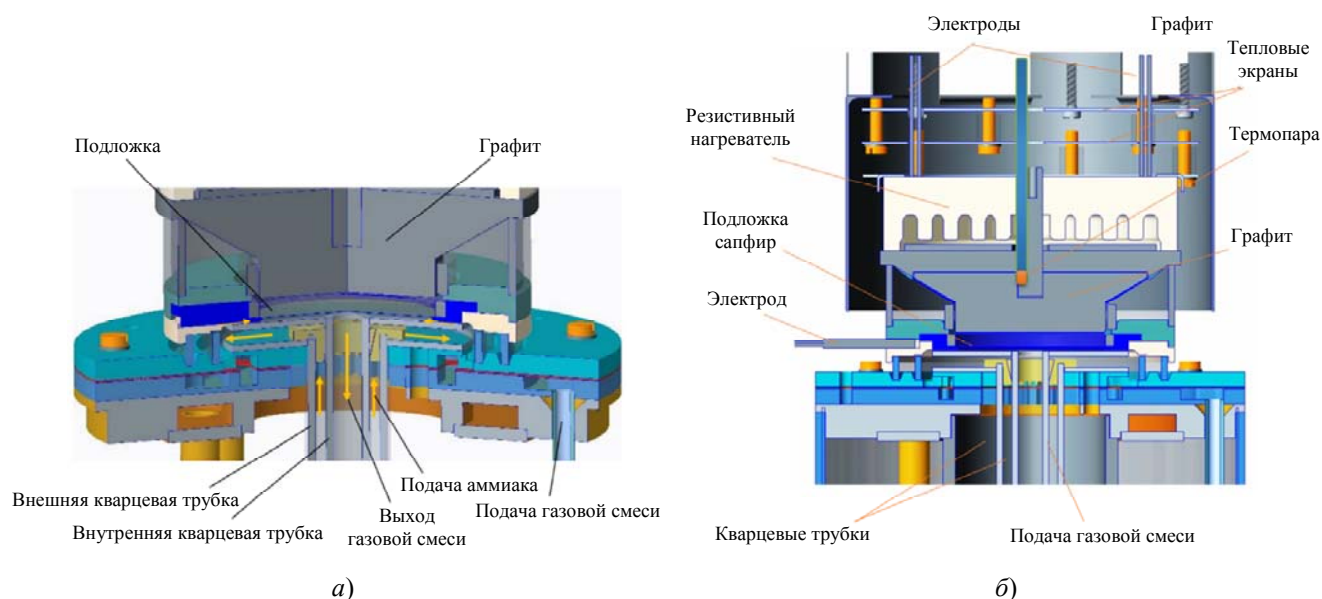
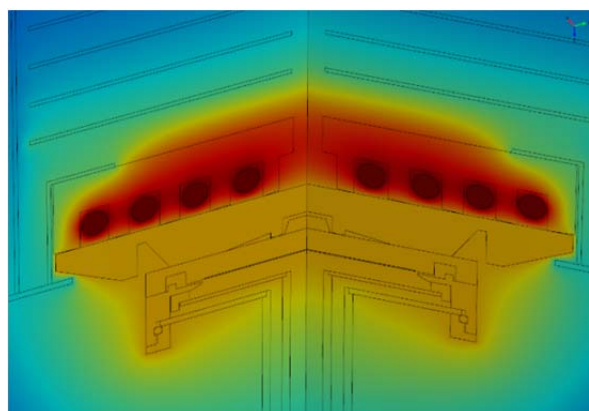


Рис. 1. Схематичный разрез реакционной камеры (а) и теплового узла (б)

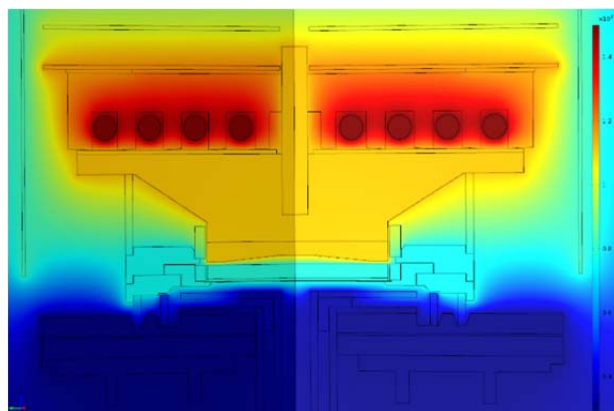
Для нахождения распределения температур и скоростей в рабочей зоне реакционной камеры было проведено моделирование в среде COMSOL Multiphysics. Использовалась двумерная осесимметричная модель, причем, учитывая малые числа Рейнольдса, турбулентная составляющая потока не учитывалась. В расчете учитывались три механизма теплообмена: теплопроводность в твердых телах, радиационный теплообмен между серыми телами (сусцептор, экраны, стенки камеры) и конвективный перенос тепла ламинарным потоком газа. Для обеспечения физической достоверности модели задавались следующие граничные условия: температура нагревателя варьировалась от 800 до 1200 °С, температура воды в контуре охлаждения составляла 20 °С, а массовый расход газов рассчитывался исходя из типичных для МОГФЭ скоростей роста; общее давление в камере принималось равным атмосферному. Критической проблемой при росте нитридов является преждевременное разложение металлоорганических прекурсоров при диффузии тепла против потока газа. Для решения этой задачи в нижней части реактора (до зоны смешения металлоорганических прекурсоров и NH_3) был внедрен узел активного водяного охлаждения. Это конструктивное решение позволило поддерживать температуру газовых компонентов ниже 450 °С в области реактора вплоть до границы

пограничного слоя над подложкой. На рис. 2а представлено распределение изотерм в рабочей зоне, демонстрирующее, что графитовый сусцептор и система тепловых экранов эффективно формируют изотермическую зону над подложкой и распределение температур при включенном контуре водяного охлаждения (рис. 2б). Видно, что температурный градиент в зоне подвода реагентов резко обрывается, обеспечивая температуру ниже 450 °С, что создает термодинамические условия, препятствующие газофазное образование аддуктов до достижения подложки. При температуре на поверхности нагревателя 1200 °С температура на поверхности подложки достигает значения 922 °С, что позволяет проводить эпитаксию пленок AlN.

Для верификации результатов численного моделирования была проведена экспериментальная калибровка теплового узла. С помощью калиброванных термопар, перемещаемых в плоскости, эквивалентной плоскости подложки, было измерено распределение температуры. Измерения показали, что при температуре в области центра подложки 1050 °С перепад температуры между центром и краем не превышает 2,5 °С. Эти данные полностью согласуются с результатами CFD-моделирования и подтверждают возможность выращивания твердых растворов с высокой однородностью состава по площади подложки.



а)



б)

Рис. 2. Результат CFD-моделирования без водяного охлаждения (а) и с ним (б)

Технические характеристики установки МОГФЭ для эпитаксии III-N:

– используемые металлоорганические прекурсоры: триметилалюминий (ТМА), тримети-

лалгаллий, триметилалиндий, диметилтеллурид, диметилцинк, бис(циклопентадиенил)магний;

– температура нагрева подложки до 900 °С;

- максимальный поток газа носителя до 150 мл/мин.;
- газы носители: аргон, азот, водород;
- давление в реакторе от 0,005 до 150000 Па;
- диаметр подложки 50,2 мм.

3. Экспериментальное получение пленок AlN

Эпитаксиальный рост тонких пленок AlN проводился на подложках Si (100), предварительно прошедших термическую очистку в потоке H_2 при 800 °C, в качестве прекурсоров использовались TMA и NH_3 . На рис. 3 представлена двумерная карта параметров эпитаксиального роста тонких пленок AlN на подложках Si (100), систематизирующая влияние температуры подложки 520–800 °C и молярного соотношения прекурсоров TMA/ NH_3 0,3–0,6 на толщину формируемого слоя. Цветовая шкала отражает итоговую толщину пленки от 300 до 800 нм, а вложенные оптические изображения демонстрируют интерференционные картины, характеризующие макроскопическую однородность и наличие механических деформаций.

В области низких температур и малых отношений TMA/ NH_3 рост лимитируется поверхностной кинетикой. Дефицит адатомов Al и их низкая подвижность приводят к островковому росту и преждевременной коалесценции с захватом дефектов.

При 700 °C и низком отношении TMA/ NH_3 , равном 0,32, толщина слоя не превышает 300–350 нм. Несмотря на достаточный уровень пиролиза TMA избыток NH_3 вызывает химическое травление поверхности AlN атомарным водородом, а скорость роста лимитируется массопереносом алюминия.

Наиболее оптимальными параметрами роста можно считать температуру подложки 700 °C и соотношения TMA/ NH_3 , равном 0,53, которые позволили вырастить пленку толщиной 800 нм с формированием плотного коалесцировавшего слоя. Увеличение парциального давления TMA смещает термодинамическое равновесие в сторону конденсации,

переводя рост в диффузионно-контролируемый режим. Снижение концентрации NH_3 при этом подавляет паразитные газофазные реакции образования аддуктов, сохраняя эффективный поток прекурсоров к подложке.

Дальнейший нагрев подложки до 800 °C при соотношении TMA/ NH_3 , равном 0,31, вызывает снижение толщины пленки до 350 нм, морфология поверхности пленки ухудшается. Доминируют процессы термического травления связей Al-N атомарным водородом. Высокая температура также стимулирует преждевременные объемные газофазные реакции с образованием кластеров.

В области низких температур и малых отношений TMA/ NH_3 рост лимитируется поверхностной кинетикой. Дефицит адатомов Al и их низкая подвижность приводят к островковому росту и преждевременной коалесценции с захватом дефектов.

При 700 °C и низком соотношении TMA/ NH_3 , равном 0,32, толщина слоя не превышает 300–350 нм. Несмотря на достаточный уровень пиролиза TMA избыток NH_3 вызывает химическое травление поверхности AlN атомарным водородом, а скорость роста лимитируется массопереносом алюминия.

Наиболее оптимальными параметрами роста можно считать температуру подложки 700 °C и соотношения TMA/ NH_3 , равном 0,53, которые позволили вырастить пленку толщиной 800 нм с формированием плотного коалесцировавшего слоя. Увеличение парциального давления TMA смещает термодинамическое равновесие в сторону конденсации, переводя рост в диффузионно-контролируемый режим. Снижение концентрации NH_3 при этом подавляет паразитные газофазные реакции образования аддуктов, сохраняя эффективный поток прекурсоров к подложке.

Дальнейший нагрев подложки до 800 °C при соотношении TMA/ NH_3 , равном 0,31, вызывает снижение толщины пленки до 350 нм, морфология поверхности пленки ухудшается. Доминируют процессы термического травления связей Al-N атомарным водородом. Высокая температура также стимулирует преждевременные объемные газофазные реакции с образованием кластеров.

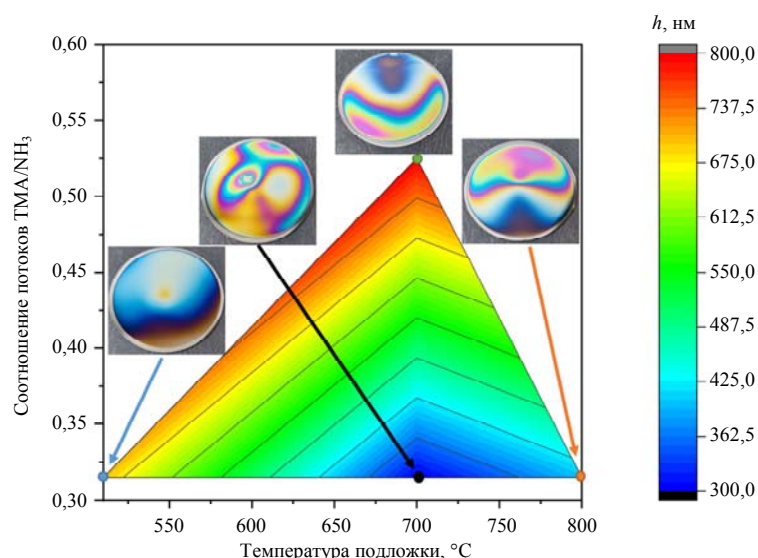


Рис. 3. Карта параметров роста AlN на Si (100) методом МОГФЭ

Интерференционный анализ выявляет фундаментальную проблему гетероэпитаксии AlN на Si (100) – при охлаждении от 700 °C до 25 °C из-за рассогласования коэффициентов термического расширения AlN ($4,2 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) и Si ($2,6 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) в пленке возникают колоссальные растягивающие напряжения. Для слоев толщиной 800 нм это приводит к формированию микрорельефа, а в пределе – к образованию сетки трещин или отслаиванию. В рамках данного эксперимента компенсация напряжений не применялась, что диктует необходимость использования буферных слоев или сверхрешеток в будущих исследованиях.

Перспективы ВЧ-активации. Перспективным направлением развития данной установки является внедрение высокочастотного электрода в зону реакции. Физический смысл данного технического решения заключается в плазмохимической активации диссоциации молекул азота и аммиака. Это позволит осуществлять рост метастабильных слоев InGaInN и четвертичных твердых растворов AlGaInN при существенно сниженных температурах 700–800 °C за счет неравновесной плазмы, что эффективно решит фундаментальную проблему термической десорбции индия с поверхности роста при высоких температурах.

4. Заключение

В работе описаны физико-технические основы и конструкция оригинального реактора МОГФЭ, предназначенного для эпитаксии

III-N. Внедрение коаксиальной схемы газового тракта и активного водяного охлаждения подводящих каналов позволило эффективно управлять пограничным слоем и исключить преждевременное образование аддуктов и полимерных кластеров в газовой фазе. Численное моделирование подтвердило формирование изотермической зоны над подложкой с радиальным градиентом температуры менее 1 °C/дюйм. Экспериментальные исследования роста пленок AlN на кремниевых подложках позволили выявить фундаментальные закономерности процесса. Построена карта параметров роста, демонстрирующая переход от кинетически лимитируемого режима к диффузионно-контролируемому и режиму термического травления. Определено оптимальное «технологическое окно», в котором формируются сплошные слои толщиной до 800 нм. Выявленная проблема макроскопического изгиба подложек из-за рассогласования коэффициентов термического расширения AlN и Si требует применения буферных слоев или сверхрешеток в дальнейших исследованиях. Предложенное конструктивное решение по интеграции ВЧ-электрода открывает путь к получению метастабильных четверных сплавов AlGaInN при сниженных температурах за счет плазмохимической активации азота, что позволит решить проблему термической десорбции индия.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Garg T., Kale S. / Microelectronics Reliability. 2023. Vol. 145. P. 114998.

2. Devitsky O. V., Pashchenko A. S., Lunin L. S., Sysoev I. A., Nikulin D. A. / Solar Energy Materials and Solar Cells. 2025. Vol. 292. P. 113818.
3. Park J. et al. / Applied Surface Science. 2023. Vol. 608. P. 155020.
4. Devitsky O. V., Nikulin D. A., Sysoev I. A. / AIP Conference Proceedings. 2020. P. 165621.
5. Yusop N., Taib M. I. Md., Azmi N. S., Ahmad M. A., Rahman M. N. A., Kamil W. A., Zainal N. / Optical Materials. 2026. Vol. 176. P. 118149.
6. Devitsky O. V., Nikulin D. A., Sysoev I. A. / Scientific and Technical Journal of Information Technologies, Mechanics and Optics. 2020. Vol. 20. № 2. P. 177–184.
7. Fan S., Mei Y., Ikeda M., Liu Z., Xu K., Ying L., Zhang B. / Journal of Alloys and Compounds. 2025. Vol. 1047. P. 185078.
8. Zhang Z., Fang H., Yao Q., Yan H., Gan Z. / Journal of Crystal Growth. 2016. Vol. 454. P. 87–95.
9. Tseng C. F., Tsai T. Y., Huang Y. H., Lee M. T., Horng R. H. / Journal of Crystal Growth. 2015. Vol. 432. P. 54–63.
10. Miyagawa R., Yang S., Miyake H., Hirama-tsu K. / Physica Status Solidi (C) Current Topics in Solid State Physics. 2012. Vol. 9. № 3–4. P. 499–502.
11. Zhang Z., Fang H., Yan H., Jiang Z., Zheng J., Gan Z. / Applied Thermal Engineering. 2015. Vol. 91. P. 53–61.
12. Leitner J., Stejskal J., Voňka P. / Journal of Crystal Growth. 2004. Vol. 267. P. 8–16.
13. Creighton J. R., Coltrin M. E., Figiel J. J. / Journal of Crystal Growth. 2017. Vol. 464. P. 132–137.
14. An J., Dai X., Liu Y., Huang K., Zhang D. / Materials Science in Semiconductor Processing. 2025. Vol. 192. P. 109474.
15. Hu S., Liu S., Zhang Z., Yan H., Gan Z., Fang H. / Journal of Crystal Growth. 2015. Vol. 415. P. 72–77.
16. Mitrovic B., Gurary A., Kadinski L. / Journal of Crystal Growth. 2006. Vol. 287. Is. 2. P. 656–663.

PACS: 81.15.Gh

Development and study of the reactor design for metal-organic gas-phase epitaxy of group III nitrides

I. A. Sysoev^{1*}, I. O. Gordievich¹, I. V. Kasianov^{1,2}, A. V. Shipulin³, and E. N. Shipulina³

¹ North Caucasus Federal University, Stavropol, 355017 Russia

* E-mail: eianpisia@yandex.ru

² Federal Research Center Southern Scientific Center of the Russian Academy of Sciences, Rostov-on-Don, 344006 Russia

³ Stilsoft, Stavropol, 355012 Russia

Received 07.07.2026; revised 14.09.2026; accepted 22.10.2026

This article presents the design, numerical simulation, and experimental validation of a III-N metalorganic vapor-phase epitaxy reactor, alongside the experimental growth of AlN films. A key feature of this reactor is its coaxial precursor delivery system combined with active water cooling of the intermediate zone, which effectively suppresses parasitic gas-phase reactions and buoyancy-driven convection. Computational fluid dynamics simulations demonstrate that this design maintains gas temperatures below 450 °C prior to the mixing point, thereby preventing the premature decomposition of metalorganic precursors. Additionally, the growth parameters for AlN films on Si(100) substrates were experimentally optimized. The results indicate that a maximum thickness of 800 nm for the dense, coalesced layer is achieved at a substrate temperature of 700 °C and a TMA/NH₃ flow ratio of 0.53, corresponding to a transition to a diffusion-controlled growth regime. Finally, the potential of utilizing high-frequency plasma activation for the synthesis of metastable AlGaInN solid solutions is discussed.

Keywords: MOCVD, III-N nitrides, thin films, epitaxy, computational fluid dynamics, mass transfer.

REFERENCES

1. Garg T. and Kale S., Microelectronics Reliability **145**, 114998 (2023).
2. Devitsky O. V., Pashchenko A. S., Lunin L. S., Sysoev I. A., and Nikulin D. A., Solar Energy Materials and Solar Cells **292**, 113818 (2025).

3. Park J. et al., Applied Surface Science **608**, 155020 (2023).
4. Devitsky O. V., Nikulin D. A., and Sysoev I. A., AIP Conference Proceedings 165621 (2020).
5. Yusop N., Taib M. I. Md., Azmi N. S., Ahmad M. A., Rahman M. N. A., Kamil W. A., and Zainal N., Optical Materials **176**, 118149 (2026).
6. Devitsky O. V., Nikulin D. A., and Sysoev I. A., Scientific and Technical Journal of Information Technologies, Mechanics and Optics **20** (2), 177–184 (2020).
7. Fan S., Mei Y., Ikeda M., Liu Z., Xu K., Ying L., and Zhang B., Journal of Alloys and Compounds **1047**, 185078 (2025).
8. Zhang Z., Fang H., Yao Q., Yan H., and Gan Z., Journal of Crystal Growth **454**, 87–95 (2016).
9. Tseng C. F., Tsai T. Y., Huang Y. H., Lee M. T., and Horng R. H., Journal of Crystal Growth **432**, 54–63 (2015).
10. Miyagawa R., Yang S., Miyake H., and Hiramatsu K., Physica Status Solidi (C) Current Topics in Solid State Physics **9** (3-4), 499–502 (2012).
11. Zhang Z., Fang H., Yan H., Jiang Z., Zheng J., and Gan Z., Applied Thermal Engineering **91**, 53–61 (2015).
12. Leitner J., Stejskal J., and Voňka P., Journal of Crystal Growth **267**, 8–16 (2004).
13. Creighton J. R., Coltrin M. E., and Figiel J. J., Journal of Crystal Growth **464**, 132–137 (2017).
14. An J., Dai X., Liu Y., Huang K., and Zhang D., Materials Science in Semiconductor Processing **192**, 109474 (2025).
15. Hu S., Liu S., Zhang Z., Yan H., Gan Z., and Fang H., Journal of Crystal Growth **415**, 72–77 (2015).
16. Mitrovic B., Gurary A., and Kadinski L., Journal of Crystal Growth **287** (2), 656–663 (2006).

Об авторах

Сысоев Игорь Александрович, д.т.н., директор, научно-образовательный центр фотовольтаики и нанотехнологий центра инженерных разработок «Центр новых решений», Северо-Кавказский федеральный университет (355017, Ставрополь, Россия). E-mail: eianpisia@yandex.ru SPIN-код: 4185-5317, AuthorID: 103018

Гордиевич Игорь Олегович, руководитель, проектно-конструкторское бюро центра инженерных разработок «Центр новых решений», Северо-Кавказский федеральный университет (355017, Ставрополь, Россия). E-mail: igordievich@ncfu.ru SPIN-код: 4920-6789, AuthorID: 1356824

Касьянов Иван Владимирович, ведущий инженер, научно-образовательный центр фотовольтаики и нанотехнологий центра инженерных разработок «Центр новых решений», Северо-Кавказский федеральный университет (355017, Ставрополь, Россия); младший научный сотрудник, научная группа технологии гетероструктур (г. Ставрополь) «Федеральный исследовательский центр Южный научный центр РАН» университет (344006, Ростов-на-Дону, Россия). E-mail: redrem@rambler.ru SPIN-код: 1616-3019, AuthorID: 745684

Шипулин Александр Владимирович, технический директор ООО «Стилсофт» (355012, Ставрополь, Россия). E-mail: shipulinotk@stilsoft.ru SPIN-код: 8758-7463, AuthorID: 834880

Шипулина Екатерина Николаевна, руководитель группы радиотехнических систем ООО «Стилсофт» (355012, Ставрополь, Россия). E-mail: shipulina@stilsoft.ru