

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. Впервые 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 AlGaN, 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 A^3B^5 , 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 AlGaN, 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) AlGaN 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, используются 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 AlGa_xN-методом АСМ показало, что морфология слоев AlGa_xN 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 AlGa_xN 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 AlGa_xN 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 AlGa_xN, выращенных на подложках Si с ориентацией (001) поверхность имеет пилообразную структуру, которая состоит из кластеров в виде хребтов. Среднеквадратичная шероховатость поверхности гетероструктур AlGa_xN/SiC/Si(001) и AlGa_xN/AlN/SiC/Si(001) равна 810 и 680 нм соответственно. Характерные профили поверхности пленок AlGa_xN, 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 AlGa_xN, выращенных на подложках Si с ориентацией (011) имеет мозаичную структуру с явно выраженными ступенями. По данным АСМ среднеквадратичная шероховатость пленок AlGa_xN, 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 AlGa_xN на гетероструктурах SiC/Si(011) и

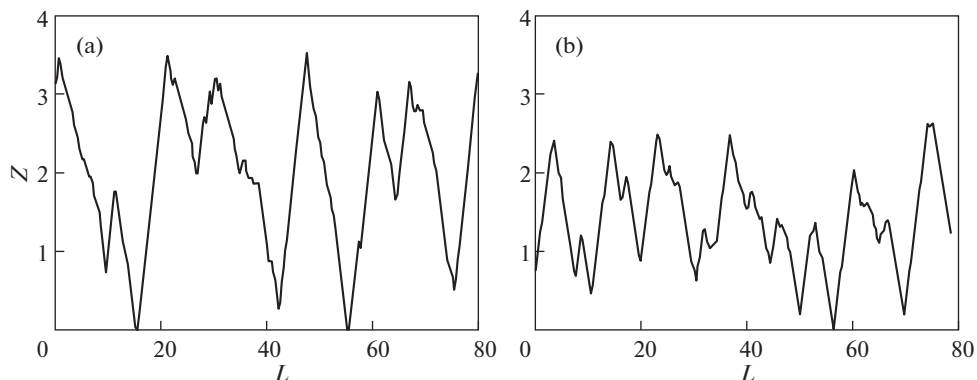


Рис. 1. Профиль поверхности гетероструктур AlGaIn/SiC/Si(001) – (a) и AlGaIn/AlN/SiC/Si(001) – (b).

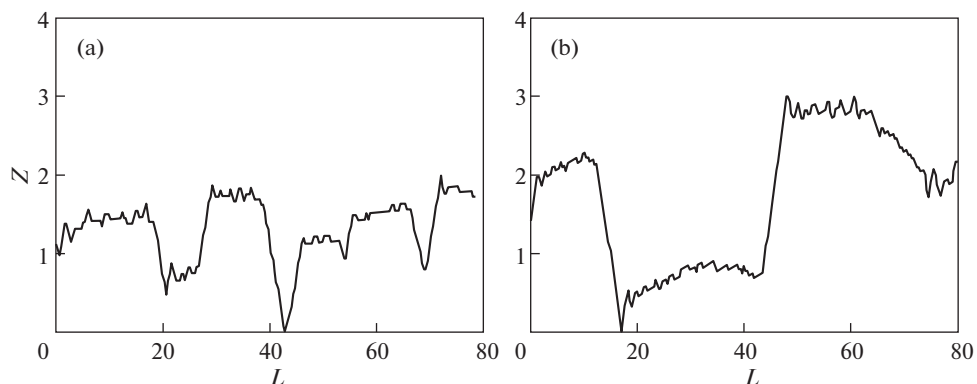


Рис. 2. Профиль поверхности гетероструктур AlGaIn/SiC/Si(011) – (a) и Al-GaIn/AlN/SiC/Si(011) – (b).

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.

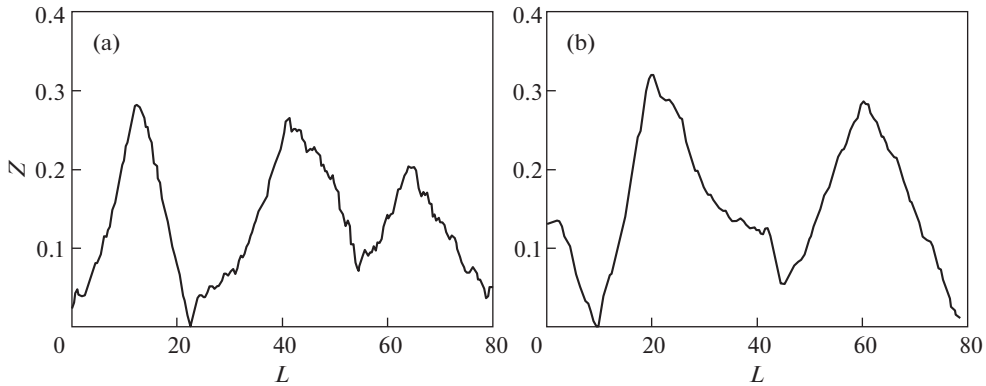


Рис. 3. Профиль поверхности гетероструктур AlGaN/SiC/Si(111) – (a) и AlGaN/AlN/SiC/Si(111) – (b).

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-

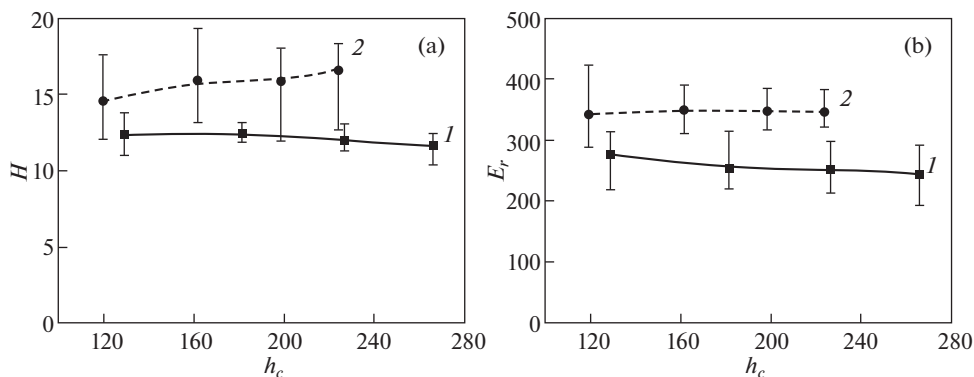


Рис. 4. Зависимости твердости – (а) и приведенного модуля упругости – (б) от контактной глубины погружения для AlGaIn/SiC/Si(001).

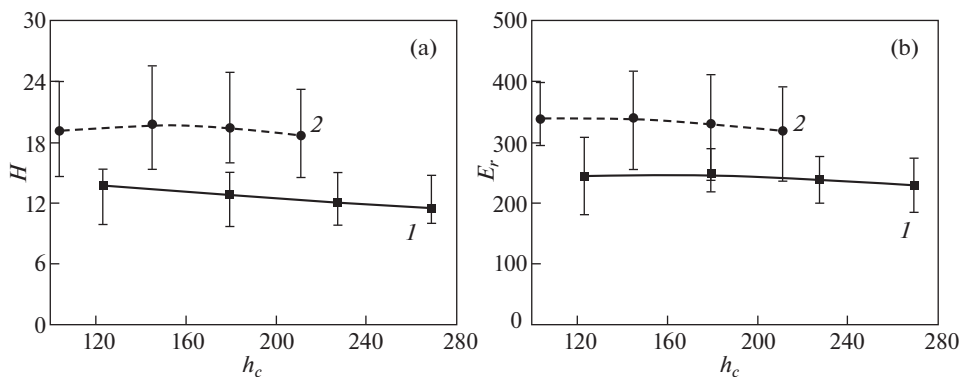


Рис. 5. Зависимости твердости – (а) и приведенного модуля упругости – (б) от контактной глубины погружения для AlGaIn/AlN/SiC/Si(001).

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.

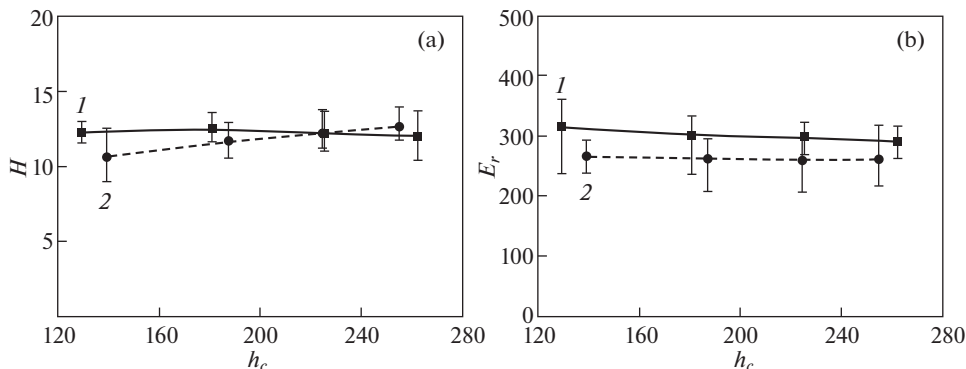


Рис. 6. Зависимости твердости – (а) и приведенного модуля упругости – (б) от контактной глубины погружения для гетероструктур: 1 – AlGaIn/SiC/Si(011) и 2 – AlGaIn/AlN/SiC/Si(011).

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

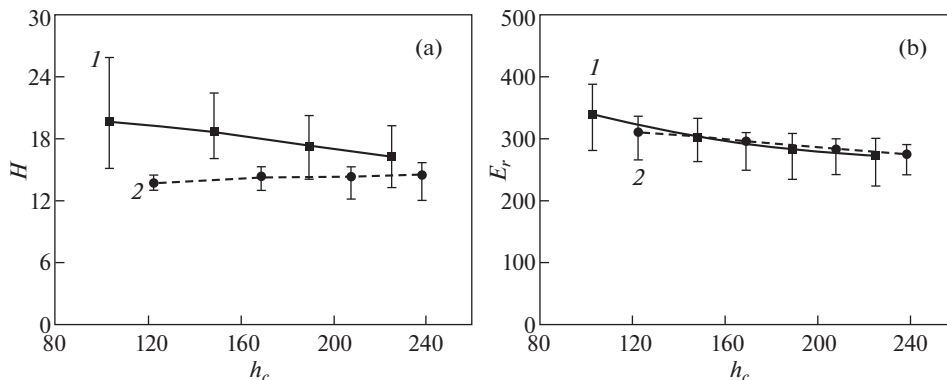


Рис. 7. Зависимости твердости – (а) и приведенного модуля упругости – (б) от контактной глубины погружения для гетероструктур: 1 – AlGa_{0.2}N/SiC/Si(111) и 2 – AlGa_{0.2}N/AlN/SiC/Si(111).

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 AlGa_{0.2}N вблизи его поверхности. При росте пленок AlGa_{0.2}N 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 AlGa_{0.2}N на небольших глубинах индентирования. Буферный слой AlN, выращенный на слоях SiC, сформированных на подложках Si ориентации (111) не влияет на механические свойства пленок AlGa_{0.2}N. Методом Оливера–Фарра были впервые рассчитаны параметры твердости и приведенного модуля упругости слоев AlGa_{0.2}N, выращенных на гибридных подложках SiC/Si и гетероструктурах AlN/SiC/Si. Обнаружено, что в случае пленок AlGa_{0.2}N, 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 AlGa_{0.2}N 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. Кукушкин 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).