

УДК 538.911

НАНОИНДЕНТИРОВАНИЕ ПЛЕНОК AlGaN, СФОРМИРОВАННЫХ НА ПОДЛОЖКАХ SiC/Si, ВЫРАЩЕННЫХ МЕТОДОМ СОГЛАСОВАННОГО ЗАМЕЩЕНИЯ АТОМОВ

© 2023 г. А. С. Гращенко^{a,*}, С. А. Кукушкин^{a,**},
А. В. Осипов^a, Ш. Ш. Шарофидинов^b

^aИнститут проблем машиноведения РАН, Санкт-Петербург, Россия

^bФизико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия

*e-mail: asgrashchenko@bk.ru,

**e-mail: sergey.a.kukushkin@gmail.com

Поступила в редакцию 14.10.2022 г.

После доработки 25.10.2022 г.

Принята к публикации 27.10.2022 г.

В работе, методом наноиндентирования, проведены исследования механических и деформационных характеристик эпитаксиальных пленок твердых растворов AlGaN, сформированных на подложках кремния кристаллографических ориентаций (001), (011) и (111) с буферным слоем карбида кремния (SiC/Si), синтезированным методом согласованного замещения атомов. Рост эпитаксиальных слоев AlGaN осуществлялся как непосредственно на гибридной подложке SiC/Si, так и на подложке SiC/Si дополнительно покрытой буферным слоем AlN. Морфология и структура поверхности слоев была исследована методом атомно-силовой микроскопии. Измерены структурные характеристики гибридных подложек и пленок AlGaN, выращенных с использованием буферного слоя нитрида алюминия и без него. Установлена однозначная связь между механическими свойствами (модуль упругости и твердость) и структурой поверхности пленок AlGaN. Обнаружено, что буферный слой AlN оказывает существенное влияние на механические и деформационные свойства пленок AlGaN в начальный момент вдавливания, когда происходит преимущественно упругая деформация слоя. Определена шероховатость и охарактеризована морфология поверхности пленок AlGaN. Первые экспериментально, при помощи метода наноиндентирования, проведены измерения параметров твердости и приведенного модуля упругости эпитаксиальных AlGaN, выращенных на гибридных подложках SiC/Si и AlN/SiC/Si.

Ключевые слова: наноиндентирование, модуль упругости, тонкие пленки, AlGaN, AlN, GaN, SiC на Si, гетероструктуры, твердость, приведенный модуль упругости

DOI: 10.31857/S057232992260075X, EDN: JMFSHE

1. Введение. Цель данной работы – экспериментальное измерение параметров твердости и модуля упругости пленок AlGaN, выращенных на гибридных подложках SiC/Si, синтезированных методом согласованного замещения атомов [1, 2]. Пленки AlGaN являются твердыми растворами соединений AlN и GaN, которые смешиваются между собой при температуре выше 105°C [3] в произвольных пропорциях. Согласно работе [3] ниже температуры 105°C твердый раствор $Al_xGa_{1-x}N$ неустойчив и может распасться на области, содержащие большую и меньшую доли нитрида алюминия; выше этой температуры твердый раствор $Al_xGa_{1-x}N$ устойчив. Как правило,

пленки AlGa_xN, имеющие переменный состав, обозначаются химической формулой вида Al_xGa_{1-x}N, где x – атомная доля Al в твердом растворе Al_xGa_{1-x}N. Эпитаксиальные пленки твердых растворов Al_xGa_{1-x}N широко используются в качестве буферных слоев для дальнейшего выращивания на их поверхности пленок полупроводников ряда соединений A³B⁵, в частности GaN. Они незаменимы при создании светодиодов, транзисторов с высокой подвижностью носителей зарядов (HEMT) и при изготовлении ряда других электронных приборов. Ширина запрещенной зоны Al_xGa_{1-x}N, в зависимости от содержания Al в твердом растворе, т.е. от x может изменяться от 3.4 эВ при $x = 0$ до 6.2 эВ при $x = 1$. Следует, однако, обратить внимание на следующее обстоятельство. В работе [3] устойчивость твердого раствора Al_xGa_{1-x}N рассматривалась только с чисто термодинамической точки зрения. Как правило, при подобного рода расчетах, предполагается, что система бесконечна с термодинамической точки зрения. В реальности слои Al_xGa_{1-x}N выращиваются в виде тонких пленок на чужеродных по отношению к составу слоя Al_xGa_{1-x}N подложках. Подложка оказывает существенное влияние на процессы формирования слоя Al_xGa_{1-x}N. Так, например, в работе [4] было обнаружено, что в процессе осаждения пленок Al_xGa_{1-x}N на подложки SiC, выращенные на Si ориентации (111) может возникнуть явление самоорганизации, которое приводит к формированию прослоек (доменов) с составом AlGa_xN, близким к стехиометрическому. Эти прослойки расположены между слоями Al_xGa_{1-x}N с низким содержанием Al, близким по составу к GaN. Граница раздела между прослойками (доменами) AlGa_xN и слоями Al_xGa_{1-x}N с низким процентным содержанием алюминия, резкая. Расположение прослоек (доменов) по толщине слоя пленки апериодическое. Таким образом, в работе [4] был получен сложный полупроводниковый композиционный материал, а не пленка однородного твердого раствора. Еще более отчетливо явление формирования доменной структуры в эпитаксиальных слоях Al_xGa_{1-x}N наблюдалось в работе [5] на подложках SiC, выращенных на Si ориентации (110). И, как показано в работах [5, 6], эти пленки обладают значениями пиро- и пьезокоэффициентов, которые значительно превосходят значения аналогичных коэффициентов у пленок, состоящих из чистых соединений AlN и GaN. Таким образом, на подложках SiC/Si можно формировать нового типа полупроводниковые композитные структуры Al_xGa_{1-x}N.

Очевидно, что механические и деформационные характеристики, такие как твердость и модуль упругости пленок Al_xGa_{1-x}N, как и электрофизические свойства, будут зависеть от состава пленок Al_xGa_{1-x}N, способа их получения и кристаллографической ориентации подложки, на которой слои Al_xGa_{1-x}N будут выращиваться. Поскольку слои Al_xGa_{1-x}N на подложках SiC/Si являются композитными структурами [4–6], состоящими из расположенных параллельно плоскости подложки слоев, с разными механическими модулями, то их механические и деформационные характеристики должны существенно отличаться от механических свойств пленок, состоящих только из чистых соединений AlN и GaN.

Несмотря на важнейшую роль, которую играют пленки Al_xGa_{1-x}N в микроэлектронике, сведения о механических свойствах этих пленок весьма скудны [7, 8], а систематические исследования механических свойств этих структур в мировой литературе отсутствуют. Таким образом, исследование механических свойств пленок Al_xGa_{1-x}N, которое выполнено в настоящей работе, является первым исследованием подобного рода, а данной работой мы открываем цикл исследований посвященных изучению механических свойств эпитаксиальных пленок твердых растворов Al_xGa_{1-x}N, выращенных на подложках кремния с буферным слоем карбида кремния.

Для выращивания эпитаксиальных пленок Al_xGa_{1-x}N, в настоящее время, используют следующие методы: метод молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ), металлорга-

нической газофазной эпитаксии (МОГФЭ) и хлорид-гидридной эпитаксии (ХГЭ). В данной работе мы использовали для роста пленок AlGaN метод ХГЭ. В отличие от методов роста МЛЭ и МОГФЭ метод ХГЭ обеспечивает высокие скорости роста пленок, что позволяет получать толстые пленки соединения AlN, GaN и AlGaN толщиной, превышающей 100 мкм [9, 10]. При росте пленок AlGaN методом ХГЭ, как и в работах [4, 9, 10] в качестве реагентов использовался хлористый водород (HCl) и аммиак (NH₃). Транспортирующим газом является аргон высокой чистоты (Ar), а источниками составляющих элементов, непосредственно участвующих в химической реакции, были металлические галлий (Ga) и алюминий (Al).

Для роста слоев AlGaN были использованы подложки SiC/Si с разной ориентацией исходного Si, а именно для роста слоев SiC использовался Si следующих кристаллографических ориентаций (100), (110) и (111). Использование гибридных подложек SiC/Si для роста таких соединений как AlN, GaN и AlGaN, как показано в работах [1, 2, 9, 10] имеет большое практическое значение, поскольку, именно данные подложки позволяют соединить электронику основанную на широкозонных полупроводниках с традиционной кремниевой электроникой. Кроме того, подложки SiC/Si можно использовать в качестве жертвенного слоя при синтезе толстых слоев AlN, GaN и AlGaN, поскольку слой SiC вместе с подложкой Si можно удалить [10]. Отметим, что отличительной особенностью структур SiC/Si, выращенных методом замещения атомов является то, что под слоем пленки SiC, на границе кремний–пленка карбида кремния, непосредственно в процессе ее образования, формируется слой пор и разветвленных каналов в подложке Si. Причем внутренняя поверхность этих пор и каналов покрыта слоем SiC. Таким образом, выращенные на поверхности SiC/Si эпитаксиальные слои Al_xGa_{1-x}N находятся на этой подложке, как на упругом основании. Для того, чтобы определить воздействие этого “упругого слоя” на свойства слоев Al_xGa_{1-x}N для их роста использовались подложки SiC/Si двух типов. В качестве подложки первого типа выступали подложки SiC/Si. В качестве подложек второго типа были использованы подложки SiC/Si с предварительно сформированным на их поверхности буферным слоем AlN. Этот, более жесткий слой, должен “покрыть” слой SiC, лежащий на поверхности пор в Si и, тем самым, он должен изменить механические свойства подложки, на которой будет выращиваться Al_xGa_{1-x}N. Исследования, проведенные в работе [6] показали, что предварительно осажденный слой AlN существенно меняет пиросвойства пленок Al_xGa_{1-x}N, по сравнению с пиросвойствами пленок выращенных непосредственно на SiC/Si без предварительно осажденного слоя AlN. Таким образом, исследование механических характеристик пленок Al_xGa_{1-x}N, выращенных на подложках SiC/Si являются новой, важной и актуальной проблемой.

2. Постановка задач. Итак, задачей настоящей работы является измерение параметров твердости и модуля упругости пленок AlGaN, выращенных методом ХГЭ на гибридных подложках SiC/Si, синтезированных методом замещения атомов на пластинах Si с кристаллографическими направлениями (001), (011) и (111). Для решения поставленной задачи в работе использовалась экспериментальная методика наноиндентирования, которая отлично себя зарекомендовала в исследованиях различных физико-механических характеристик, как объемных образцов, так и тонких пленок. Наноиндентирование это процесс вдавливания геометрически аттестованного наконечника с одновременной и непрерывной регистрацией силы вдавливания и смещения индентора относительно исходной поверхности исследуемого образца. Следует отметить, что рост гетероструктур типа AlGaN/SiC и AlGaN/AlN/SiC на основе подложек Si с ориентациями (001), (011) и (111) приведет к формированию трех поверхностей с кардинально отличающейся морфологией. Такой эффект был обнаружен в работе [11] на примере тонких пленок оксида галлия, выращенных методом ХГЭ на гибридных подложках SiC/Si(001), SiC/Si(011) и SiC/Si(111). Морфология поверхности существенно влияет

на данные наноиндентирования. В связи с этим перед измерением механических характеристик пленок AlGaN была исследована морфология поверхности образцов AlGaN/SiC/Si и образцов AlGaN/AlN/SiC/Si. Поверхность слоев AlGaN исследовалась с помощью метода атомно-силовой микроскопии АСМ. Для корректного определения параметров твердости и модуля упругости по данным наноиндентирования необходимо заранее знать значения толщин исследуемых пленок. Этот структурный параметр весьма важен, поскольку в стандарте, посвященном механическим экспериментам по вдавливанию четко обозначено, что измерение характеристик пленки нужно осуществлять при глубине погружения менее 10% от толщины исследуемого слоя. В настоящем исследовании толщину пленок AlGaN и буферных слоев AlN оценивали из условий роста.

3. Технология роста и методы исследования. В качестве подложек для роста слоев AlGaN использовали пластины Si с синтезированным наномасштабным слоем SiC. Синтез приповерхностных слоев SiC осуществляли с помощью метода согласованного замещения атомов на подложках Si р-типа проводимости, легированных бором с кристаллографическими направлениями (001), (011) и (111). В случае подложки Si с ориентацией (001) кристалл был отклонен от базового направления на 4° к направлению (111). Пластины Si с ориентациями (011) и (111) были без отклонения от базового направления. Синтез слоев SiC осуществляли в течение 10 минут при температуре 1100°C . Давление внутри реактора во время синтеза было равным 0.5, 0.7 и 2.3 Торр для подложек Si с кристаллографической ориентацией (001), (011) и (111) соответственно. Толщина синтезированных слоев SiC определялась с помощью анализа спектров, полученных методом спектральной эллипсометрии на приборе M-2000D фирмы Woollam. Шероховатость поверхности пленок SiC измерялась методом оптической профилометрии на приборе Zygo New View 6000. Рост тонких пленок AlGaN осуществляли методом ХГЭ на гибридные подложки SiC/Si с буферным слоем AlN и без него. Рост слоев AlGaN проводили при температуре 1020°C в атмосфере аммиака и аргона, общий поток которых был равен 1 и 4 литра в минуту соответственно. Для переноса атомов алюминия и галлия использовался поток хлороводорода равный 0.2 и 0.1 литра в минуту соответственно. В случае пленок AlGaN, выращенных непосредственно на гибридных подложках SiC/Si толщина слоя AlGaN равна 6–9 мкм. Буферный слой AlN толщиной 2–3 мкм формировали методом ХГЭ перед наращиванием пленок AlGaN. Толщина слоев AlGaN в гетероструктурах AlGaN/AlN/SiC/Si составляла 3–5 мкм. Морфология поверхности исследуемых пленок AlGaN была исследована методом АСМ на микроскопе Easy Scan фирмы Nanosurf. Сканирование поверхности осуществлялись в контактном режиме. Измерения параметров твердости и модуля упругости слоев AlGaN проводили с помощью метода наноиндентирования на приборе NanoTest 600 фирмы Micromaterials. Эксперименты по вдавливанию осуществляли индентором Берковича с закруглением вершины наконечника радиусом 100 нм. В настоящем исследовании использовали циклический режим наноиндентирования с 4 циклами нагрузка-разгрузка. При этом в рамках одного эксперимента в одной локации индентор нагружали до 5, 10, 15 и затем до 20 мН. Разгрузку индентора в трех первых циклах осуществляли до силы вдавливания равной 20% от максимальной нагрузки соответствующего цикла. В зависимости от повторяемости экспериментальных данных вдавливание проводилось в 25, 15 и 10 различных локациях для пленок AlGaN на AlN/SiC на Si с кристаллографическими ориентациями (001), (011) и (111) соответственно. Параметры твердости и модуля упругости определяли из анализа данных наноиндентирования с помощью метода Оливера–Фарра [12]. Данные наноиндентирования на начальном этапе вдавливания описывали модернизированным соотношением Герца [13] для взаимодействия жесткого индентора Берковича с упругим полупространством:

$$F(h) = \frac{4}{3} \cdot E' \cdot \sqrt{R} \cdot \omega \cdot h^{2/3} \quad (3.1)$$

где, F – сила, с которой давит индентор, E' – приведенный модуль упругости вблизи поверхности, R – радиус закругления индентора, ω – безразмерный подгоночный коэффициент и h – смещение индентора относительно исходной поверхности. Модификация заключается в добавлении безразмерного коэффициента ω , который предназначен для компенсации геометрических искажений формы индентора от идеальной сферы. Значение коэффициента ω для используемого в настоящих исследованиях индентора Берковича определяли из анализа экспериментальных данных наноиндентирования калибровочного образца из плавленного кварца. По данным наноиндентирования калибровочного образца было определено, что коэффициент ω для используемого наконечника равен 1.09.

4. Анализ результатов. 4.1. Исследование структурных характеристик. Исследование гибридных подложек SiC/Si методом спектральной эллипсометрии показало, что толщины всех слоев SiC, выращенных на подложках Si одинаковы и равны 3 нм. По данным оптической профилометрии шероховатость поверхности всех гибридных подложек SiC/Si составляет 0.4–0.6 нм. Изучение морфологии поверхности тонких пленок AlGaIn-методом АСМ показало, что морфология слоев AlGaIn существенно различна, в зависимости от того на какой из ориентаций подложек Si эти слои были выращены. Это и не удивительно, поскольку в работах [1, 2, 14] было показано, что при росте методом согласованного замещения атомов, только на подложке Si ориентации (111) образуется гладкая поверхность SiC ориентации (111). В случае роста SiC на гранях (001) и (011) Si поверхность слоя SiC покрывается пирамидками с наклонными гранями ориентации (111). В результате эти поверхности похожи на пилообразные структуры. Растут на этих поверхностях пленки AlN, GaN и AlGaIn в виде наклонных по отношению к плоскости подложки гексагональных блоков c -ось которых будет направлена перпендикулярно плоскости структуры SiC(111), т.е. параллельно плоскости SiC(111) будут формироваться плоскости (0001) блоков состоящих из $Al_xGa_{1-x}N$ с различного состава. Такие наклонные гексагональные слои называются полуполярными слоями [15–17]. Растут полуполярные структуры на гибридных подложках SiC/Si, как с буферным слоем AlN, так и без него.

Исследования морфологии показали, что характерные геометрические размеры структурных элементов поверхности слоя AlGaIn на подложках SiC/Si и на подложках AlN/SiC/Si различны. Так, размер пилообразных структур, выращенных на подложке AlN/SiC/Si(001) меньше геометрического размера структур, выращенных на подложке SiC/Si. В случае пленок AlGaIn, выращенных на подложках Si с ориентацией (001) поверхность имеет пилообразную структуру, которая состоит из кластеров в виде хребтов. Среднеквадратичная шероховатость поверхности гетероструктур AlGaIn/SiC/Si(001) и AlGaIn/AlN/SiC/Si(001) равна 810 и 680 нм соответственно. Характерные профили поверхности пленок AlGaIn, сформированных на гибридных подложках SiC/Si(001) с буферным слоем AlN и без него в виде зависимостей высоты профиля Z от длины сечения L представлены на рис. 1. На рис. 1 размерность осей Z и L указана в микрометрах.

Поверхность пленок AlGaIn, выращенных на подложках Si с ориентацией (011) имеет мозаичную структуру с явно выраженными ступенями. По данным АСМ среднеквадратичная шероховатость пленок AlGaIn, сформированных на подложках SiC/Si(011) и AlN/SiC/Si(011) равна 480 и 700 нм соответственно, т.е., в отличие от подложек SiC/Si(001) и AlN/SiC/Si(001) предварительно выращенный слой AlN привел к увеличению шероховатости. Профили поверхности в виде зависимостей высоты профиля Z от длины сечения L для слоев AlGaIn на гетероструктурах SiC/Si(011) и

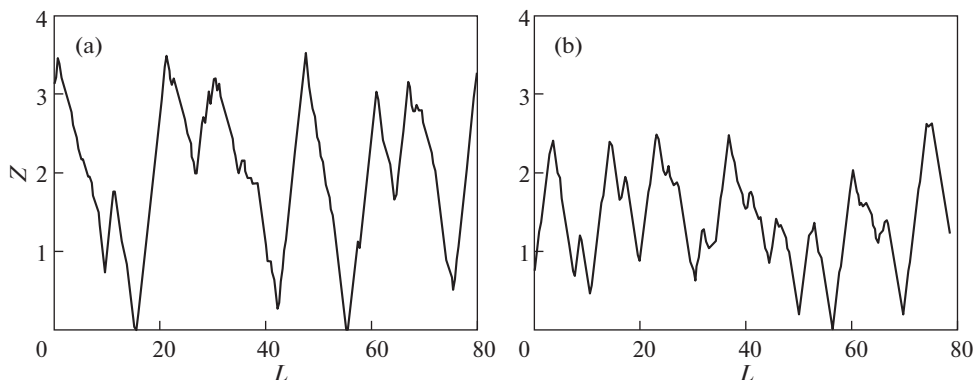


Рис. 1. Профиль поверхности гетероструктур AlGaIn/SiC/Si(001) – (a) и AlGaIn/AlN/SiC/Si(001) – (b).

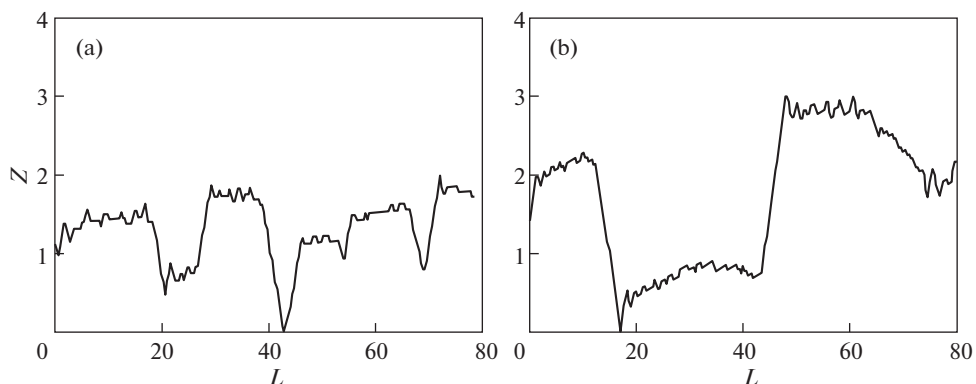


Рис. 2. Профиль поверхности гетероструктур AlGaIn/SiC/Si(011) – (a) и Al-GaIn/AlN/SiC/Si(011) – (b).

AlN/SiC/Si(011) изображены на рис. 2. На рис. 2 размерность осей Z и L указана в микрометрах.

Анализ АСМ-изображений слоев AlGaIn, выращенных на гетероструктурах SiC/Si(111) и AlN/SiC/Si(111) показал, что поверхность в процесс роста сформировалась в виде холмов. При этом среднеквадратичная шероховатость поверхности пленок AlGaIn в обоих случаях равна 60 нм. Профили поверхности в виде зависимостей высоты профиля Z от длины сечения L для образцов AlGaIn/SiC/Si(111) и Al-GaIn/AlN/SiC/Si(111) изображены на рис. 3,а и рис. 3,б соответственно. На рис. 3 размерность осей Z и L указана в микрометрах.

Таким образом, наличие буферного слоя AlN приводит к уменьшению характерных размеров элементов структуры поверхности слоя AlGaIn, выращенного на структуре nano-SiC на Si с ориентацией (001). В случае пленок AlGaIn, сформированных на гибридных подложках SiC/Si(011) буферный слой AlN, напротив, приводит к увеличению элементов структуры поверхности. Предварительное формирование буферного слоя AlN на подложках SiC/Si(111) не влияет на размеры элементов структуры поверхности.

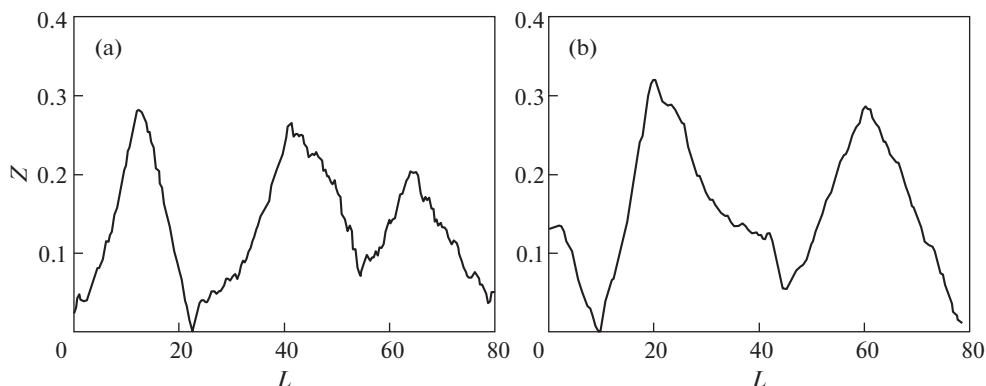


Рис. 3. Профиль поверхности гетероструктур AlGaN/SiC/Si(111) – (a) и AlGaN/AlN/SiC/Si(111) – (b).

4.2. Наноиндентирование пленок AlGaN. В настоящем разделе описаны результаты наноиндентирования тонких пленок AlGaN, выращенных методом ХГЭ на гибридных подложках SiC/Si(001), SiC/Si(011) и SiC/Si(111) с буферным слоем AlN и при его отсутствии.

Данные по наноиндентированию пленок AlGaN, сформированных на подложках SiC/Si(001) и AlN/SiC/Si(001) можно разделить на два типа, отличающиеся друг от друга наклоном кривых нагрузки и разгрузки. Анализ начального этапа вдавливания с учетом соотношения (3.1) показал, что приведенный модуль упругости вблизи поверхности равен 150 ± 50 и 195 ± 60 ГПа для слоев AlGaN на SiC/Si(001) и на AlN/SiC/Si(001), соответственно. В случае наноиндентирования образца AlGaN/SiC/Si(001) метод Оливера-Фарра показывает, что условный 1 тип данных можно охарактеризовать параметрами твердости и приведенного модуля упругости 12.0 ± 1.0 и 260 ± 50 ГПа соответственно. Для 2-го типа данных наноиндентирования гетероструктуры AlGaN/AlN/SiC/Si(001) параметры твердости и приведенного модуля упругости соответствуют значениям 15.7 ± 2.9 и 340 ± 40 ГПа соответственно. Экспериментальные зависимости твердости H и приведенного модуля упругости E_r от контактной глубины погружения индентора в материал h_c изображены на рис. 4. Зависимости для типов данных 1 и 2 отмечены соответствующими цифрами. На рис. 4 размерность осей H и E_r указаны в гигапаскалях, а ось h_c в нанометрах.

В случае анализа методом Оливера-Фарра кривых наноиндентирования гетероструктуры AlGaN/AlN/SiC/Si(001) 1 тип данных соответствует твердости 12.5 ± 2.6 ГПа и приведенному модулю упругости 240 ± 45 ГПа, а 2 тип данных характеризуется твердостью 19 ± 4.6 ГПа и приведенным модулем упругости 330 ± 70 ГПа. Зависимости твердости H и приведенного модуля упругости E_r от глубины контакта индентора с материалом h_c изображены на рис. 5. Зависимости для типов данных 1 и 2 отмечены соответствующими цифрами. На рис. 5 размерность осей H и E_r указаны в гигапаскалях, а ось h_c в нанометрах.

Таким образом, дополнительный буферный слой AlN сформированный на подложках SiC/Si(001) приводит к повышению модуля упругости и твердости слоя AlGaN.

Анализ данных наноиндентирования образца AlGaN/SiC/Si(011) показал, что экспериментальные зависимости на начальном этапе вдавливания можно охарактеризовать приведенным модулем упругости вблизи поверхности равным 190 ± 50 ГПа. При этом параметры твердости и приведенного модуля упругости, рассчитанные методом Оливе-

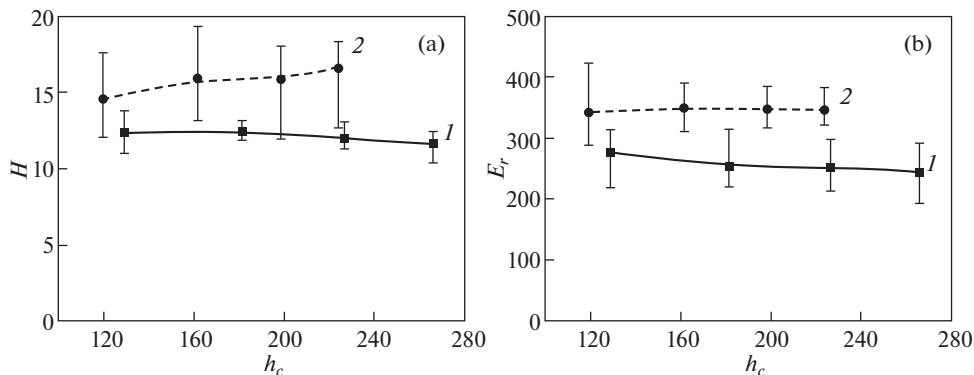


Рис. 4. Зависимости твердости – (а) и приведенного модуля упругости – (б) от контактной глубины погружения для AlGaIn/SiC/Si(001).

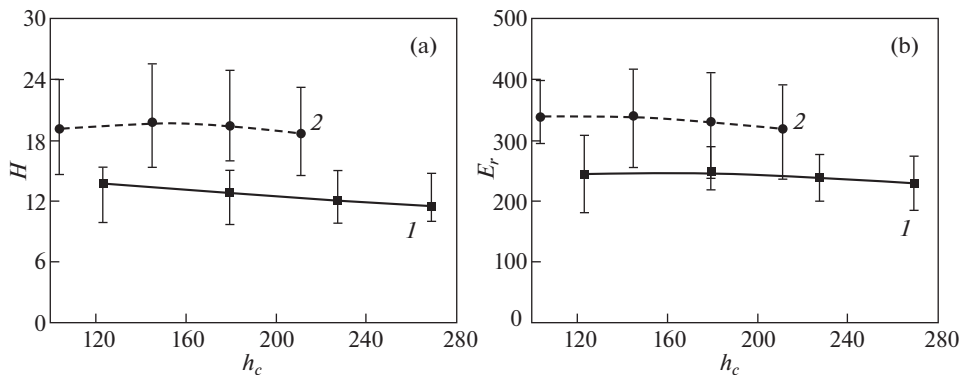


Рис. 5. Зависимости твердости – (а) и приведенного модуля упругости – (б) от контактной глубины погружения для AlGaIn/AlN/SiC/Si(001).

ра–Фарра на контактных глубинах погружения от 130 до 270 нм равны 12.2 ± 1.2 ГПа и 300 ± 40 ГПа соответственно. В случае гетероструктуры AlGaIn/AlN/SiC/Si(011) приведенный модуль упругости вблизи поверхности равен 100 ± 10 ГПа, а значения твердости и приведенного модуля упругости на контактной глубине индентирования от 140 до 260 нм равны 11.8 ± 1.3 ГПа и 260 ± 40 ГПа, соответственно. Соответствующие экспериментальные зависимости параметров твердости H и приведенного модуля упругости E_r от контактной глубины погружения h_c представлены на рис. 6. Цифрами 1 и 2 отмечены зависимости для гетероструктур AlGaIn/SiC/Si(011) и AlGaIn/AlN/SiC/Si(011) соответственно. На рис. 6 размерность осей H и E_r указаны в гигапаскалях, а ось h_c в нанометрах.

Таким образом, если дополнительно сформированный буферный слой AlN на подложках SiC/Si(001) приводит к повышению модуля упругости и твердости слоя AlGaIn, то этот же слой AlN сформированный на подложках SiC/Si(011) приводит к противоположной ситуации, а именно он приводит к уменьшению (незначительному) модуля упругости и прочности, на небольших глубинах индентирования.

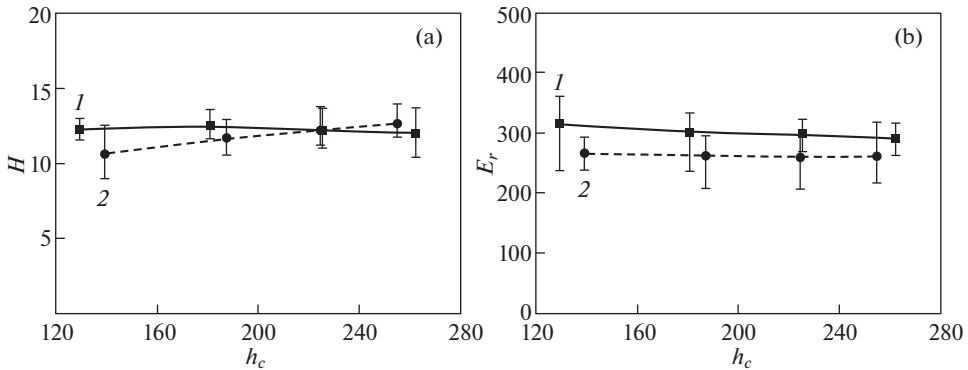


Рис. 6. Зависимости твердости – (а) и приведенного модуля упругости – (б) от контактной глубины погружения для гетероструктур: 1 – AlGaIn/SiC/Si(011) и 2 – AlGaIn/AlN/SiC/Si(011).

В случае измерения пленок AlGaIn, сформированных на гибридной подложке SiC/Si(111) и гетероструктуре AlN/SiC/Si(111) экспериментальные кривые на начальном этапе нагружения соответствуют приведенному модулю упругости вблизи поверхности 310 ± 40 и 160 ± 15 ГПа соответственно. Анализ данных наноиндентирования с контактной глубиной погружения 100–230 нм методом Оливера–Фарра показал, что у пленки AlGaIn на гибридной подложке SiC/Si(111) твердость равна 18.0 ± 3.6 ГПа, а приведенный модуль упругости 300 ± 40 ГПа. В случае гетероструктуры AlGaIn/AlN/SiC/Si(111) параметры твердости и приведенного модуля упругости в интервале контактных глубин погружения от 120 до 240 нм равны 14.1 ± 1.3 и 290 ± 30 ГПа соответственно. Зависимости твердости H и приведенного модуля упругости E_r от контактной глубины погружения h_c для тонких пленок AlGaIn, выращенных на структурах SiC/Si(111) и AlGaIn/AlN/SiC/Si(111) представлены на рис. 7. Зависимости для гетероструктур AlGaIn/SiC/Si(111) и AlGaIn/AlN/SiC/Si(111) обозначены цифрами 1 и 2 соответственно. На рис. 7 размерность осей H и E_r указаны в гигапаскалях, а ось h_c в нанометрах.

Из рис. 7 следует, что модули упругости пленок AlGaIn, выращенных на подложках SiC/Si(111) и AlN/SiC/Si(111) практически неотличимы друг от друга, однако, их твердости различны. Твердость пленок AlGaIn, выращенных на подложке SiC/Si(111) несколько больше, особенно вблизи поверхности, твердости пленок AlGaIn, сформированных на подложке AlN/SiC/Si(111). Интересно отметить, что в работе [6] было обнаружено, что пироккоэффициент слоев AlGaIn, выращенных на подложках AlN/SiC/Si(111), со слоем AlN в два раза превышает пироккоэффициент слоев AlGaIn, сформированных на подложках SiC/Si(111) без подслоя AlN.

5. Заключение. В работе методом наноиндентирования проведены исследования механических и деформационных свойств тонких пленок AlGaIn, сформированных методом ХГЭ на подложках SiC/Si и подложках AlN/SiC/Si с ориентацией Si (001), (011) и (111). Экспериментально была установлена однозначная связь между механическими свойствами (модуль упругости и твердость) структурой поверхности пленок AlGaIn. Методом АСМ были определены параметры среднеквадратичной шероховатости поверхности слоев AlGaIn. Показано, что структура поверхности слоев AlGaIn выращенных на подложках Si с ориентациями (001), (011) и (111) кардинально отличается. Экспериментально обнаружено, что буферный слой AlN существенно влияет на данные наноиндентирования пленок AlGaIn в начальный момент вдавливания, когда

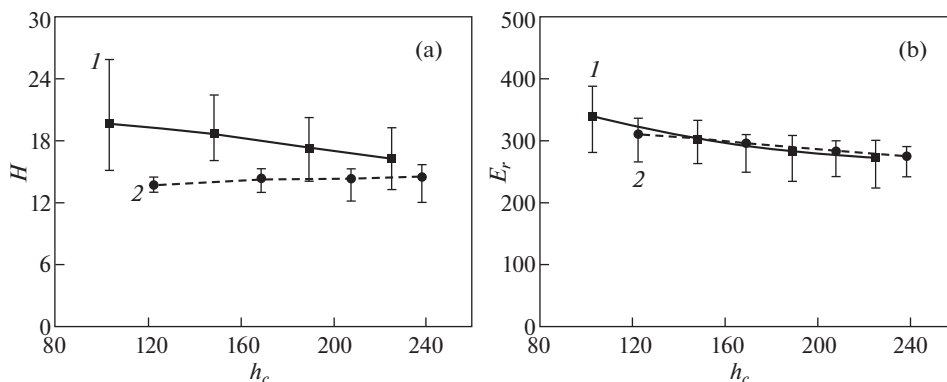


Рис. 7. Зависимости твердости – (а) и приведенного модуля упругости – (б) от контактной глубины погружения для гетероструктур: 1 – AlGaIn/SiC/Si(111) и 2 – AlGaIn/AlN/SiC/Si(111).

происходит преимущественно упругая деформация слоя. В результате исследований было установлено, что буферный слой AlN, выращенный на слоях SiC, сформированных на подложках Si ориентации (001), приводит к увеличению параметра приведенного модуля упругости и твердости слоя AlGaIn вблизи его поверхности. При росте пленок AlGaIn на слоях SiC, сформированных на подложках Si ориентации (011), как показали исследования, возникает обратная ситуация, а именно, присутствие буферного слоя AlN уменьшает значение модуля упругости и понижает прочность слоя AlGaIn на небольших глубинах индентирования. Буферный слой AlN, выращенный на слоях SiC, сформированных на подложках Si ориентации (111) не влияет на механические свойства пленок AlGaIn. Методом Оливера–Фарра были впервые рассчитаны параметры твердости и приведенного модуля упругости слоев AlGaIn, выращенных на гибридных подложках SiC/Si и гетероструктурах AlN/SiC/Si. Обнаружено, что в случае пленок AlGaIn, сформированных на SiC/Si(001) и AlN/SiC/Si(001) данные наноиндентирования можно разделить на два типа данных с различными параметрами твердости и приведенного модуля упругости.

Эти данные открывают новые возможности для управления технологией получения пленок AlGaIn с низкой плотностью дислокаций и трещин, что важно для их применения в микро- и оптоэлектронике.

Финансирование работы. Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ (грант № 20-12-00193).

Благодарности. Исследования проводились с использованием оборудования УНУ “Физика, химия и механика кристаллов тонких пленок” ИПМаш РАН, Санкт-Петербург.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Kukushkin S.A., Osipov A.V.* Nanoscale single-crystal silicon carbide on silicon and unique properties of this material // *Inorganic Materials*. 2021. V. 57. P. 1319–1329. <https://doi.org/10.1134/S0020168521130021>
2. *Кукущкин С.А., Осипов А.В.* Эпитаксиальный карбид кремния на кремнии. Метод согласованного замещения атомов // *Журнал общей химии*. 2022. Т. 94. № 4. С. 547–577. <https://doi.org/10.31857/S0044460X22040023>
3. *Karpov S.Y., Podolskaya N.I., Zhmakin I.A., Zhmakin A.I.* Statistical model of ternary group-III nitrides // *Phys. Rev. B*. 2004. V. 70. P. 235203. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.70.235203>

4. Кукушкин С.А., Шарофидинов Ш.Ш., Осипов А.В., Гращенко А.С., Кандаков А.В., Осипова Е.В., Котляр К.П., Убийвовк Е.В. Самоорганизация состава пленок $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$, выращенных на гибридных подложках SiC/Si // ФТТ. 2021. № 3. С. 363–369.
<https://doi.org/10.21883/FTT.2021.03.50587.234>
5. Шарофидинов Ш.Ш., Кукушкин С.А., Старицын М.В., Солнышкин А.В., Сергеева О.Н., Кантелов Е.Ю., Пронин И.П. Структура и свойства композитов на основе нитридов алюминия и галлия, выращенных на кремнии разной ориентации с буферным слоем карбида кремния // ФТТ. 2022. № 5. С. 522–527.
<https://doi.org/10.21883/FTT.2022.05.52331.250>
6. Солнышкин А.В., Сергеева О.Н., Шустова О.А., Шарофидинов Ш.Ш., Старицын М.В., Кантелов Е.Ю., Кукушкин С.А., Пронин И.П. Диэлектрические и пирозлектрические свойства композитов на основе нитридов алюминия и галлия, выращенных методом хлорид-гибридной эпитаксии на подложке карбида кремния на кремнии // Письма в ЖТФ. 2021. № 9. С. 7–10.
<https://doi.org/10.21883/PJTF.2021.09.50898.18673>
7. Manandhar M.B., Matin M.A. Comparative modelling and thermal analysis of AlGaN/GaN power devices // J. Low Power Electron. Appl. 2021. V. 11 (3). P. 33.
<https://doi.org/10.3390/jlpea11030033>
8. Ben Amar A., Faucher M., Brandli V., Cordier Y., Théron D. Young's modulus extraction of epitaxial heterostructure AlGaN/GaN for MEMS application // Phys. Status Solidi A. 2014. V. 211. № 7. P. 1–5.
<https://doi.org/10.1002/pssa.201330339>
9. Шарофидинов Ш.Ш., Кукушкин С.А., Редьков А.В., Гращенко А.С., Осипов А.В. Рост полупроводниковых III–V гетероструктур на подложках SiC/Si // Письма в ЖТФ. 2019. № 14. С. 24.
<https://doi.org/10.1134/S1063785019070277>
10. Кукушкин С.А., Шарофидинов Ш.Ш. Новый метод получения объемных кристаллов AlN, GaN и AlGaN с использованием гибридных подложек SiC/Si // ФТТ. 2019. № 12. С. 2338–2343.
<https://doi.org/10.21883/FTT.2019.12.48549.51ks>
11. Гращенко А.С., Кукушкин С.А., Николаев В.И., Осипов А.В., Осипова Е.В., Сошников И.П. Исследование анизотропных упругопластических свойств пленок $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$, синтезированных на подложках SiC/Si // ФТТ. 2018. № 5. С. 851–856.
<https://doi.org/10.21883/FTT.2018.05.45776.321>
12. Oliver W.C., Pharr G.M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments // Journal of Materials Research. 1992. V. 7. P. 1564–1583.
<https://doi.org/10.1557/JMR.1992.1564>
13. Hertz H. On the contact of elastic solids // Z. Reine Angew. Math. 1881. V. 92. P. 156–171.
14. Kukushkin S.A., Osipov A.V., Soshnikov I.P. Growth of epitaxial SiC layer on Si (100) surface of n- and p-type of conductivity by the atoms substitution method // Rev. Adv. Mater. Sci. 2017. V. 52. P. 29–42.
15. Bessolov V.N., Konenkova E.V., Kukushkin S.A., Osipov A.V., Rodin S.N. Semipolar gallium nitride on silicon: technology and properties // Rev. Adv. Mater. Sci. 2014. V. 38. P. 75–93.
16. Koryakin A.A., Kukushkin S.A., Osipov A.V., Sharofidinov S.S., Shcheglov M.P. Growth mechanism of semipolar AlN layers by HVPE on hybrid SiC/Si(110) substrates // Materials. 2022. V. 15 (18). P. 6202.
<https://doi.org/10.3390/ma15186202>
17. Корякин А.А., Кукушкин С.А., Осипов А.В., Шарофидинов Ш.Ш., Щеглов М.П. Новый метод релаксации упругих напряжений при росте гетероэпитаксиальных пленок // Изв. РАН. МТТ. 2023 (в печати).