

Microstructure analyses of aluminum nitride (AlN) using transmission electron microscopy (TEM) and electron back-scattered diffraction (EBSD)

Young Jun Joo, Cheong Ho Park, Joo Jin Jeong*, Seung Min Kang**, Gil Yeol Ryu***, Sung Kang*** and Cheol Jin Kim****,†

Div. of Materials Engineering & Convergence Technology, Gyeongsang National Univ., Jinju 660-701, Korea

**Dept. of Nano & Advanced Materials Engineering, Gyeongsang National Univ., Jinju 660-701, Korea*

***Dept. of Advanced Science and Engineering, Hanseo, Univ., Seosan 356-820, Korea*

****Research Institute of Industrial Science and Technology, Analysis and Assessment Group, Pohang 790-600, Korea*

*****Research Institute of Green Energy Convergence Technology, Gyeongsang National Univ., Jinju 660-701, Korea*

(Received July 31, 2015)

(Revised August 5, 2015)

(Accepted August 7, 2015)

Abstract Aluminum nitride (AlN) single crystals have attracted much attention for a next-generation semiconductor application because of wide bandgap (6.2 eV), high thermal conductivity (285 W/m·K), high electrical resistivity ($\geq 10^{14} \Omega \cdot \text{cm}$), and high mechanical strength. The bulk AlN single crystals or thin film templates have been mainly grown by PVT (sublimation) method, flux method, solution growth method, and hydride vapor phase epitaxy (HVPE) method. Since AlN suffers difficulty in commercialization due to the defects that occur during single crystal growth, crystalline quality improvement via defects analyses is necessary. Etch pit density (EPD) analysis showed that the growth misorientations and the defects in the AlN surface exist. Transmission electron microscopy (TEM) and electron back-scattered diffraction (EBSD) analyses were employed to investigate the overall crystalline quality and various kinds of defects. TEM studies show that the morphology of the AlN is clearly influenced by stacking fault, dislocation, second phase, etc. In addition EBSD analysis also showed that the zinc blende polymorph of AlN exists as a growth defects resulting in dislocation initiator.

Key words AlN, PVT, EPD, EBSD, TEM, Defect

투과전자현미경과 전자후방산란회절을 이용한 AlN의 미세구조 분석

주영준, 박청호, 정주진*, 강승민**, 류길열***, 강성***, 김철진****,†

경상대학교, 나노신소재융합공학과, 진주, 660-701

*경상대학교, 세라믹공학과, 진주, 660-701

**한서대학교, 신소재공학과, 서산, 356-820

***(재)포항산업과학연구원, 분석평가그룹, 포항, 790-600

****경상대학교, 그린에너지융합연구소, 진주, 660-701

(2015년 7월 31일 접수)

(2015년 8월 5일 심사완료)

(2015년 8월 7일 게재확정)

요약 AlN 단결정은 넓은 밴드갭(6.2 eV), 높은 열 전도도(285 W/m·K), 높은 비저항($\geq 10^{14} \Omega \cdot \text{cm}$), 그리고 높은 기계적 강도와 같은 장점들 때문에 차세대 반도체 적용을 위한 많은 흥미를 끈다. 벌크 AlN 단결정 또는 박막 템플릿(template) 들은 주로 PVT(Physical vapor transport)법, 플럭스(flux)법, 용액 성장(solution growth)법, 그리고 증기 액상 증착(HVPE)법에 의해 성장된다. 단결정이 성장하는 동안에 발생하는 결함들 때문에 상업적으로 어려움 갖게 된 이후로 결함들 분석을 통한 결정 품질 향상은 필수적이다. 격자결함 밀도(EPD)분석은 AlN 표면에 입자간 방위차와 결함이 존재하고 있는 것을 보여준다. 투과전자현미경(TEM)과 전자후방산란회절(EBSD)분석은 전체적인 결정 퀄리티와 다양한 결함의 종류들을 연구하

†Corresponding author
Tel: +82-55-772-1685
Fax: +82-55-772-1689
E-mail: cjk@gnu.ac.kr

는데 사용된다. 투과전자현미경(TEM)관찰로 AlN의 형태가 적층 결함, 전위, 이차상 등에 의해 크게 영향을 받는 것을 알 수 있었다. 또한 전자후방산란회절(EBSD)분석은 전위의 생성을 유도하는 성장 결함으로서 AlN의 zinc blende 폴리모프(polymorph)가 존재하고 있는 것을 나타내고 있었다.

1. 서 론

최근 시스템의 초고집적화 및 초고속화 등에 따른 고 밀도 발열 문제로 넓은 밴드갭과 높은 열 전도도를 가지는 3가 질화물들에 대한 연구가 진행되고 있다. 그 중에서 AlN(Aluminum nitride)은 다른 기관용 물질과 비교하여 넓은 밴드갭(6.2 eV), 높은 열 전도도(285 W/m·K) 그리고 높은 비저항($\geq 10^{14} \Omega \cdot \text{cm}$) 등의 물성으로 LED 및 Laser용 기관으로 적합하다.

AlN 단결정은 PVT(Physical vapor transport)법, 용액 성장(solution growth)법, 그리고 플럭스(flux)법의 성장 방법들이 있다. 가장 효율적이고 상용화가 쉬운 PVT법은 소결체를 고온에서 승화시켜 상대적으로 저온 영역에 위치한 종자정(seed crystal) 위에 응축하게 하여 결정을 성장시키는 방법으로 높은 성장률과 대구경의 결정을 제조할 수 있는 장점이 있으나 결정의 성장 속도 및 결정의 품질 제어에 많은 영향 인자들이 존재하여 재현성 확보가 어렵다는 큰 단점이 있다. 따라서 성장된 AlN의 미세구조 분석을 통해 영향 인자를 파악하여 제어할 필요가 있다.

결정의 미세구조 분석으로는 표면의 전위 밀도(dislocation density)를 쉽게 관찰할 수 있는 격자결함 밀도(Etch pit density, EPD) 분석, AlN 결정의 각 결정립(grain)들의 성장 방향성 관찰에 용이한 전자후방산란 회절(Electron back-scattered diffraction, EBSD) 분석이 있다. 그리고 적층결함(stacking fault), 이차상(second phase), 쌍정(twin boundary), 전위(dislocation) 등의 결함들 관찰에 용이한 투과전자현미경(Transmission electron microscopy, TEM) 분석이 있다. 특히 미세 영향 인자를 알아내기 위해서 관찰이 가능한 넓은 면적의 투과전자현미경(TEM) 시편의 제작이 중요하다.

기존의 딥플링(dimpling)에 의한 시편 제조 방법으로는 수 μm 의 좁은 관찰영역만을 확보할 수 있으며 집중 이온빔(Focused ion beam, FIB)에 의한 시편은 더 작은 관찰 영역을 가져 넓은 관찰 영역을 요구하는 분석에는 어려움이 있다. 그러나 자체 제작한 트라이포드 연마기(tripod polisher)를 이용하여 제작된 시편은 넓은 투과전자현미경(TEM) 분석 영역($200 \times 5 \mu\text{m}$)을 확보할 수 있는 장점이 있다.

본 연구에서는 NaOH/KOH 용융액으로 습식 에칭(wet etching)을 하여 AlN 단결정 표면의 격자결함 밀도를 알아보았다. 그리고 키쿠치 패턴(kikuchi pattern)은

시편 표면으로부터 30~50 nm 깊이 범위의 표면층에서 방출되기 때문에 기계적 연마(mechanical polish)와 이온 밀링(ion milling)을 이용하여 결정의 표면을 매우 깨끗하게 처리하여 결정립들의 성장방향을 후방산란회절(EBSD)분석으로 알아보았다. 마지막으로 PVT법으로 성장된 AlN 단결정을 트라이포드 연마기를 이용하여 두께 100 nm 이하의 TEM 시편을 제작하여 300 kV 전계 방사형 투과전자현미경(FE-TEM, TECNAI-TF30ST)으로 결정 내부에 존재하는 결함을 분석하였다.

2. 실험방법

AlN 단결정의 미세구조 분석을 위해 화학적 습식 에칭을 통한 표면 특성 분석, 전자후방산란회절(EBSD)을 이

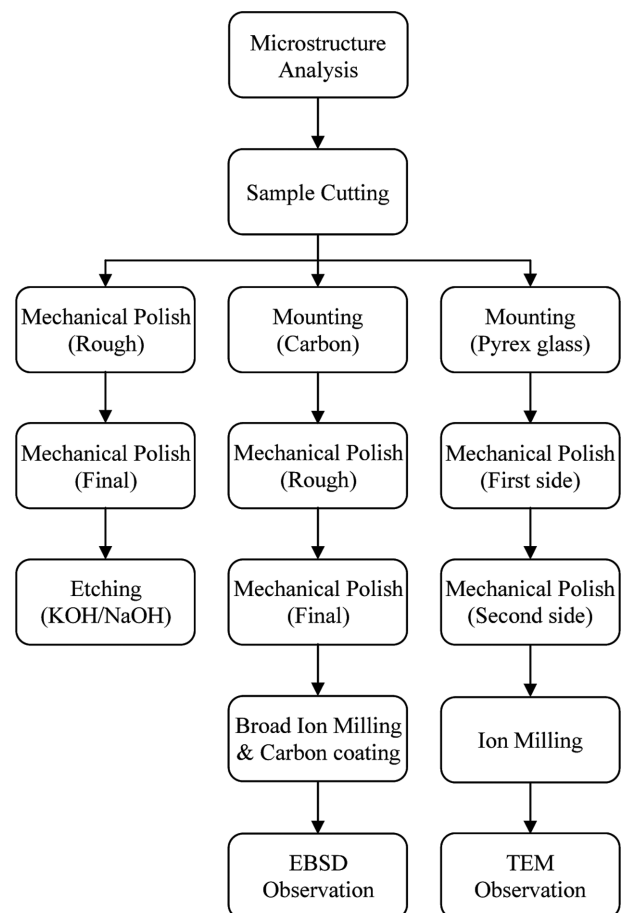


Fig. 1. Sample preparation procedures of EPD, EBSD, and TEM analysis.

용한 성장된 결정표면의 방향성 분석, 그리고 성장단면 (growth front)을 투과전자현미경(TEM)으로 분석하였다.

Fig. 1에서와 같이 3가지 방법 모두 정확한 분석을 위해 표면 연마가 필요하다. 특히 투과전자현미경(TEM) 분석은 전자가 투과할 수 있는 두께까지 얇게 연마해야 하므로 시편이 부서지지 않도록 항상 주의해야 한다.

2.1. 주사전자현미경 분석을 위한 시편준비

습식 에칭 시편을 준비하기 위해 시편절단기(diamond blade cutter)를 이용하여 5×5 mm 크기로 절단하였다. 절단된 시편의 한 면을 600~4000 mesh의 SiC 연마지와 0.5~5 micron의 다이아몬드 랩핑 필름(diamond lapping film)을 이용하여 시편의 표면이 평평하게 될 때까지 기계적 연마를 하였다. 연마된 시편에 불순물을 제거하기 위해 아세톤, 에탄올, 초순수를 사용하여 각 5분씩 초음파 세척을 하였다.

습식 에칭은 NaOH/KOH 용융액을 사용했으며 에칭 시간과 온도는 350°C 에서 1~5분 동안 실시하였다. AlN의 에칭 후 분극에 따른 표면 형상 관찰을 위해 주사전자현미경(SEM, Jeol-JSM6400)을 이용하였다.

격자결함 밀도(EPD)분석은 아래의 식과 같이 계산하였다.

$$\text{EPD}(\text{cm}^{-2}) = \frac{\text{The number of hillocks}}{\text{Area}}$$

2.2. 전자후방산란회절 분석을 위한 시편준비

성장된 방향에 대하여 수직, 수평 두 방향으로 AlN 단결정의 결정립들이 되도록 많이 포함되는 영역을 선택하여 5×10 mm 크기로 절단하였다. 절단된 시편의 연마과정 동안 분석 과정에서 발생할 수 있는 charging effect 방지를 위해 카본 마운팅(carbon mounting)을 하였다. 마운팅 된 시편을 600~4000 mesh의 SiC 연마지로 연마한 후 연마천(polishing cloth)을 이용하여 $3 \mu\text{m}$, $1 \mu\text{m}$ 까지 기계적 연마를 실시하였다. 그 후 최적의 시편 표면을 얻기 위해 $0.02 \mu\text{m}$ 의 Syton(colloidal silica slurry)을 이용하여 미세연마를 하였고 연마 작업을 통해 생기는 표면 잔류응력을 없애주기 위해 최종적으로 이온빔밀링기(Precision ion polishing system, PIPS, Gatan-691)로 이온 밀링을 하고 카본 코팅(carbon coating)을 하였다.

준비된 시편은 안동대학교의 전자후방산란회절(EBSD, LYRA 3XMH)과 (재)포항산업과학연구원의 전자후방산란회절(FE-SEM with EBSD, JSM-7000F)을 이용하여 분석하였다. 관찰 영역은 SiC 기판에서 성장한 시편의 수직 절단면과 수평 절단면에 대해 결함이 많이 존재할

수 있는 SiC/AlN 계면과 AlN/AlN 결정립계 주위를 관찰영역에 포함하였다.

2.3. 투과전자현미경 분석을 위한 시편준비

전자현미경 시편의 크기는 1×2 mm 타원형의 구멍이 뚫린 직경 3.05 mm 구리 그리드(Cu-grid)에 접착이 될 수 있는 크기여야 하므로 시편절단기를 이용하여 3×2 mm 크기로 절단하였다. 그리고 절단 된 시편을 pyrex 유리 봉에 붙이고 small-jig에 수평으로 장착하였다. 그 다음, 600~4000 mesh의 SiC 연마지를 이용하여 한쪽 면을 연마한 다음 $6 \mu\text{m}$, $3 \mu\text{m}$, $1 \mu\text{m}$, $0.5 \mu\text{m}$ 사이즈의 순서로 다이아몬드 랩핑 필름으로 앞 단계에서 만들어진 스크래치가 없어질 때까지 미세 연마를 하였다. 마지막으로 연마천 위에서 $0.02 \mu\text{m}$ 의 Syton을 이용하여 연마면이 거울면이 될 정도로 연마하였다. 연마면이 완전한 거울면이 되면 연마 중에 생길 수 있는 이물질에 의해 시편이 오염되지 않도록 초순수를 이용하여 깨끗이 세척하였다.

한쪽 면이 완전히 연마된 시편을 pyrex 유리봉에서 떼어낸 다음 전자빔이 투과할 수 있을 만큼의 두께의 췌기 형태(wedge shaped)로 연마하기 위해 시편의 반대면을 pyrex 유리봉에 붙였다. 투과전자현미경(TEM) 관찰영역은 50 nm 이하의 두께의 얇은 부분만 관찰할 수 있으므로 트라이포드 연마기에 부착된 마이크로미터를 조절하여 적당한 경사를 준 다음 첫 번째 면의 연마 순서와 같이 연마를 진행하여 전자빔이 투과할 수 있을 만큼의 두께가 될 때까지 연마를 진행하였다. 이렇게 만들어진 시편은 투과전자현미경(TEM)으로 관찰하기 전에 시편 준비과정에서 발생할 수 있는 오염을 제거하기 위해 이온빔밀링기(PIPS)로 이온 밀링을 30초 이하로 진행하였다. Fig. 2는 트라이포드 연마기로 만든 이상적인 투과전자현미경(TEM) 시편의 형태를 나타낸 것이다.

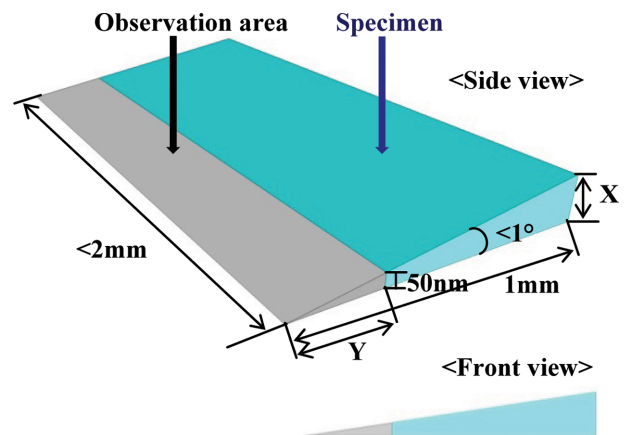


Fig. 2. Schematic drawings of wedge-shaped specimen after final tripod polishing.

트라이포드 연마 방법으로 제작한 시편을 300 kV 전계 방사형 투과전자현미경(300 kV FE-TEM, TECNAI-TF30ST)에서 명시야상으로 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 주사전자현미경 분석

에칭의 실험 조건은 Table 1과 같이 하였다. 에칭 시간을 5분으로 했을 때, 더 많은 소구 모양(hillock structure)이 관찰된 것을 Fig. 3(a), (b)에서 볼 수 있다. 이것은 D. Zhuang과 J.H. Edgar의 실험에서 온도가 350~380°C 사이에서 증가함에 따라 소구 모양이 증가한 현상과 같았다[6].

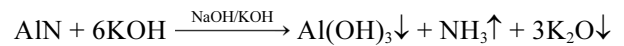
Table 1
Wet etching condition of AlN crystal

No.	Etchant	Temperature	Time
Sample 1	NaOH/KOH	300~350°C	1 min
Sample 2	NaOH/KOH	300~350°C	5 min

Fig. 3(a)의 주사전자현미경(SEM) 이미지에서 격자결함 밀도(EPD)를 분석한 결과 약 $2 \times 10^{10} \text{ cm}^{-2}$ 이었다.

Fig. 3(b)에서는 5 min의 과도한 에칭으로 격자결함 밀도(EPD)가 측정이 불가능할 정도의 소구가 형성되었고 몇 개의 소구 모양의 꼭지점이 갈라진 것을 보였다.

Fig. 3(c)에서는 AlN의 결정 성장 방향이 완전한 [0001]방향을 갖지 못해 육방정 에치 핏(hexagonal etch pit)이 나타나지 않고 삼각형 에치 핏(trigonal etch pit)이 관찰된 것을 보였다. AlN의 NaOH/KOH 용액에 대한 에칭 반응식은 다음과 같다.



3.2. 전자후방산란회절 분석

Fig. 4, 5은 각각 안동대학교 전자후방산란회절(EBSD) 장비와 (재)포항산업과학연구원의 전자후방산란회절(EBSD)장비를 이용하여 AlN의 절단면을 분석한 이미지이다.

Fig. 4(a)는 시편 표면의 주사전자현미경(SEM) 이미지로 연마 후 시편 표면의 상태를 보여준다. 주사전자현미

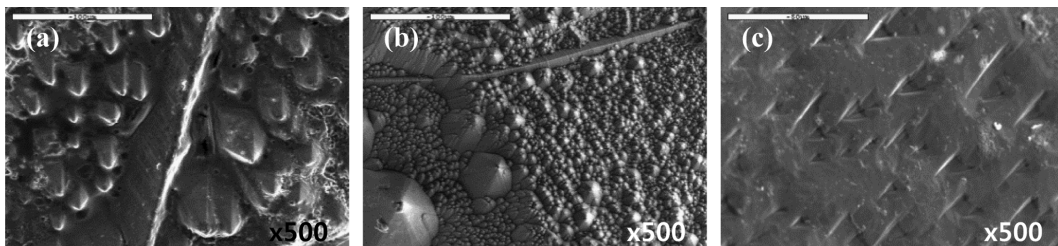


Fig. 3. SEM images of (a) N-polar AlN etched in NaOH/KOH for 1 min, (b) N-polar AlN etched in NaOH/KOH for 5 min, and (c) Al-polar AlN partially etched in KOH for 5 min.

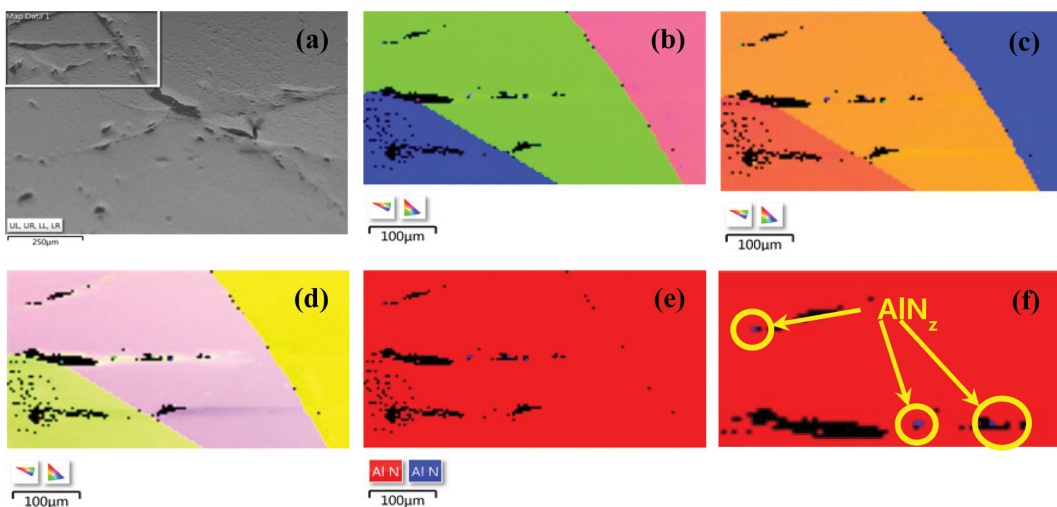


Fig. 4. EBSD image of the AlN specimen. (a) SEM image, (b)~(d) IPF X, Y, Z color images, (e) Phase color image, (f) Showing the zinc blende region.

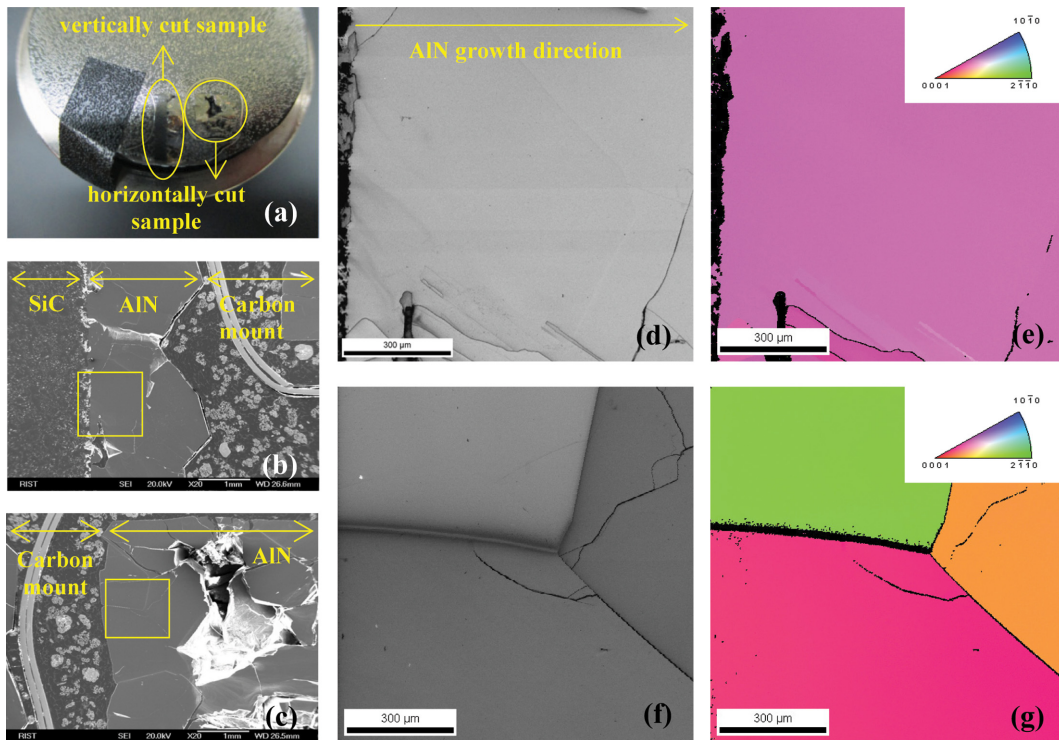


Fig. 5. (a) Carbon mount image of AlN specimen (b) SEM image of the vertically cut AlN sample, (c) SEM image of the horizontally cut AlN sample, (d), (f) IQ (Image quality) images of the vertically and horizontally cut AlN sample, (e), (g) EBSD images of the vertically and horizontally cut AlN sample.

경(SEM)의 이미지를 바탕으로 결정립계가 많은 영역을 선택하여 전자후방산란회절(EBSD)분석을 실시하였다.

Fig. 4(b), (c), (d)는 3개의 결정립에서 성장 방향이 다르게 성장한 것을 각각 RD(Rolling direction, X), TD (Transverse direction, Y), 그리고 ND(Normal direction, Z)에 따라 보여준다.

Fig 4(e), (f)에서는 wurtzite AlN 상(빨간색)이 존재하고 있는 관찰영역에 부분적으로 약 0.05%의 zinc blende AlN 상(파란색)이 존재하고 있는 것을 보여준다. 준 안정 상인 zinc blende AlN 상은 결정의 성장 과정 중에 압력과 사용된 기관의 종류 등에 따라 상전이(phase transition)에 의해 나타나는 것으로 알려져 있다[7, 11, 13, 14]. 또한 zinc blende AlN은 wurtzite AlN에 비해 작은 밴드갭(5.3 eV)[15]과 에너지가 열과 진동 에너지의 형태로 많이 소모되는 간접 천이형(indirection)의 천이 형태를 가져 물질의 특성 저하를 일으킬 수 있는 원인이 된다.

Fig. 5는 (재)포항산업과학연구원에서 촬영한 AlN 시편의 수직 절단면과 수평절단면에 대한 전자후방산란회절(EBSD) 이미지이다.

Fig. 5(a)는 Charging effect를 막기 위해 카본 마운팅과 카본 코팅이 된 AlN의 시편의 모습이다.

Fig. 5(b), (c)에서는 성장된 AlN을 연마하여 수직 절단면과 수평 절단면을 주사전자현미경(SEM)으로 촬영한

이미지이다. 결함이 많을 것으로 예상되는 영역을 분석하기 위해 수직 절단면 이미지에서는 SiC/AlN 계면을 포함하여 관찰 영역으로 정하고 수평 절단면 이미지에서는 AlN/AlN 결정립계를 포함하여 관찰영역을 정하였다.

Fig. 5(e)에서 AlN 시편이 완벽한 [0001]방향으로 성장한 것은 아니지만 전체적으로 균일하게 성장한 것을 보였으나 부분적으로 아래쪽의 결정립에서 약 2° 이상의 성장 방향 차이를 보이는 영역이 확인되었다.

Fig. 5(g)에서 AlN 시편이 수평으로는 수직 절단면에 비해 불균일하게 성장한 것을 확인하였다. 결정립에 따라 모두 방향이 다르게 성장하였으며 부분적으로 결정립계가 두께가 성장된 부분도 확인되었는데, 이 관찰 영역에서 어떤 결함에 의해 성장방향이 달라졌고 결정립계의 두께가 달라 졌는지는 투과전자현미경(TEM)에 의한 좀 더 자세한 연구가 필요하다.

Fig. 6에서는 전자후방산란회절(EBSD)에 의해 수평으로 절단된 절단면의 키쿠치 패턴을 분석한 이미지이다. SiC 기관을 기준으로 위로 성장한 결정임에도 불구하고 대부분의 결정립의 c축이 화살표와 같이 아래쪽을 향한 것을 확인할 수 있었다.

3.3. 투과전자현미경 분석

Fig. 7은 (주)세라컴에서 PVT법으로 성장시킨 AlN 시

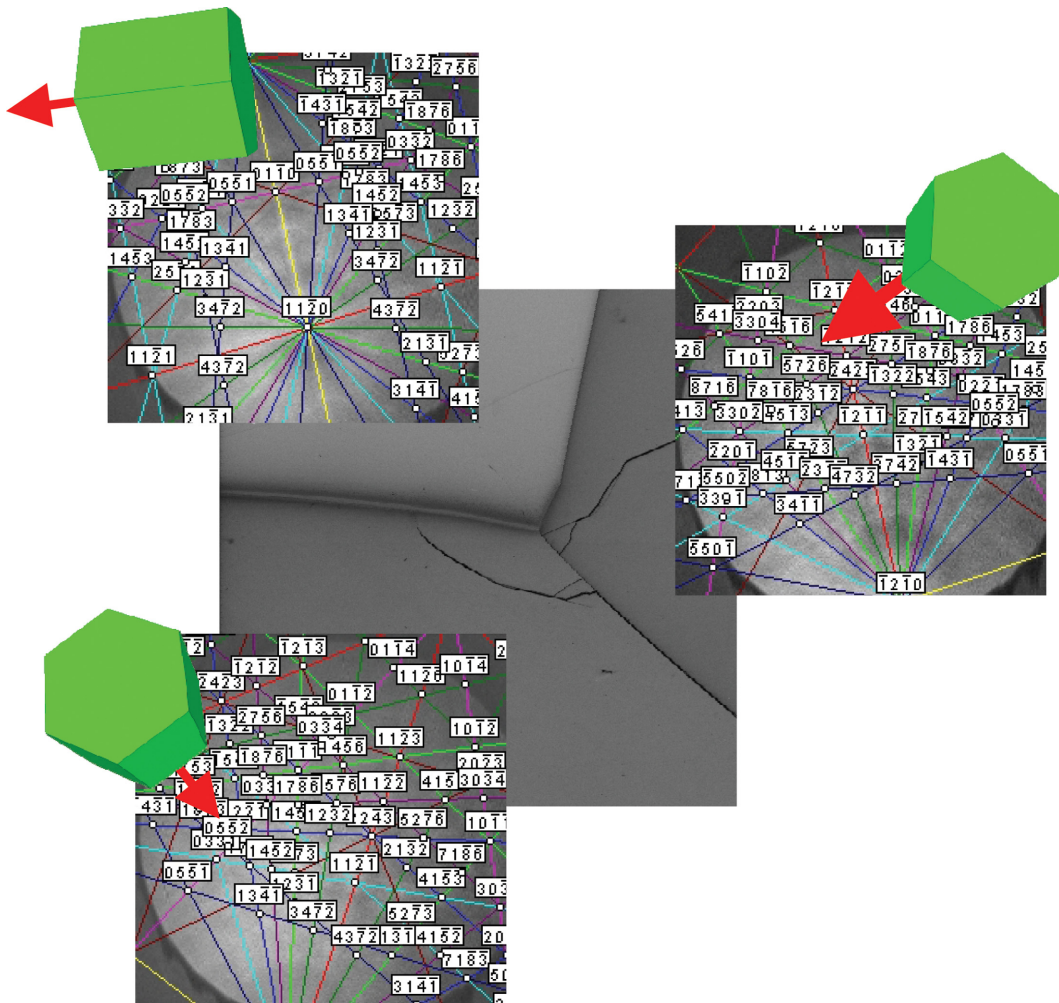


Fig. 6. The growth direction images of the crystal by kikuchi pattern indexing.

편과 동의대학교에서 SiC 기판 위에 성장시킨 AIN 시편의 투과전자현미경(TEM) 이미지이다.

Fig. 7(a)에서는 서로 다른 층을 가지는 것을 확인하고 자세하게 분석하게 위해 Fig. 7(b)와 같이 확대하여 FFT 이미지를 분석한 결과 아래층과 위 층의 결정 성장 방향이 다른 것을 확인하였다.

Fig. 7(c)에서는 결정립계를 주변을 자세하게 분석한 것으로 Fig. 7(d)에서는 관찰 영역① 안의 결정립마다 서로 다른 성장 방향을 가지는 것을 보여준다.

또한 Fig. 7(e)에서 관찰 영역②의 결정립계를 중심으로 양쪽 결정립 영역의 FFT 이미지를 분석한 결과 각각 zinc blende AIN과 wurtzite AIN이 형성된 것을 보였다.

4. 결 론

본 논문에서는 PVT(Physical vapor transport)법에 의해 성장된 AIN을 격자결함 밀도(EPD)분석으로 표면에 준

재하는 결함의 정도를 측정하고 전자후방산란회절(EBSD) 그리고 투과전자현미경(TEM)으로 미세구조 분석을 하였다.

격자결함 밀도(EPD)분석에서 에칭에 의한 AIN의 소구 모양(hillock structure)의 개수는 시간이 지남에 따라 증가하였고 에칭 시간을 1분으로 하였을 때 약 $2 \times 10^{10} \text{ cm}^{-2}$ 의 격자결함 밀도(EPD)를 가졌다. 그리고 결정이 [0001]방향으로 성장하지 않아 삼각형 에치 핏(trigonal etch pit)이 나타났다.

전자후방산란회절(EBSD)분석을 통해 AIN 결정이 수직으로는 균일하게 성장하였지만 수평으로는 결정립(grain)에 따라 매우 불균일 하게 성장한 것을 확인하였고 키쿠치(kikuchi) 패턴을 인덱싱하여 분석한 결과 각각의 결정립들이 상이한 c축을 가지는 것을 확인하였다. 상 컬러(phase color)이미지 분석으로는 wurtzite AIN 상이 아닌 특성을 저해하는 0.05%의 zinc blende AIN 상이 존재하고 있는 것을 알 수 있었다.

투과전자현미경(TEM)분석은 전자후방산란회절(EBSD)

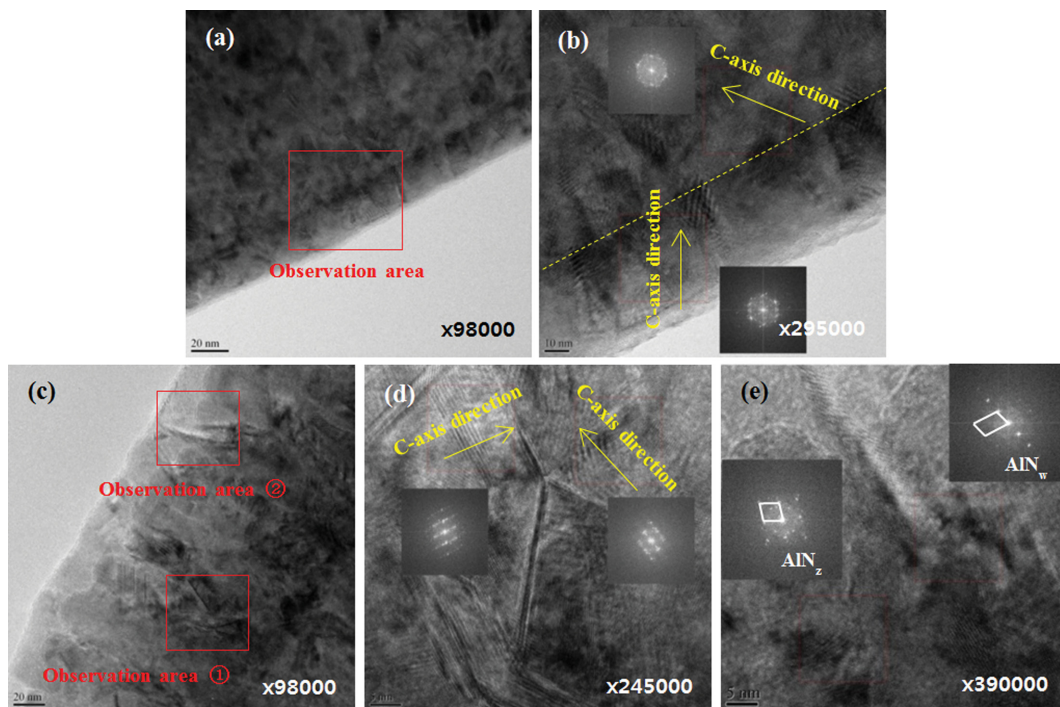


Fig. 7. (a), (c) Bright field TEM image of the AlN sample, (b) Dotted line indicate the grain boundary, (d) Zinc blende and wurtzite polytype of AlN exists. The insets are the FFT images, (e) Local structure inhomogeneity exists within the grain.

결과와 마찬가지로 결정립에 따라 서로 다른 성장 방향을 가지고 부분적으로 zinc blende AlN 상이 존재하는 것을 확인하였다.

각각의 미세구조 분석의 결과는 AlN 결정이 완벽하게 [0001]방향으로 성장하지 못하고 결정립계에서의 결함에 의해 결정립들이 각각 다른 방향으로 성장하는 것을 한결같이 보여주었다. 또한 AlN의 물성을 저하시킬 수 있는 폴리모프(polymorph) 형태인 zinc blende AlN 상이 부분적으로 존재하고 있는 것을 알 수 있었다.

감사의 글

본 연구는 산업통상부에서 주관하는 전략적핵심소재기술개발사업(과제번호: 10043791)으로 수행되었습니다.

References

- [1] S.M. Kang, "Growth of AlN crystals by the sublimation process", J. Korean Cryst. Growth Cryst. Technol. 18 (2008) 68.
- [2] S.M. Kang, "Morphological study on non-seeded grown AlN single crystals", J. Korean Cryst. Growth Cryst. Technol. 22 (2012) 69.
- [3] S.M. Kang, "A study on growth of AlN single crystals", J. Korean Cryst. Growth Cryst. Technol. 23 (2013) 279.
- [4] Y.P. Hong, "Investigation of defects and surface polarity in AlN and GaN using wet chemical etching technique", J. Korean Cryst. Growth Cryst. Technol. 24 (2014) 196.
- [5] A. Shatskiy and Y.M. Borzdov, "Aluminum nitride crystal growth from Al-N system at 6.0 GPa and 1800°C", Crystal Growth & Design 10 (2010) 2563.
- [6] D. Zhuang and J.H. Edgar, "Defect-selective etching of bulk AlN single crystals in molten KOH/NaOH eutectic alloy", J. Cryst. Growth 262 (2004) 5.
- [7] F. Peng and D. Chen, "The phase transition and the elastic and thermodynamic properties of AlN: First principles", Physica B 403 (2008) 4259.
- [8] F. Litimein and B. Bouhafs, "The electronic structure of wurtzite and zincblende AlN: an ab initio comparative study", New J. Physics 4 (2002) 64.1.
- [9] F.-Z. Roki and M. Pons, "High temperature chemical vapor deposition of AlN/W1-XReX coating on bulk SiC", Surface & Coating Technology 205 (2010) 1302.
- [10] D. Zhung and J.H. Edgar, "Wet etching of GaN, AlN, and SiC: a review", Mater. Sci. and Eng. R48 (2008) 1.
- [11] Margarita P. Thompson, "Epitaxial growth of zincblende AlN on Si(100) substrates by plasma source molecular beam epitaxy", J. Electron. Mater. 28 (1999).
- [12] Michimasa Miyanaga, "Evaluation of AlN single-crystal grown by sublimation method", J. Cryst. Growth 300 (2007) 45.
- [13] Murat Durandurdu, "Pressure-induced phase transition of zinc-blende AlN: An ab initio molecular dynamics study", J. Phys. and Chem. of Solids 69 (2008) 2894.
- [14] N.E. Christensen and I. Gorczyca, "Calculated struc-

- tural phase transitions of aluminum nitride under pressure”, *Physical Review B: Condensed Matter* 47 (1993) 4307.
- [15] T. Matsumoto and M. Kikuchi, “Zinc-blende aluminum nitride formation using low-energy ion beam assisted deposition”, *Phys. Res. B* 242 (2006) 424.
- [16] Z. Gu and L. Du, “Sublimation growth of aluminum nitride crystals”, *J. Cryst. Growth* 297 (2006) 105.