

03,07

## Исследование упругих свойств пленок SiC, синтезированных на подложках Si методом замещения атомов

© А.С. Гращенко<sup>1</sup>, С.А. Кукушкин<sup>1,2</sup>, А.В. Осипов<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Институт проблем машиноведения РАН,  
Санкт-Петербург, Россия

<sup>2</sup> Российский государственный педагогический университет им. А.И. Герцена,  
Санкт-Петербург, Россия

<sup>3</sup> Санкт-Петербургский национальный исследовательский университет  
информационных технологий, механики и оптики, Санкт-Петербург, Россия

E-mail: asgrashchenko@bk.ru

Поступила в Редакцию 16 июля 2019 г.

В окончательной редакции 16 июля 2019 г.

Принята к публикации 25 июля 2019 г.

Исследованы упругие свойства наномасштабной пленки карбида кремния, выращенной на кремниевой подложке методом замещения атомов. Впервые методом наноиндентирования измерен модуль Юнга наномасштабного карбида кремния. Методами оптической профилометрии и спектральной эллипсометрии исследованы структурные характеристики пленки карбида кремния на кремнии, а именно, рассчитана шероховатость пленки и ее толщина.

**Ключевые слова:** наноиндентирование, атомное замещение, карбид кремния, карбид кремния на кремнии, модуль Юнга.

DOI: 10.21883/FTT.2019.12.48590.33ks

### 1. Введение

В связи с развитием тонкопленочных технологий, разработка точных и однозначных методик исследования упругих характеристик наноструктур становится одной из важнейших задач материаловедения на современном этапе. На сегодняшний день наиболее эффективной методикой измерения упругих свойств тонких пленок [1–3] является наноиндентирование. Однако даже в случае пленки толщиной порядка 500 nm возникают сложности в точном определении упругих свойств материала пленки, вызванные именно наномасштабностью структуры [4]. В реальной ситуации характерные размеры современных наноструктур могут иметь размеры менее сотни нанометров. Так толщина выращенных методом замещения атомов [5–7] наномасштабных слоев карбида кремния (SiC) на кремнии (Si) не превышает 100 nm. Измерение упругих и других свойств методом наноиндентирования пленок, обладающих подобной толщиной представляет собой весьма сложную задачу. И эта сложность прежде всего связана с тем, что более твердая пленка SiC находится на более мягкой подложке Si. Выделить полезный сигнал непосредственно от пленки из общей реакции такой структуры максимально сложно. Малая толщина пленки и пористая структура подложки лишь усугубляет ситуацию. Таким образом, цель настоящей работы заключается в исследовании упругих характеристик пленки SiC, выращенной на Si методом атомного замещения.

### 2. Методика эксперимента

В настоящей работе были изучены упругие и структурные свойства пленки SiC, выращенной на кремниевой подложке методом химического замещения атомов [5–7]. Рост SiC осуществлялся на плоскости (111) подложки Si *p*-типа проводимости, легированной бором. Синтез SiC проводили в течение 15 min в смеси монооксида углерода CO и силана SiH<sub>4</sub> при температуре 1290°C и при давлении в камере синтеза равном 2 Torr. Толщина синтезированного слоя определялась методом эллипсометрии на основании анализа эллипсометрических спектров, полученных на эллипсометре VUVase J.A. Woollam. Шероховатость поверхности SiC была рассчитана на основании 3D-изображений, полученных при помощи оптического профилометра Zygo New View 6000. Модуль Юнга пленки был измерен методом наноиндентирования на приборе NanoTest 600. Наноиндентирование мы осуществляли при помощи алмазного индентера Берковича, который имеет форму равносторонней треугольной пирамиды с закруглением в вершине радиусом 100 nm. Измерения модуля Юнга мы измеряли двумя способами. В первом из них, для измерения модуля Юнга наноиндентирование проводилось только в чисто упругой области. При этом, полученные данные описывали с помощью соотношения Герца [8] для сферического индентера. Поскольку индентер Берковича только на конце является сферическим, то в данном случае соотношение Герца для сферических индентеров

необходимо было модифицировать следующим образом:

$$F = \frac{4}{3} E' h \beta \sqrt{R h}, \quad (1)$$

где  $F$  — сила, с которой давит индентер,  $E'$  — приведенный модуль Юнга,  $h$  — смещение индентора после контакта с поверхностью исследуемого образца,  $\beta$  — безразмерная константа, которая учитывает не идеальность геометрии индентора и  $R$  — радиус закруглением в вершине индентора. Модификация заключается в добавлении подгоночного члена  $\beta$ , учитывающий геометрические различия. Модуль Юнга пленки SiC находили из соотношения

$$1/E' = (1 - \mu_e^2)/E_e + (1 - \mu_i^2)/E_i, \quad (2)$$

где  $\mu$  — коэффициент Пуассона,  $E$  — модуль Юнга, индексы  $e$  и  $i$  относятся к исследуемому материалу и материалу индентора соответственно.

При втором способе измерения, при наноиндентировании мы варьировали максимальную глубину проникновения индентора в материал. Было выполнено пять наноиндентирований для каждой максимальной глубины проникновения в интервале от 20 до 400 nm. Данные экспериментов обрабатывали по методике Оливера–Фарра [9], после чего результаты были усреднены по каждой максимальной глубине проникновения и построена зависимость приведенного модуля Юнга от контактной глубины. Величину модуля Юнга пленки SiC определяли путем сопоставления экспериментальной зависимости с теоретической моделью, предложенной в [10], и экспериментально апробированной в работе [11].

$$1/E' = (1 - \mu_f^2)(1 - e^{-\alpha t/h})/E_f + (1 - \mu_s^2)e^{-\alpha t/h}/E_s + (1 - \mu_i^2)/E_i; \quad (3)$$

в (3) индексы  $f$  и  $s$  относятся к материалу пленки и подложки соответственно,  $t$  — толщина пленки,  $\alpha$  — эмпирическая константа. Все сопоставления экспериментальных данных по наноиндентированию с теоретическими функциями осуществляли с помощью метода наименьших квадратов.

### 3. Результаты исследований

Анализ толщины и состава исследуемого образца был выполнен с помощью спектральной эллипсометрии [12]. На рис. 1 приведены зависимости вещественной и мнимой части диэлектрической проницаемости от энергии фотонов. Сплошная линия — вещественная часть, пунктирная линия — мнимая часть. Полученный спектр удалось описать двухслойной эллипсометрической моделью [13]. Отметим, что однослойная эллипсометрическая модель не позволяет добиться совпадения теоретической и экспериментальной части. Анализ

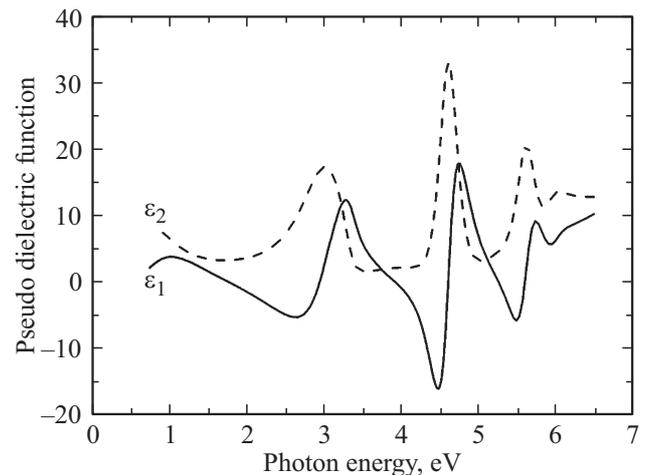


Рис. 1. Вещественная ( $\epsilon_1$ ) и мнимая части ( $\epsilon_2$ ) диэлектрической проницаемости от энергии фотонов пленки SiC, выращенной на Si.

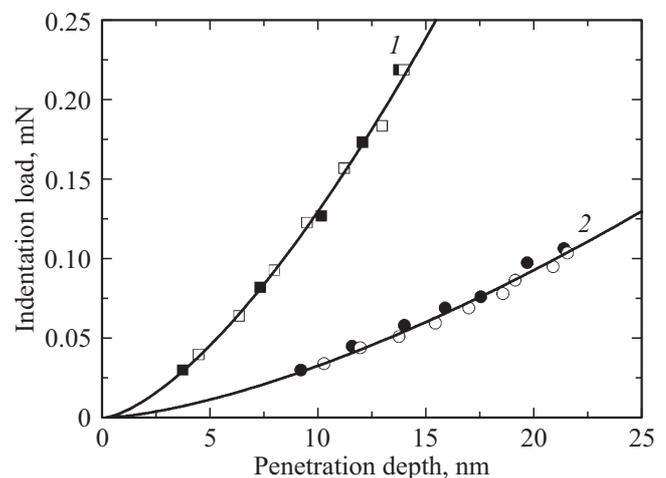
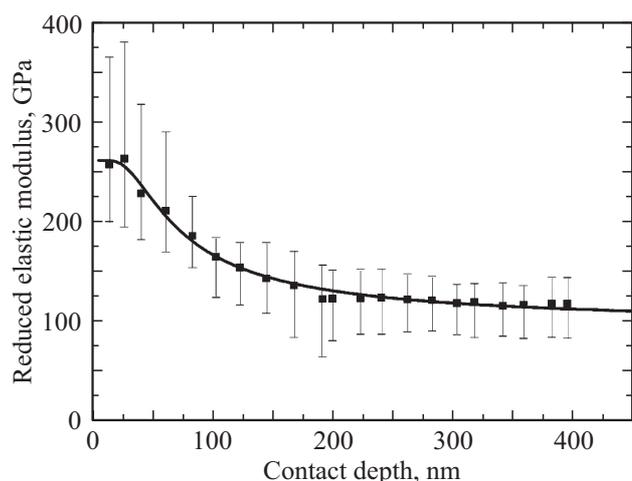


Рис. 2. Зависимость приложенной силы от смещения индентора при упругом наноиндентировании. Черные точки — нагрузка, белые точки — разгрузка, 1 — пленка SiC на Si, 2 — плавленый кварц, сплошная линия — теоретическая функция (2).

эллипсометрического спектра данного образца привели к выводу, что пленка SiC в данном случае двухслойная. Поверхностный слой толщиной 100 nm состоит из 3C политипа SiC, который дополнительно содержит менее 3% кристаллического углерода. Нижний слой является твердым раствором 6H политипа SiC и Si, а его толщина равна 20 nm. То есть, по данным эллипсометрии общая толщина пленки составляет 120 nm.

Исследования морфологии поверхности пленки SiC было осуществлено с помощью оптического профилометра. В результате этих исследований можно сделать следующие выводы. Исследуемая пленка однородна по всей поверхности и не имеет крупных дефектов, таких как ямы и трещины. Максимальная высота профиля, то есть разница между самой нижней и самой высокой



**Рис. 3.** Зависимости приведенного модуля Юнга системы SiC на Si от контактной глубины погружения. Точки — экспериментальные данные, сплошная линия — функция (4).

точками на площадке размером 105 на 140  $\mu\text{m}$  не превышает 26 nm. Среднеквадратичная шероховатость пленки SiC на той же площади равна 3 nm.

Исследования упругих характеристик пленки SiC проводили с помощью метода наноиндентирования двумя способами. В первом случае исследовали упругий сегмент наноиндентирования (см. рис. 2), в котором вся деформация имеет чисто упругий характер. На рис. 2 представлены экспериментальные данные упругого наноиндентирования, то есть зависимость приложенной силы от глубины погружения индентера для пленки SiC на Si и плавленого кварца с известными упругими характеристиками. Черными и белыми точками выделены экспериментальные данные, соответствующие нагрузке и разгрузке соответственно. Сплошными линиями отмечена теоретическая функция (2). По расчетам при  $\beta = 1.09$  модуль Юнга калибровочного кварца равен заявленному значению, а модуль пленки SiC равен 365 GPa.

Во втором случае модуль Юнга пленки определяли путем сопоставления экспериментальной зависимости приведенного модуля Юнга системы SiC на Si от контактной глубины погружения обозначенную точками и теоретической функции (4) отмеченную сплошной линией (см. рис. 3). Для расчетов толщину пленки SiC брали из анализа данным эллипсометрии. По результатам сопоставления функции (4) с экспериментальной модуль Юнга пленки SiC равен 328 GPa. Отметим, что погрешность в измерениях не превышала 25%. Такая погрешность вызвана в первую очередь шероховатостью поверхности пленки SiC и пористой структурой модифицированного кремния под ней.

#### 4. Заключение

Таким образом, показано, что метод наноиндентирования хорошо подходит для анализа упругих характе-

ристик не только микронных по толщине пленок, но и пленок, имеющих нанометровые толщины. Апробированы два метода измерения модуля Юнга твердой наномасштабной пленки на мягкой пористой подложке. Впервые методом наноиндентирования были исследованы упругие свойства пленки SiC, выращенной на Si методом атомного замещения и измерен модуль Юнга.

#### Финансирование работы

С.А. Кукушкин частично выполнял данную работу в рамках проектной части гос. задания, проект № 16.2811.2017/4.6 Министерства науки и высшего образования РФ. Экспериментальные исследования выполнялись с использованием уникальной научной установки „Физика, химия, и механика кристаллов и тонких пленок“ (ИПМаш РАН, Санкт-Петербург). А.В. Осипов выполнял эту работу в рамках проекта РНФ № 19-72-30004.

#### Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

#### Список литературы

- [1] A.C. Fischer-Cripps. Nanoindentation. Heidelberg, Springer (2011). 277 p.
- [2] A.S. Grashchenko, S.A. Kukushkin, A.V. Osipov. Tech. Phys. Lett. **40**, 1114 (2014).
- [3] A.S. Grashchenko, S.A. Kukushkin, A.V. Osipov. Mater. Phys. Mech. **24**, 35 (2015).
- [4] А.Р. Шугуров, А.В. Панин, К.В. Оскомов. ФТТ **50**, 1007 (2008).
- [5] С.А. Кукушкин, А.В. Осипов. ФТТ **50**, 1188 (2008).
- [6] S.A. Kukushkin, A.V. Osipov. J. Appl. Phys. **113**, 4909 (2013).
- [7] S.A. Kukushkin, A.V. Osipov. J. Phys. D **47**, 313001 (2014).
- [8] H. Hertz. Z. Reine Angew. Mathematik **92**, 156 (1881).
- [9] W.C. Oliver, G.M. Pharr. J. Mater. Res. **7**, 1564 (1992).
- [10] M.F. Doerner, W.D. Nix. J. Mater. Res. **1**, 601 (1986).
- [11] A.S. Grashchenko, S.A. Kukushkin, A.V. Osipov, A.V. Redkov. J. Phys. Chem. Solids **102**, 151 (2017).
- [12] M. Losurdo, K. Hingerl. Ellipsometry at the Nanoscale. Springer (2013).
- [13] С.А. Кукушкин, А.В. Осипов. ФТП **47**, 1575 (2013).

Редактор К.В. Емцев