

# ИССЛЕДОВАНИЕ ЭПИТАКСИАЛЬНЫХ СЛОЁВ И МОНОКРИСТАЛЛОВ $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> МЕТОДОМ НАНОИНДЕНТИРОВАНИЯ

Л.И. Гузилова<sup>1,2\*</sup>, А.С. Гращенко<sup>3</sup>, А.И. Печников<sup>2,5</sup>, В.Н. Маслов<sup>1</sup>, Д.В. Завьялов<sup>4</sup>,  
В.Л. Абдрахманов<sup>4</sup>, А.Е. Романов<sup>1,2</sup>, В.И. Николаев<sup>1,2,5</sup>

<sup>1</sup> Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, 194021, Санкт-Петербург, Россия

<sup>2</sup> Университет ИТМО, 197101, Санкт-Петербург, Россия

<sup>3</sup> Институт проблем машиноведения РАН, 199178, Санкт-Петербург, Россия

<sup>4</sup> Волгоградский Государственный Технический Университет, 400005, Волгоград, Россия

<sup>5</sup> ООО «Совершенные кристаллы», 194021, Санкт-Петербург, Россия

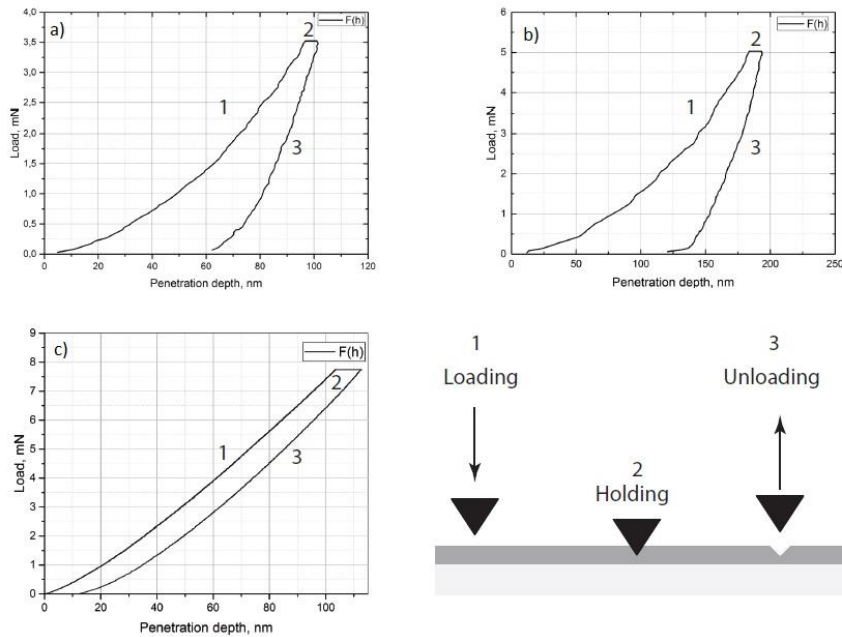
\*e-mail: luba-guzilova@yandex.ru

**Аннотация.** В работе исследованы модуль Юнга и твёрдость монокристаллов и эпитаксиальных слоёв  $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> методом наноиндентирования. Изучались поверхности (100) монокристаллов  $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, полученных методом свободной кристаллизации, и поверхности (-311) и (-201) эпитаксиальных слоёв  $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, выращенных на подложках m- и c-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> при помощи хлоридной эпитаксии. Обработка экспериментальных результатов была выполнена методом Оливера-Фарра. Произведён теоретический расчет модуля Юнга данного материала при помощи теории функционала плотности. Наноиндентированием было получено значение модуля Юнга для поверхности (100) монокристалла  $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 234 GPa. Для эпитаксиальных слоёв  $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> значения твёрдости и модуля Юнга составили для плоскости (-201) 12.5 GPa и 225 GPa соответственно, для плоскости (-311) 17 GPa и 300 GPa.

## 1. Введение

В последние десятилетия активно развивается метод наноиндентирования, позволяющий исследовать механические свойства разномасштабных объектов, как больших кристаллов, так тонких пленок и кластеров. Использование этой техники позволяет определить не только твердость, но и модуль упругости, оценить предел прочности при разрушении [1, 2]. Суть метода наноиндентирования заключается в том, что индентор (обычно алмазная трёхгранная пирамида Берковича или четырёхгранная пирамида Виккерса) проникает в поверхность исследуемого материала, регистрируется отклик системы, строятся кривые нагружения – зависимость приложенной нагрузки от глубины проникновения индентора в поверхность образца. По виду этих кривых и отпечатка, оставленному на поверхности исследуемого образца индентором, можно определить, как деформируется материал (упруго или пластически). В случае тонких пленок для увеличения достоверности результатов измерения глубина проникновения индентора в поверхностный слой ограничена 10 % от общей толщины пленки. Соответственно, при толщине плёнки 1-2 мкм, максимальная глубина проникновения составит 100-200 нм, т.к. при большем значении начинает сказываться влияние подложки на свойства плёнки [1].





**Рис. 1.** Зависимости нагрузки, приложенной на индентор (мН), от глубины проникновения индентора (нм) в поверхности (-201) и (-301) эпитаксиальных слоёв  $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3/\text{m-Al}_2\text{O}_3$  (a) и  $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3/\text{c-Al}_2\text{O}_3$  (b), и в поверхность (100) монокристалла  $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$  (c): 1 – нагрузка; 2 – выдержка под постоянной нагрузкой на индентор; 3 – разгрузка.

Для вычисления значения модуля Юнга  $E$  исследуемого материала нужно подставить полученное значение приведённого (эффективного) модуля Юнга в контакте индентор-поверхность образца  $E_r$  в выражение (4), связывающего их с модулем Юнга индентора  $E_i$ :

$$E_r^{-1} = (1 - \nu_0^2)E^{-1} + (1 - \nu_i^2)E_i^{-1}, \quad (4)$$

где  $\nu_0$  и  $\nu_i$  – коэффициенты Пуассона исследуемого образца и индентора, соответственно.

Коэффициент Пуассона и модуль Юнга алмазного индентора мы принимаем равным 1.05 ТПа и 0.1 соответственно [12]. Полупроводниковые материалы имеют в среднем коэффициент Пуассона порядка 0,3. Исходя из этого утверждения возьмём коэффициент Пуассона для  $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$  равным 0,3 (значение, полученное в результате теоретического расчёта, составляет 0.31-0.33).

В таблице 1 представлены экспериментальные результаты исследования модуля Юнга и твердости эпитаксиальных слоёв и монокристалла  $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ , данные по монокристаллам взяты из [13, 14].

Таблица 1. Данные о модуле Юнга и твёрдости для различных плоскостей кристаллов и плёнок  $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ .

Характеристика	Образец	Эпитаксиальные слои		Кристаллы, полученные Tamura corp. [13]		Монокристалл $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$
		$\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3/\text{c-Al}_2\text{O}_3$	$\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3/\text{m-Al}_2\text{O}_3$	(101)	(-201)	
		(-201)	(-311)			(100)
Твёрдость, ГПа		12,5	17	9,7	12,5	8,91 [14]
Модуль Юнга, ГПа		225	300	230	230	234

Теоретическое исследование модуля упругости кристалла  $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$  было проведено на основе теории функционала плотности. Для данного кристалла вычисление упругих



# STUDY OF $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> EPITAXIAL LAYERS AND SINGLE CRYSTALS BY NANOINDENTATION TECHNIQUE

L.I. Guzilova<sup>1,2\*</sup>, A.S. Grashchenko<sup>3</sup>, A.I. Pechnikov<sup>2,5</sup>, V.N. Maslov<sup>1</sup>, D.V. Zav'yalov<sup>4</sup>,  
V.L. Abdrachmanov<sup>4</sup>, A.E. Romanov<sup>1,2</sup>, V.I. Nikolaev<sup>1,2,5</sup>

<sup>1</sup>Ioffe Institute, St. Petersburg, 194021, Russian Federation

<sup>2</sup>ITMO University, St. Petersburg, 197101, Russian Federation

<sup>3</sup>Institute of Problems of Mechanical Engineering, St. Petersburg, 197178, Russian Federation

<sup>4</sup>Volgograd State Technical University, Volgograd, 400005, Russian Federation

<sup>5</sup>Perfect Crystals LLC, St. Petersburg, 194021, Russian Federation

\*e-mail: luba-guzilova@yandex.ru

**Abstract.** This paper describes the determination of the hardness and the Young's modulus of  $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> single crystals and epitaxial layers by nanoindentation technique. The measurements were performed on (100) plane of  $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> single crystals produced by free crystallisation method and on (-311) and (-201) planes of  $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> epitaxial layers grown on m- and c-oriented sapphire substrates by halide vapour phase epitaxy. The analysis of the experimental data was performed using Oliver-Pharr method. Theoretical values of Young's modulus were calculated by density functional theory. The value of the Young's modulus of 234 GPa was measured for (100)  $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> single crystals. The hardness and the Young's modulus for  $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> epitaxial layers, were 12.5 GPa and 225 GPa for (-201) plane and 17 GPa and 300 GPa for (-311) plane, respectively.

**Acknowledgements.** This research was supported by Russian Science Foundation under Project No 14-29-00086. Work was carried out using the equipment of Unique stand (UNU) "Physics, chemistry and mechanics of crystals and thin films" FSUE IPME RAS.

## References

- [1] A.C. Fischer-Cripps, *Nanoindentation* (Springer, Heidelberg, 2011).
- [2] A.S. Grashchenko, S.A. Kukushkin, A.V. Osipov // *Technical Physics Letters* **40(12)**. (2014) 1114.
- [3] M. Higashiwaki, K. Sasaki, A. Kuramata, T. Masui, S. Yamakoshi // *Applied Physics Letters* **100** (2012) 013504.
- [4] K. Sasaki, M. Higashiwaki, A. Kuramata, T. Masui, S. Yamakoshi // *IEEE Electron Device Letters* **34(4)** (2013) 493.
- [5] K. Kachel, M. Korytov, D. Gogova, Z. Galazka, M. Albrecht, R. Zwierz, D. Siche, S. Golka, A. Kwasniewski, M. Schmidbauer, R. Fornari // *CrystEngComm* **14(24)** (2012) 8536.
- [6] V.I. Nikolaev, A.I. Pechnikov, V.N. Maslov, A.A. Golovatenko, V.M. Krymov, S.I. Stepanov, N.K. Zhumashev, V.E. Bougrov, A.E. Romanov // *Materials Physics and Mechanics* **22(1)** (2015) 59.
- [7] Y. Qu, Zh. Wu, M. Ai, D. Guo, Y. An, H. Yang, L. Li, W. Tang // *Journal of Alloys and Compounds* **680** (2016) 247.

- [8] S. Nakagomi, T. Sai, Y. Kokubun // *Sensors and Actuators, B: Chemical* **187** (2013) 413.
- [9] V.N. Maslov, V.M. Krymov, Blashenkov M.N., A.A. Golovatenko, V. I. Nikolaev // *Technical Physics Letters* **40(4)** (2014) 303.
- [10] V.I. Nikolaev, A.I. Pechnicov, S.I. Stepanov, Sh.Sh. Sharofidinov, A.A. Golovatenko, I.P. Nikitina, A.N. Smirnov, V.E. Bugrov, A.E. Romanov, P. N. Brunkov, D. A. Kirilenko // *Semiconductors* **50(7)** (2016) 980.
- [11] W.C. Oliver, G.M. Pharr // *Journal of Materials Research* **6(7)** (1992) 1564.
- [12] H.J. McSkinin, Jr.P. Andreatch, P. Glynn // *Journal of Applied Physics* **43(3)** (1972) 985.
- [13] <https://www.tamura-ss.co.jp/en/products/gao/index.html>
- [14] L.I. Guzilova, V.N. Maslov, K.E. Aifantis, A.E. Romanov, V.I. Nikolaev // *Scientific and Technical Journal of Information Technologies, Mechanics and Optics* **15(3)** (2015) 546.