

## Исследование сопротивления механической деформации эпитаксиальных слоев $\alpha$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> методом наноиндентирования

© 2021

Гузилова Любовь Игоревна\*<sup>1,3</sup>, исполняющий обязанности младшего научного сотрудника  
Гращенко Александр Сергеевич<sup>2,4</sup>, младший научный сотрудник  
Николаев Владимир Иванович<sup>1,5</sup>, кандидат физико-математических наук,  
заведующий лабораторией, ведущий научный сотрудник

<sup>1</sup>Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук, Санкт-Петербург (Россия)

<sup>2</sup>Институт проблем машиноведения Российской академии наук, Санкт-Петербург (Россия)

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

<sup>3</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4205-3226>

<sup>4</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4746-4238>

<sup>5</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5630-0833>

**Аннотация:** Оксид галлия (Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) – широкозонный полупроводниковый материал, обладающий шириной запрещенной зоны  $E_g=4,8-5,0$  эВ, высокой проводимостью ( $\lambda\sim 10,9-27,0$  Вт/(м·К)), радиационной и химической стойкостью. Ширина его запрещенной зоны и проводимость позволяют в перспективе использовать его в конструкциях силовых приборов и оптоэлектронных устройств, чтобы увеличить их энергоэффективность, т. е. уменьшить нагрев и увеличить производительность. Радиационная стойкость, высокое поле пробоя, асимметрия оптических свойств Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> делают перспективным его использование при проектировании УФ-фотоприемников и космической техники. Электрические и оптические свойства Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> изучены достаточно полно, систематические же данные о его физико-механических свойствах (твердость, модуль Юнга, трещиностойкость) отсутствуют. В работе исследована деформация в эпитаксиальных слоях  $\alpha$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> при наноиндентировании. Для индентирования использовался твердомер NanoTest (Micro Materials Ltd.). Исследовалась поверхность (0001) кристаллических слоев  $\alpha$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, полученных в процессе хлоридной газовой эпитаксии на сапфировые (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) подложки базисной (0001) ориентации. Впервые экспериментально получены значения твердости и модуля Юнга  $\alpha$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> с использованием метода Оливера – Фарра. В зависимостях нагрузки на индентор от глубины его проникновения наблюдалось отклонение от линейного хода, в том числе релаксация напряжений, связанная с “pop-in” эффектом. Средние значения нанотвердости  $H$  и модуля Юнга  $E$   $\alpha$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> составили 17 и 281 ГПа соответственно. Полученные значения  $H$  и  $E$  демонстрируют более высокие характеристики по сравнению с изученными ранее эпитаксиальными слоями  $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Это различие можно объяснить более плотной упаковкой структуры  $\alpha$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (тип корунд), чем у моноклинного  $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Обнаружено, что  $\alpha$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> по своим механическим свойствам превосходит большинство полупроводниковых материалов, уступая лишь нитриду галлия (GaN) и сапфиру (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>).

**Ключевые слова:** оксид галлия; эпитаксиальные слои; эпитаксиальные слои  $\alpha$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>;  $\alpha$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; наноиндентирование; механические свойства; “pop-in” эффект.

**Благодарности:** Л.И. Гузилова, В.И. Николаев выполняли свою часть работы в рамках темы «Фундаментальные проблемы физики и химии наноструктурированных и нанокompозитных материалов и приборных структур, физические свойства монокристаллических и неупорядоченных материалов» госзадания № 0040-2014-0007. А.С. Гращенко выполнял свою часть работы в рамках госзадания ФГУП ИПМаш РАН № АААА-А18-118012790011-3.

Статья подготовлена по материалам докладов участников X Международной школы «Физическое материаловедение» (ШФМ-2021), Тольятти, 13–17 сентября 2021 года.

**Для цитирования:** Гузилова Л.И., Гращенко А.С., Николаев В.И. Исследование сопротивления механической деформации эпитаксиальных слоев  $\alpha$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> методом наноиндентирования // Frontier Materials & Technologies. 2021. № 4. С. 7–16. DOI: 10.18323/2782-4039-2021-4-7-16.

### ВВЕДЕНИЕ

Оксид галлия (Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) – широкозонный полупроводниковый материал, обладающий высокими теплопроводностью, химической и радиационной стойкостью [1; 2]. Благодаря этим свойствам в перспективе он может использоваться в конструкциях силовых приборов [3; 4] и оптоэлектронных устройств [5], УФ-фотоприемников [6; 7] и космической техники [8]. Существующие устройства высокой мощности имеют ограничения, связанные с их работой при высоких температуре и напряжении. Относительно небольшой размер подложки и отсутствие сбалансированных легирующих добавок также остаются слабы-

ми местами существующих устройств. Решением данной технической проблемы может служить использование в конструкции подобных устройств Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> [3; 4]. Ширина его запрещенной зоны ( $E_g=4,8-5$  эВ [1; 2]) и высокая проводимость ( $\lambda_{[100]}=10,9$  Вт/(м·К),  $\lambda_{[201]}=13,3$  Вт/(м·К),  $\lambda_{[001]}=14,7$  Вт/(м·К),  $\lambda_{[110]}=27,0$  Вт/(м·К) [1; 2]) позволят снизить нагрев и увеличить производительность не только силовых приборов, но и оптоэлектронных устройств [5]. Нечувствительные к солнечной радиации УФ-фотоприемники на основе Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> демонстрируют достаточную скорость отклика при высокой работоспособности в условиях высоких температур и космического и УФ-излучений. Это достигается благодаря

высоким значениям радиационной стойкости и поля пробоя Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Кроме того, асимметрия оптических свойств Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, его механические свойства и легкая интеграция с другими оксидными полупроводниками позволяют проектировать уникальные передовые приборы и устройства, такие как лавинные фотоприемники, фототранзисторы, узкополосные фотоприемники, матрицы фотоприемников, детекторы рентгеновского излучения и интегрированные генераторы нанозлектромеханических систем для измерения и визуализации УФ-излучения в реальном времени [6–8].

Оксид галлия обладает полиморфизмом: различают термически стабильный β-полиморф, который по многим параметрам уступает α-Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, имеющему наиболее широкую запрещенную зону и становящемуся стабильным при высоком давлении [9]. Благодаря высокой радиационной стойкости α-Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> [8; 10] перед ним открывается перспектива его использования в приборах, эксплуатирующихся в различных химически и радиационно-агрессивных средах, например в условиях космического γ-излучения.

Метаустойчивый при атмосферном давлении α-Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> при нагреве превращается в термостабильный β-Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> при температурах выше 600 °С [11]. Обратное превращение (β-Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>→α-Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) возможно при давлении 6,5–7,0 ГПа в атмосфере азота [12]. α-Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> обладает ромбоэдрической решеткой типа корунд, параметры решетки, полученные расчетом из первых принципов, составляют:  $a=53,3$  нм;  $\alpha=55,90^\circ$ ,  $a_{\text{гекс}}=49,9$  нм;  $c_{\text{гекс}}=134,5$  нм [13].

Электронные, оптические и транспортные свойства Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> изучены достаточно полно [1; 2], чего нельзя пока сказать об их механических свойствах. Вместе с тем эти свойства крайне важны, поскольку в полупроводниковой технологии существуют операции и механического характера, такие как резка, шлифовка и полировка пластин. Механические свойства также интересны для развития технологии, так как их необходимо учитывать при росте кристаллов и тонких слоев, используемых в конструкциях полупроводниковых приборов. Данные о прочности требуются и для определения эксплуатационных параметров приборов.

Термомеханические напряжения, возникающие во время роста кристаллов, могут оказывать огромное влияние на их структурное качество путем увеличения количества возникающих дефектов различных типов: дислокаций, двойниковых границ и микротрещин [14–17]. Остаточные напряжения после завершения формирования кристаллов также играют значительную роль, например, они приводят к деградации гетероструктур электронных устройств на основе Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, особенно при экстремальных условиях их эксплуатации (при высокой температуре, высоком давлении, в полях высоких энергий). В [14; 15] при помощи наноиндентирования установлено, что доминирующими дефектами, возникающими в объеме монокристаллической пластины β-Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> при механической деформации, являются краевые дислокации с вектором Бюргерса  $b \parallel [010]$ , дефекты упаковки, параллельные плоскости (100), и двойниковые границы, параллельные  $(\bar{2}01)$ .

Известно, что химические связи между атомами в приповерхностных слоях слабее, что способствует образованию большего количества дефектов. Вместе с тем

исследование приповерхностного слоя позволяет дать адекватные оценки поведения материала в целом. В частности, с помощью микро- и наноиндентирования поверхности образца получают значения твердости ( $H$ ) и модуля Юнга ( $E$ ), являющиеся одними из основных механических показателей, присущих материалу. Результаты микро- и наноиндентирования поверхностей (100), (010) и  $(\bar{2}01)$  эпитаксиальных слоев и объемных кристаллов β-Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> показывают ярко выраженную анизотропию его механических свойств. Так, при нормальных условиях для различных направлений твердость  $H_{[010]}=6$  ГПа [18],  $H_{[100]}=8,9–9,0$  ГПа [19; 20],  $H_{[\bar{2}01]}=12,5$  ГПа [20; 21] и модуль упругости  $E_{[100]}=234$  ГПа,  $E_{[\bar{2}01]}=225$  ГПа [20; 21]. Экспериментальные работы, посвященные изучению других полиморфов Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, отсутствуют, хотя метастабильная фаза α-Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, благодаря своим, как предполагается, относительно высоким механическим характеристикам, перспективна для применения в качестве защитных покрытий.

Цель работы – получение систематических данных о механических характеристиках (твердости  $H$  и модуле Юнга  $E$ ) эпитаксиальных слоев метастабильного α-Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и их деформации в процессе наноиндентирования.

## ОБРАЗЦЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

В работе исследовались эпитаксиальные слои α-Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, полученные в процессе хлоридной газовой эпитаксии (Halide Vapour Phase Epitaxy, или HVPE) в реакторе, разработанном ООО «Совершенные кристаллы» [22]. Слои осаждались на сапфировые (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) подложки базисной ориентации (0001). Эпитаксия осуществлялась при температуре около 500 °С со скоростью осаждения 8–12 мкм/ч. Участвующий в газотранспортной реакции хлорид галлия синтезировался непосредственно в зоне источника реактора при пропускании газообразного хлористого водорода (HCl 99,999 %) над металлическим галлием (Ga 99,9999 %). Для реакции образования Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> применялся кислород марки ВЧ (99,998 %). Выход реакции синтеза GaCl составлял более 80 %. Рост слоев оксида галлия проводился в условиях избыточного потока кислорода. Отношение прекурсоров элементов групп VI/III было в диапазоне от 2 до 20. Изменение соотношения VI/III достигалось путем изменения потока HCl через источник галлия от 0,15 до 1,5 мл/мин при неизменном потоке кислорода 3 мл/мин. В качестве газоносителя использовался аргон марки ВЧ (99,998 %) Ар-кал. Общий газовый поток через реактор составлял 15 мл/мин. После окончания эпитаксии гетероструктура α-Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> охлаждалась в потоке аргона до комнатной температуры.

Толщина слоев, определенная при помощи растрового электронного микроскопа Phenom Pto X по сколам подложки с оксидным слоем, составила 11 мкм. Спектры оптического пропускания исследовались с помощью дифференциального спектрофотометра SPECORD UV-VIS, в канал сравнения помещалась сапфировая подложка без оксидного слоя. Структурные параметры слоев оксидов галлия исследовались методами рентге-

новской дифракции на базе трехкристального рентгеновского дифрактометра (ТРД) высокого разрешения с использованием кристаллов германия в качестве анализатора и монохроматора на рефлексах (004) для  $\text{CuK}\alpha 1$ . Данные рентгеновской дифракции показали, что эпитаксиальные слои  $\alpha\text{-Ga}_2\text{O}_3$  являются структурно однородными и имеют ориентацию (0001), как и подложка  $\text{Al}_2\text{O}_3$  [22].

Для исследований использовался твердомер NanoTest (Micro Materials Ltd.). Для достоверности результатов в методике индентирования покрытий требуется выполнение следующего условия: глубина, на которую происходит вдавливание индентора в поверхность, не должна превышать 10 % от толщины слоя, что позволяет избежать влияния подложки на получаемые результаты [23].

Процесс наноиндентирования производился с использованием трехгранной алмазной пирамидки Берковича. В процессе наноиндентирования к исследуемой поверхности посредством алмазной пирамидки прилагалась сила ( $F$ ), при этом регистрировалась глубина внедрения пирамидки в приповерхностный слой ( $h$ ). После снятия нагрузки регистрировались восстановление поверхности и остаточная деформация. По полученным данным строились кривые нагружения  $F(h)$ . При увеличении нагрузки может происходить как упругая, так и пластическая деформация. Разгрузочная ветвь кривых  $F(h)$  позволила рассчитать модуль Юнга ( $E$ ) образца по методу Оливера – Фарра [24; 25]. Расчет твердости ( $H$ ) также производится по методу Оливера – Фарра [24; 25] по следующей формуле:

$$H = \frac{P_{\max}}{A_c} = \frac{P_{\max}}{24,5h_c^2}, \quad (1)$$

где  $P_{\max}$  – максимальная нагрузка, приложенная на индентор;

$A_c$  – контактная площадь под индентором;

$h_c$  – контактная глубина.

Для вычисления модуля упругости  $E$  слоя необходимо рассчитать приведенный (эффективный) модуль Юнга  $E_r$  в контакте индентор – поверхность по формуле

$$E_r = \frac{S}{2\beta} \frac{\sqrt{\pi}}{\sqrt{A_c}}, \quad (2)$$

где  $S$  – жесткость контакта  $S = \frac{dP}{dh}$ ;

$\beta$  – постоянная, равная 1,034 для индентора Берковича [23].

Модуль упругости слоя  $E$  рассчитывается из следующего соотношения:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-v^2}{E} + \frac{1-v_i^2}{E_i}, \quad (3)$$

где  $E_i$  и  $v_i$  – модуль упругости и модуль Пуассона алмазного индентора Берковича соответственно.  $E_i=1,05 \cdot 10^3$  ГПа;  $v_i=0,1$  [26].

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

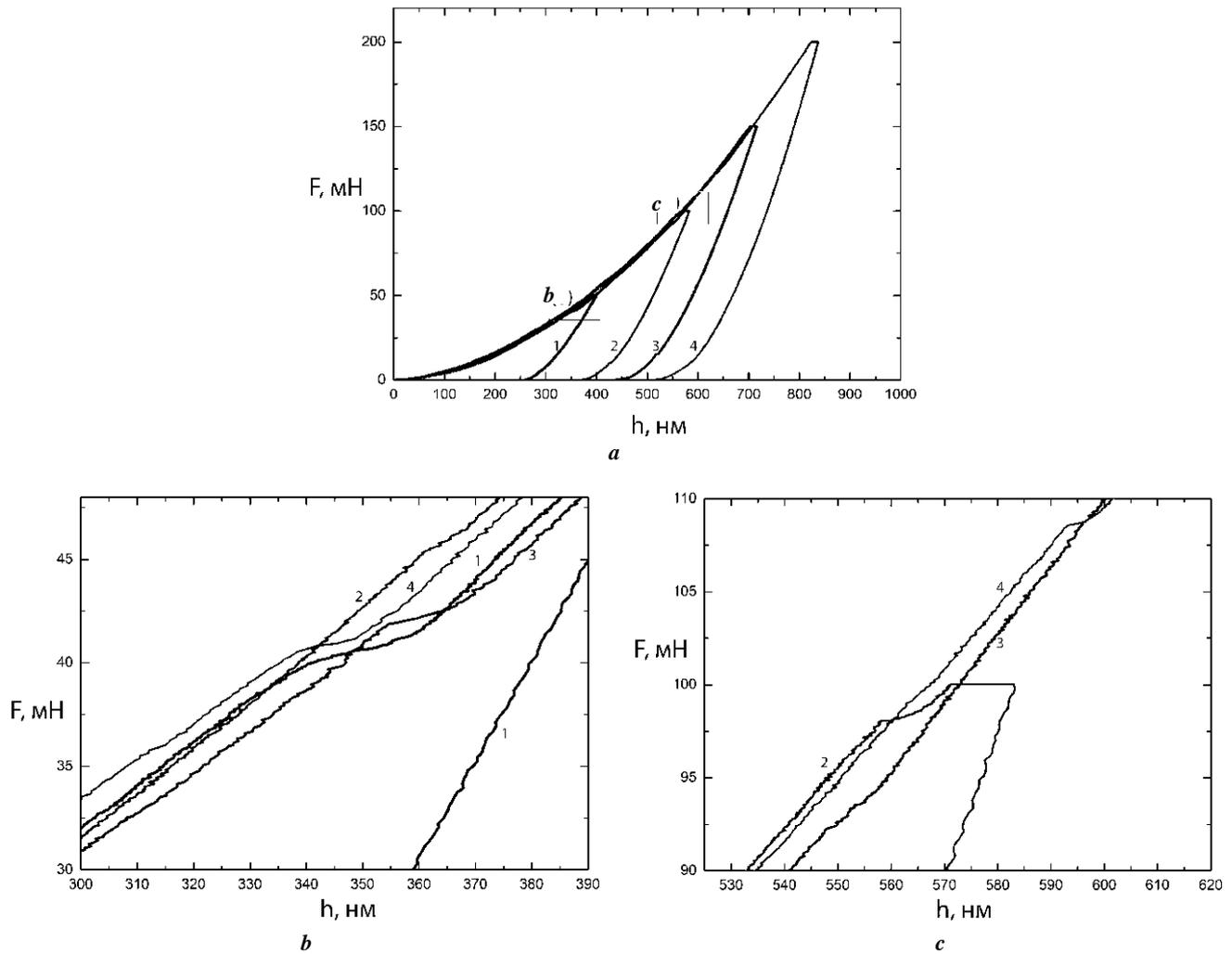
На рис. 1 изображены кривые зависимости  $F(h)$ , полученные при различных режимах нагружения (нагрузка и последующая разгрузка), с максимальной нагрузкой ( $F_{\max}$ ) в диапазоне 50–100 мН. В таблице 1 представлены значения твердости  $H$  и модуля Юнга  $E$ , вычисленные с использованием методики Оливера – Фарра [24; 25], в зависимости от значения максимальной нагрузки на индентор.

## ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Во всех случаях на этапе нагружения на кривых  $F(h)$  (рис. 1) наблюдается отклонение от линейного хода, называемое “pop-in” эффектом [27; 28]. Данное явление в хрупких материалах связывают с процессом релаксации напряжений на отдельных этапах нагружения и зарождения и развития трещин в результате скопления дислокаций [28]. В нашем случае первое такое отклонение наблюдается уже при нагрузке около 40–45 мН, второе – при 95–110 мН. Кроме того, после снятия нагрузки по всей поверхности образца было обнаружено наличие сетки трещин (рис. 2), распространяющихся из углов отпечатка и из середины граней треугольных отпечатков, оставленных индентором Берковича. Как видно, распространение трещин происходит по кристаллографическим направлениям в гексагональной решетке  $\alpha\text{-Ga}_2\text{O}_3$ . Отметим, что при микроиндентировании поверхности  $\alpha\text{-Ga}_2\text{O}_3$  такой эффект нами не был обнаружен [29]. На наш взгляд, это может быть обусловлено рассогласованием решеток слоя и подложки (из-за различных параметров решеток) и связанных с этим сжимающих напряжений в слое  $\alpha\text{-Ga}_2\text{O}_3$  [30]. На полученный результат оказывает влияние напряженное состояние, возникшее как после эпитаксии, так и в результате деформаций при наноиндентировании. Этот эффект требует дальнейшего изучения.

Полученные значения твердости  $H$  и модуля Юнга  $E$  приведены в таблице 1. Оказалось, что у  $\alpha\text{-Ga}_2\text{O}_3$  значения  $H=17$  ГПа,  $E=281$  ГПа выше, чем у  $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ , где  $H_{[010]}=6$  ГПа [14],  $H_{[100]}=8,9-9,0$  ГПа [15; 16],  $H_{[201]}=12,5$  ГПа,  $E=234$  ГПа [20; 21]. Отмечено, что зарождение трещин в эпитаксиальном слое  $\alpha\text{-Ga}_2\text{O}_3$ , сброс напряжений на кривой нагружения происходят при более высоких нагрузках, чем в монокристаллической пластине и эпитаксиальном слое  $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$  [14; 20]. Большую прочность и твердость  $\alpha\text{-Ga}_2\text{O}_3$  можно объяснить тем, что структура корунда более плотноупакованная, чем у моноклинного  $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ , что подтверждается измерением плотности этих полиморфов [18; 31].

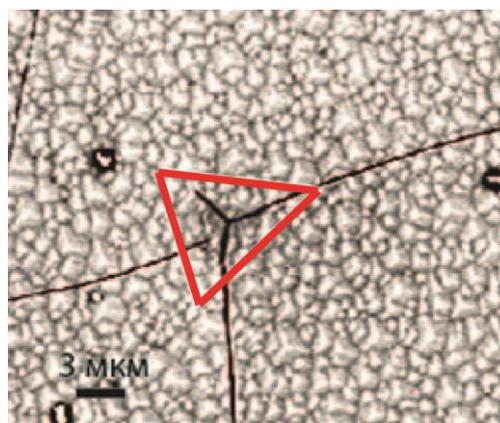
В таблице 2 для сравнения полученных нами результатов представлены твердости и модуль Юнга для ряда полупроводниковых материалов, исследованных методом наноиндентирования. Из таблицы 2 видно, что  $\alpha$ - и  $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$  по своим механическим свойствам уступают сапфиру ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Значения твердости и модуля Юнга  $\alpha\text{-Ga}_2\text{O}_3$  находятся примерно в одном диапазоне с GaN и значительно превышают значения твердости и модуля таких полупроводниковых материалов, как LiTaO<sub>3</sub> и ZnO. Это позволяет предположить, что для постростовой обработки поверхности  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  в качестве



**Рис. 1.** Зависимости силы  $F$  вдавливания от глубины проникновения индентора  $h$  в приповерхностный слой  $\alpha\text{-Ga}_2\text{O}_3$ :  
**a** – кривые нагружения при максимальной нагрузке 50 мН (1), 100 мН (2), 150 мН (3), 200 мН (4);  
**b, c** – увеличенная область зависимостей (**a**)  
**Fig. 1.** The dependence of indentation force  $F$  on the depth  $h$  of indenter penetration into the  $\alpha\text{-Ga}_2\text{O}_3$  sub-surface layer:  
**a** – load curves at the maximum load of 50 mN (1), 100 mN (2), 150 mN (3), 200 mN (4);  
**b, c** – the increased domain of dependences (**a**)

**Таблица 1.** Твердость ( $H$ ) и модуль Юнга ( $E$ ) эпитаксиальных слоев  $\alpha\text{-Ga}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ , полученные по данным наноиндентирования  
**Table 1.** Hardness ( $H$ ) and Young's modulus ( $E$ ) of  $\alpha\text{-Ga}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$  epitaxial layers produced according to nanoindentation data

Характеристика	$F$ , мН			
	50,0	100,0	150,0	200,0
$H$ , ГПа	18,7±1,7	17,2±0,4	17,9±0,7	16,7±0,6
$E$ , ГПа	283,4±14,4	279,5±3,9	278,1±4,6	283,2±14,2



**Рис. 2.** РЭМ-изображение отпечатка, оставленного индентором после снятия нагрузки  $F_{max}=100$  мН, на поверхности (0001) эпитаксиального слоя  $\alpha\text{-Ga}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$

**Fig. 2.** SEM-images of a residual impression on the surface (0001) of  $\alpha\text{-Ga}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$  epitaxial layer after removing the load  $F_{max}=100$  mN

**Таблица 2.** Твердость ( $H$ ) и модуль Юнга ( $E$ ) полупроводниковых материалов  
**Table 2.** Hardness ( $H$ ) and Young's modulus ( $E$ ) of semiconducting materials

Материал	Ориентация	$H$ , ГПа	$E$ , ГПа	Примечание
Слой $\alpha\text{-Ga}_2\text{O}_3/\text{c-Al}_2\text{O}_3$	(0001)	17,0	281,0	Эта работа
Монокристаллы $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$	(100)	8,9	234	[21]
	( $\bar{2}01$ )	12,5	230	[18]
Слой $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3/\text{c-Al}_2\text{O}_3$	( $\bar{2}01$ )	12,5	225	[21]
Монокристаллы $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$	( $\bar{1}100$ )11	25,7	408,7	[32]
	( $11\bar{2}0$ )	29,0	482,0	[32]
	(0001)	27,5	420,6	[34]
Слой $\kappa\text{-Al}_2\text{O}_3$		24,7	344,3	[35]
Слой $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$	( $10\bar{1}2$ )	27,8	424,6	
	( $10\bar{1}4$ )	28,8	441,2	
	(0001)	28,9	444,4	
Монокристалл GaN	(0001)	20,0	295,0	[36]
HVPE-слои GaN/ $\text{Al}_2\text{O}_3$		20,2	328,5	[37]
Монокристалл ZnO	( $11\bar{2}0$ )	2,0	163,0	[38]
	(0001)	4,8	143,0	
	( $\bar{1}102$ )	5,4	112,0	[39]
Монокристалл LiTaO <sub>3</sub>	( $\bar{1}102$ )	12,5	245	[40]
	( $\bar{1}012$ )	11,6	240	
	( $01\bar{1}2$ )	11,0	235	

абразивного материала могут быть использованы карбид кремния или электрокорунд, твердость которых превышает твердость оксида галлия.

### ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

1. Определена твердость  $H$  и модуль упругости  $E$  эпитаксиальных слоев (0001)  $\alpha$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, выращенных на сапфировых подложках базисной ориентации (0001), среднее значение которых составило  $H=17\pm 2$  ГПа и  $E=281\pm 21$  ГПа в диапазоне нагрузок 50–100 мН. Метастабильный  $\alpha$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> отличается относительно высокими значениями твердости и модуля Юнга, уступая лишь сапфиру (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) и незначительно нитриду галлия (GaN).

2. При наноиנדентировании  $\alpha$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> наблюдался “pop-in” эффект, который связан с развитием трещин, что характерно для большинства хрупких материалов. После снятия нагрузки по всей поверхности  $\alpha$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> действительно было обнаружено наличие сетки трещин по всему образцу. Развитие трещин обусловлено высокими напряжениями в исходном гетероэпитаксиальном слое, наноиנדентирование лишь инициирует их релаксацию.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Pearton S.J., Yang J.C., Cary P.H., Ren F., Kim J., Tadjer M.J., Mastro M.A. A review of Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> materials, processing, and devices // *Applied Physics Review*. 2018. Vol. 5. № 1. Article number 011301. DOI: [10.1063/1.5006941](https://doi.org/10.1063/1.5006941).
- Nikolaev V.I., Stepanov S.I., Romanov A.E., Bougrov V.E. Gallium oxide // *Single Crystals of Electronics Materials. Growth and Properties*. 2019. P. 487–521. DOI: [10.1016/B978-0-08-102096-8.00014-8](https://doi.org/10.1016/B978-0-08-102096-8.00014-8).
- Hasan M.N., Swinnich E., Seo J.-H. Recent Progress in Gallium Oxide and Diamond Based High Power and High-Frequency Electronics // *International Journal of High Speed Electronics and Systems*. 2019. Vol. 28. № 01n02. Article number 1940004. DOI: [10.1142/9789811216480\\_0004](https://doi.org/10.1142/9789811216480_0004).
- Zhang H.P., Yuan L., Tang X.Y., Hu J.C., Sun J.W., Zhang Y.M., Zhang Y.M., Jia R.X. Progress of Ultra-Wide Bandgap Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Semiconductor Materials in Power MOSFETs // *IEEE Transactions on Power Electronics*. 2020. Vol. 35. № 5. P. 5157–5179. DOI: [10.1109/TPEL.2019.2946367](https://doi.org/10.1109/TPEL.2019.2946367).
- Guo D., Guo Q., Chen Z., Wu Z., Li P., Tang W. Review of Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-based optoelectronic devices // *Materials Today Physics*. 2019. Vol. 11. Article number 100157. DOI: [10.1016/j.mtphys.2019.100157](https://doi.org/10.1016/j.mtphys.2019.100157).
- Chen X.H., Ren F.F., Ye J.D., Gu S.L. Gallium oxide-based solar-blind ultraviolet photodetectors // *Semiconductor Science and Technology*. 2020. Vol. 35. № 2. Article number 023001. DOI: [10.1088/1361-6641/ab6102](https://doi.org/10.1088/1361-6641/ab6102).
- Kaur D., Kumar M. A Strategic Review on Gallium Oxide Based Deep-Ultraviolet Photodetectors: Recent Progress and Future Prospects // *Advanced optical materials*. 2021. Vol. 9. № 9. Article number 2002160. DOI: [10.1002/adom.202002160](https://doi.org/10.1002/adom.202002160).
- Baum D.A., Borodkin A.I., Petrenko A.A., Panov D.I., Kremleva A.V., Spiridonov V.A., Zakgeim D.A., Silnikov M.V., Odnoblyudov M.A., Romanov A.E., Bougrov V.E. On improving the radiation resistance of gallium oxide for space applications // *Acta Astronautica*. 2021. Vol. 180. P. 125–129. DOI: [10.1016/j.actaastro.2020.12.010](https://doi.org/10.1016/j.actaastro.2020.12.010).
- Roy R., Hill V.G., Osborn E.F. Polymorphism of Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and the System Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-H<sub>2</sub>O // *Journal of the American Chemical Society*. 1952. Vol. 74. № 3. P. 719–722. DOI: [10.1021/ja01123a039](https://doi.org/10.1021/ja01123a039).
- Hazdra P., Popelka S. Radiation resistance of wide-bandgap semiconductor power transistors // *Physica Status Solidi (A) Applications and Materials Science*. 2017. Vol. 214. № 4. Article number 1600447. DOI: [10.1002/pssa.201600447](https://doi.org/10.1002/pssa.201600447).
- Lee S.-D., Akaiwa K., Fujita S. Thermal stability of single crystalline alpha gallium oxide films on sapphire substrates // *Physica status solidi C: current topics in solid state physics*. 2013. Vol. 10. № 11. P. 1592–1595. DOI: [10.1002/pssc.201300259](https://doi.org/10.1002/pssc.201300259).
- Lipinska-Kalita K.E., Kalita P.E., Hemmers O.A., Hartmann T. Equation of state of gallium oxide to 70 GPa: Comparison of quasihydrostatic and nonhydrostatic compression // *Physical Review B*. 2008. Vol. 77. № 9. Article number 094123. DOI: [10.1103/PhysRevB.77.094123](https://doi.org/10.1103/PhysRevB.77.094123).
- Furthmuller J., Bechstedt F. Quasiparticle bands and spectra of Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> polymorphs // *Physical Review B*. 2016. Vol. 93. № 11. Article number 115204. DOI: [10.1103/PhysRevB.93.115204](https://doi.org/10.1103/PhysRevB.93.115204).
- Wu Y.Q., Gao S., Huang H. The deformation pattern of single crystal  $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> under nanoindentation // *Materials Science in Semiconductor Processing*. 2017. Vol. 71. P. 321–325. DOI: [10.1016/j.mssp.2017.08.019](https://doi.org/10.1016/j.mssp.2017.08.019).
- Wu Y.Q., Gao S., Kang R.K., Huang H. Deformation patterns and fracture stress of beta-phase gallium oxide single crystal obtained using compression of micropillars // *Journal of Materials Science*. 2019. Vol. 54. № 3. P. 1958–1966. DOI: [10.1007/s10853-018-2978-9](https://doi.org/10.1007/s10853-018-2978-9).
- Nakai K., Nagai T., Noami K., Futagi T. Characterization of defects in  $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> single crystals // *Japanese journal of applied physic*. 2015. Vol. 54. № 5. Article number 051103. DOI: [10.7567/JJAP.54.051103](https://doi.org/10.7567/JJAP.54.051103).
- Ueda O., Ikenaga N., Koshi K., Iizuka K., Kuramata A., Hanada K., Moribayashi T., Yamakoshi S., Kasu M. Structural evaluation of defects in  $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> single crystals grown by edge-defined film-fed growth process // *Japanese journal of applied physic*. 2016. Vol. 55. № 12. Article number 1202B. DOI: [10.7567/JJAP.55.1202BD](https://doi.org/10.7567/JJAP.55.1202BD).
- Mu W.X., Jia Z.T., Yin Y.R., Hu Q.Q., Li Y., Wu B.Y., Zhang J., Tao X.T. High quality crystal growth and anisotropic physical characterization of  $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> single crystals grown by EFG method // *Journal of Alloys and Compounds*. 2017. Vol. 714. P. 453–458. DOI: [10.1016/j.jallcom.2017.04.185](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.04.185).
- Grashchenko A.S., Kukushkin S.A., Nikolaev V.I., Osipov A.V., Osipova E.V., Soshnikov I.P. Study of the Anisotropic Elastoplastic Properties of  $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Films Synthesized on SiC/Si Substrates // *Physics of the Solid State*. 2018. Vol. 60. № 5. P. 852–857. DOI: [10.1134/S1063783418050104](https://doi.org/10.1134/S1063783418050104).
- Гузилова Л.И., Гращенко А.С., Печников А.И., Маслов В.Н., Завьялов Д.В., Абдрахманов В.Л.,

- Романов А.Е., Николаев В.И. Исследование эпитаксиальных слоёв и монокристаллов  $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> методом наноиндентирования // *Физика и механика материалов*. 2016. Т. 29. № 2. С. 166–171.
21. Villora E.G., Arjoca S., Shimamura K., Inomata D., Aoki K.  $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and single-crystal phosphors for high-brightness white LEDs and LDs, and  $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> potential for next generation of power devices // *Oxide-based materials and devices V: Proceedings of SPIE*. 2014. Vol. 8987. Article number 89871U. DOI: [10.1117/12.2039305](https://doi.org/10.1117/12.2039305).
  22. Pechnikov A.I., Stepanov S.I., Chikiryaka A.V., Scheglov M.P., Odnobludov M.A., Nikolaev V.I. Thick  $\alpha$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Layers on Sapphire Substrates Grown by Halide Epitaxy // *Semiconductors*. 2019. Vol. 53. № 6. P. 780–783. DOI: [10.1134/S1063782619060150](https://doi.org/10.1134/S1063782619060150).
  23. Fischer-Cripps A.C. *Nanoindentation*. New York: Springer, 2011. 282 p. DOI: [10.1007/978-1-4419-9872-9](https://doi.org/10.1007/978-1-4419-9872-9).
  24. 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. Vol. 7. № 6. P. 1564–1583. DOI: [10.1557/JMR.1992.1564](https://doi.org/10.1557/JMR.1992.1564).
  25. Oliver W.C., Pharr G.M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advanced in understanding and refinements to methodology // *Journal of Material Research*. 2004. Vol. 19. № 1. P. 3–20. DOI: [10.1557/jmr.2004.19.1.3](https://doi.org/10.1557/jmr.2004.19.1.3).
  26. McSkinin H.J., Andreatch Jr.P., Glynn P. The Elastic Stiffness Moduli of Diamond // *Journal of Applied Physics*. 1972. Vol. 43. № 3. P. 985–987. DOI: [10.1063/1.1661318](https://doi.org/10.1063/1.1661318).
  27. Ohmura T., Wakeda M. Pop-In Phenomenon as a Fundamental Plasticity Probed by Nanoindentation Technique // *Materials*. 2021. Vol. 14. № 8. Article number 1879. DOI: [10.3390/ma14081879](https://doi.org/10.3390/ma14081879).
  28. Fang X.F., Bishara H., Ding K., Tsybenko H., Porz L., Höfling M., Bruder E., Li Y.W., Dehm G., Durst K. Nanoindentation pop-in in oxides at room temperature: Dislocation activation or crack formation? // *Journal of the American ceramic society*. 2021. Vol. 104. № 9. P. 4728–4741. DOI: [10.1111/jace.17806](https://doi.org/10.1111/jace.17806).
  29. Nikolaev V.I., Chikiryaka A.V., Guzilova L.I., Pechnikov A.I. Microhardness and Crack Resistance of Gallium Oxide // *Technical Physics Letters*. 2019. Vol. 45. № 11. P. 1114–1117. DOI: [10.1134/S1063785019110117](https://doi.org/10.1134/S1063785019110117).
  30. Schewski R., Wagner G., Baldini M., Gogova D., Galazka Z., Schulz T., Remmele T., Markurt T., von Wenckstern H., Grundmann M., Bierwagen O., Vogt P., Albrecht M. Epitaxial stabilization of pseudomorphic  $\alpha$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> on sapphire (0001) // *Applied physics express*. 2015. Vol. 8. № 1. Article number 11101. DOI: [10.7567/APEX.8.011101](https://doi.org/10.7567/APEX.8.011101).
  31. He H.Y., Orlando R., Blanco M.A., Pandey R., Amzallag E., Baraille I., Rérat M. First-principles study of the structural, electronic, and optical properties of Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> in its monoclinic and hexagonal phases // *Physical Review B*. 2006. Vol. 74. № 19. Article number 195123. DOI: [10.1103/PhysRevB.74.195123](https://doi.org/10.1103/PhysRevB.74.195123).
  32. Ma Y., Cao L.L., Hang W., Zhang T.H., Yuan J.L. Crystallographic orientation effect on the incipient plasticity and its stochastic behavior of a sapphire single crystal by spherical nanoindentation // *Ceramics International*. 2020. Vol. 46. № 10. P. 15554–15564. DOI: [10.1016/j.ceramint.2020.03.102](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.03.102).
  33. Dub S.N., Brazhkin V.V., Novikov N.V., Tolmachova G.N., Litvin P.M., Lityagina L.M., Dyuzheva T.I. Comparative studies of mechanical properties of stishovite and sapphire single crystals by nanoindentation // *Journal of Superhard Materials*. 2010. Vol. 32. № 6. P. 406–414. DOI: [10.3103/S1063457610060067](https://doi.org/10.3103/S1063457610060067).
  34. Mao W.G., Shen Y.G., Lu C. Nanoscale elastic-plastic deformation and stress distributions of the C plane of sapphire single crystal during nanoindentation // *Journal of the European Ceramic Society*. 2011. Vol. 31. № 10. P. 1865–1871. DOI: [10.1016/j.jeurceramsoc.2011.04.012](https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2011.04.012).
  35. Rупpi S., Larsson A., Flink A. Nanoindentation hardness, texture and microstructure of  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and  $\kappa$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> coatings // *Thin Solid Films*. 2008. Vol. 516. № 18. P. 5959–5966. DOI: [10.1016/j.tsf.2007.10.078](https://doi.org/10.1016/j.tsf.2007.10.078).
  36. Nowak R., Pessa M., Sуганума M., Leszczynski M., Grzegory I., Porowski S., Yoshida F. Elastic and plastic properties of GaN determined by nano-indentation of bulk crystal // *Applied physics letters*. 1999. Vol. 75. № 14. P. 2070–2072. DOI: [10.1063/1.124919](https://doi.org/10.1063/1.124919).
  37. Cheng Y.T., Cai D.J., Wang H., Wu J.J., Liu X.S., Zhang G.Y., Yu T.J. Anisotropic Fracture Toughness of Bulk GaN // *Physica status solidi B-basic solid state physics*. 2018. Vol. 255. № 5. Article number 1700515. DOI: [10.1002/pssb.201700515](https://doi.org/10.1002/pssb.201700515).
  38. Colemana V.A., Bradby J.E., Jagadish C., Munroe P., Heo Y.W., Pearton S.J., Norton D.P., Inoue M., Yano M. Mechanical properties of ZnO epitaxial layers grown on a- and c-axis sapphire // *Applied Physics Letters*. 2005. Vol. 86. № 20. Article number 203105. DOI: [10.1063/1.1929874](https://doi.org/10.1063/1.1929874).
  39. Jian S.R. Mechanical responses of single-crystal ZnO // *Journal of Alloys and Compounds*. 2010. Vol. 494. № 1-2. P. 214–218. DOI: [10.1016/j.jallcom.2009.11.142](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2009.11.142).
  40. Ma Y., Huang X.W., Song Y.X., Hang W., Zhang T.H. Room-Temperature Creep Behavior and Activation Volume of Dislocation Nucleation in a LiTaO<sub>3</sub> Single Crystal by Nanoindentation // *Materials*. 2019. Vol. 12. № 10. Article number 1683. DOI: [10.3390/ma12101683](https://doi.org/10.3390/ma12101683).

## REFERENCES

1. Pearton S.J., Yang J.C., Cary P.H., Ren F., Kim J., Tadjer M.J., Mastro M.A. A review of Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> materials, processing, and devices. *Applied Physics Review*, 2018, vol. 5, no. 1, article number 011301. DOI: [10.1063/1.5006941](https://doi.org/10.1063/1.5006941).
2. Nikolaev V.I., Stepanov S.I., Romanov A.E., Bougrov V.E. Gallium oxide. *Single Crystals of Electronics Materials. Growth and Properties*, 2019, pp. 487–521. DOI: [10.1016/B978-0-08-102096-8.00014-8](https://doi.org/10.1016/B978-0-08-102096-8.00014-8).
3. Hasan M.N., Swinnich E., Seo J.-H. Recent Progress in Gallium Oxide and Diamond Based High Power and High-Frequency Electronics. *International Journal of High Speed Electronics and Systems*, 2019, vol. 28, no. 01n02, article number 1940004. DOI: [10.1142/9789811216480\\_0004](https://doi.org/10.1142/9789811216480_0004).
4. Zhang H.P., Yuan L., Tang X.Y., Hu J.C., Sun J.W., Zhang Y.M., Zhang Y.M., Jia R.X. Progress of Ultra-Wide Bandgap Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Semiconductor Materials in Power

- MOSFETs. *IEEE Transactions on Power Electronics*, 2020, vol. 35, no. 5, pp. 5157–5179. DOI: [10.1109/TPEL.2019.2946367](https://doi.org/10.1109/TPEL.2019.2946367).
5. Guo D., Guo Q., Chen Z., Wu Z., Li P., Tang W. Review of Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-based optoelectronic devices. *Materials Today Physics*, 2019, vol. 11, article number 100157. DOI: [10.1016/j.mtphys.2019.100157](https://doi.org/10.1016/j.mtphys.2019.100157).
  6. Chen X.H., Ren F.F., Ye J.D., Gu S.L. Gallium oxide-based solar-blind ultraviolet photodetectors. *Semiconductor Science and Technology*, 2020, vol. 35, no. 2, article number 023001. DOI: [10.1088/1361-6641/ab6102](https://doi.org/10.1088/1361-6641/ab6102).
  7. Kaur D., Kumar M. A Strategic Review on Gallium Oxide Based Deep-Ultraviolet Photodetectors: Recent Progress and Future Prospects. *Advanced optical materials*, 2021, vol. 9, no. 9, article number 2002160. DOI: [10.1002/adom.202002160](https://doi.org/10.1002/adom.202002160).
  8. Bauman D.A., Borodkin A.I., Petrenko A.A., Panov D.I., Kremleva A.V., Spiridonov V.A., Zakgeim D.A., Silnikov M.V., Odnoblyudov M.A., Romanov A.E., Bougrov V.E. On improving the radiation resistance of gallium oxide for space applications. *Acta Astronautica*, 2021, vol. 180, pp. 125–129. DOI: [10.1016/j.actaastro.2020.12.010](https://doi.org/10.1016/j.actaastro.2020.12.010).
  9. Roy R., Hill V.G., Osborn E.F. Polymorphism of Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and the System Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-H<sub>2</sub>O. *Journal of the American Chemical Society*, 1952, vol. 74, no. 3, pp. 719–722. DOI: [10.1021/ja01123a039](https://doi.org/10.1021/ja01123a039).
  10. Hazdra P., Popelka S. Radiation resistance of wide-bandgap semiconductor power transistors. *Physica Status Solidi (A) Applications and Materials Science*, 2017, vol. 214, no. 4, article number 1600447. DOI: [10.1002/pssa.201600447](https://doi.org/10.1002/pssa.201600447).
  11. Lee S.-D., Akaiwa K., Fujita S. Thermal stability of single crystalline alpha gallium oxide films on sapphire substrates. *Physica status solidi C: current topics in solid state physics*, 2013, vol. 10, no. 11, pp. 1592–1595. DOI: [10.1002/pssc.201300259](https://doi.org/10.1002/pssc.201300259).
  12. Lipinska-Kalita K.E., Kalita P.E., Hemmers O.A., Hartmann T. Equation of state of gallium oxide to 70 GPa: Comparison of quasihydrostatic and nonhydrostatic compression. *Physical Review B*, 2008, vol. 77, no. 9, article number 094123. DOI: [10.1103/PhysRevB.77.094123](https://doi.org/10.1103/PhysRevB.77.094123).
  13. Furthmuller J., Bechstedt F. Quasiparticle bands and spectra of Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> polymorphs. *Physical Review B*, 2016, vol. 93, no. 11, article number 115204. DOI: [10.1103/PhysRevB.93.115204](https://doi.org/10.1103/PhysRevB.93.115204).
  14. Wu Y.Q., Gao S., Huang H. The deformation pattern of single crystal β-Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> under nanoindentation. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 2017, vol. 71, pp. 321–325. DOI: [10.1016/j.mssp.2017.08.019](https://doi.org/10.1016/j.mssp.2017.08.019).
  15. Wu Y.Q., Gao S., Kang R.K., Huang H. Deformation patterns and fracture stress of beta-phase gallium oxide single crystal obtained using compression of micropillars. *Journal of Materials Science*, 2019, vol. 54, no. 3, pp. 1958–1966. DOI: [10.1007/s10853-018-2978-9](https://doi.org/10.1007/s10853-018-2978-9).
  16. Nakai K., Nagai T., Noami K., Futagi T. Characterization of defects in β-Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> single crystals. *Japanese journal of applied physics*, 2015, vol. 54, no. 5, article number 051103. DOI: [10.7567/JJAP.54.051103](https://doi.org/10.7567/JJAP.54.051103).
  17. Ueda O., Ikenaga N., Koshi K., Iizuka K., Kuramata A., Hanada K., Moribayashi T., Yamakoshi S., Kasu M. Structural evaluation of defects in β-Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> single crystals grown by edge-defined film-fed growth process. *Japanese journal of applied physics*, 2016, vol. 55, no. 12, article number 1202B. DOI: [10.7567/JJAP.55.1202BD](https://doi.org/10.7567/JJAP.55.1202BD).
  18. Mu W.X., Jia Z.T., Yin Y.R., Hu Q.Q., Li Y., Wu B.Y., Zhang J., Tao X.T. High quality crystal growth and anisotropic physical characterization of β-Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> single crystals grown by EFG method. *Journal of Alloys and Compounds*, 2017, vol. 714, pp. 453–458. DOI: [10.1016/j.jallcom.2017.04.185](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.04.185).
  19. Grashchenko A.S., Kukushkin S.A., Nikolaev V.I., Osipov A.V., Osipova E.V., Soshnikov I.P. Study of the Anisotropic Elastoplastic Properties of β-Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Films Synthesized on SiC/Si Substrates. *Physics of the Solid State*, 2018, vol. 60, no. 5, pp. 852–857. DOI: [10.1134/S1063783418050104](https://doi.org/10.1134/S1063783418050104).
  20. Guzilova L.I., Grashchenko A.S., Pechnikov A.I., Maslov V.N., Zavyalov D.V., Abdrakhmanov V.L., Romanov A.E., Nikolaev V.I. Study of β-Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> epitaxial layers and single crystals by nanoindentation technique. *Fizika i mekhanika materialov*, 2016, vol. 29, no. 2, pp. 166–171.
  21. Villora E.G., Arjoca S., Shimamura K., Inomata D., Aoki K. β-Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and single-crystal phosphors for high-brightness white LEDs and LDs, and β-Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> potential for next generation of power devices. *Oxide-based materials and devices V: Proceedings of SPIE*, 2014, vol. 8987, article number 89871U. DOI: [10.1117/12.2039305](https://doi.org/10.1117/12.2039305).
  22. Pechnikov A.I., Stepanov S.I., Chikiryaka A.V., Scheglov M.P., Odnoblyudov M.A., Nikolaev V.I. Thick α-Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Layers on Sapphire Substrates Grown by Halide Epitaxy. *Semiconductors*, 2019, vol. 53, no. 6, pp. 780–783. DOI: [10.1134/S1063782619060150](https://doi.org/10.1134/S1063782619060150).
  23. Fischer-Cripps A.C. *Nanoindentation*. New York, Springer Publ., 2011. 282 p. DOI: [10.1007/978-1-4419-9872-9](https://doi.org/10.1007/978-1-4419-9872-9).
  24. 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, vol. 7, no. 6, pp. 1564–1583. DOI: [10.1557/JMR.1992.1564](https://doi.org/10.1557/JMR.1992.1564).
  25. Oliver W.C., Pharr G.M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advanced in understanding and refinements to methodology. *Journal of Material Research*, 2004, vol. 19, no. 1, pp. 3–20. DOI: [10.1557/jmr.2004.19.1.3](https://doi.org/10.1557/jmr.2004.19.1.3).
  26. McSkinin H.J., Andreatch Jr.P., Glynn P. The Elastic Stiffness Moduli of Diamond. *Journal of Applied Physics*, 1972, vol. 43, no. 3, pp. 985–987. DOI: [10.1063/1.1661318](https://doi.org/10.1063/1.1661318).
  27. Ohmura T., Wakeda M. Pop-In Phenomenon as a Fundamental Plasticity Probed by Nanoindentation Technique. *Materials*, 2021, vol. 14, no. 8, article number 1879. DOI: [10.3390/ma14081879](https://doi.org/10.3390/ma14081879).
  28. Fang X.F., Bishara H., Ding K., Tsybenko H., Porz L., Höfling M., Bruder E., Li Y.W., Dehm G., Durst K. Nanoindentation pop-in in oxides at room temperature: Dislocation activation or crack formation? *Journal of the American ceramic society*, 2021, vol. 104, no. 9, pp. 4728–4741. DOI: [10.1111/jace.17806](https://doi.org/10.1111/jace.17806).
  29. Nikolaev V.I., Chikiryaka A.V., Guzilova L.I., Pechnikov A.I. Microhardness and Crack Resistance of

- Gallium Oxide. *Technical Physics Letters*, 2019, vol. 45, no. 11, pp. 1114–1117. DOI: [10.1134/S1063785019110117](https://doi.org/10.1134/S1063785019110117).
30. Schewski R., Wagner G., Baldini M., Gogova D., Galazka Z., Schulz T., Remmele T., Markurt T., von Wenckstern H., Grundmann M., Bierwagen O., Vogt P., Albrecht M. Epitaxial stabilization of pseudomorphic  $\alpha$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> on sapphire (0001). *Applied physics express*, 2015, vol. 8, no. 1, article number 11101. DOI: [10.7567/APEX.8.011101](https://doi.org/10.7567/APEX.8.011101).
  31. He H.Y., Orlando R., Blanco M.A., Pandey R., Amzallag E., Baraille I., Rérat M. First-principles study of the structural, electronic, and optical properties of Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> in its monoclinic and hexagonal phases. *Physical Review B*, 2006, vol. 74, no. 19, article number 195123. DOI: [10.1103/PhysRevB.74.195123](https://doi.org/10.1103/PhysRevB.74.195123).
  32. Ma Y., Cao L.L., Hang W., Zhang T.H., Yuan J.L. Crystallographic orientation effect on the incipient plasticity and its stochastic behavior of a sapphire single crystal by spherical nanoindentation. *Ceramics International*, 2020, vol. 46, no. 10, pp. 15554–15564. DOI: [10.1016/j.ceramint.2020.03.102](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.03.102).
  33. Dub S.N., Brazhkin V.V., Novikov N.V., Tolmacheva G.N., Litvin P.M., Lityagina L.M., Dyuzheva T.I. Comparative studies of mechanical properties of stishovite and sapphire single crystals by nanoindentation. *Journal of Superhard Materials*, 2010, vol. 32, no. 6, pp. 406–414. DOI: [10.3103/S1063457610060067](https://doi.org/10.3103/S1063457610060067).
  34. Mao W.G., Shen Y.G., Lu C. Nanoscale elastic–plastic deformation and stress distributions of the C plane of sapphire single crystal during nanoindentation. *Journal of the European Ceramic Society*, 2011, vol. 31, no. 10, pp. 1865–1871. DOI: [10.1016/j.jeurceramsoc.2011.04.012](https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2011.04.012).
  35. Rупpi S., Larsson A., Flink A. Nanoindentation hardness, texture and microstructure of  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and  $\kappa$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> coatings. *Thin Solid Films*, 2008, vol. 516, no. 18, pp. 5959–5966. DOI: [10.1016/j.tsf.2007.10.078](https://doi.org/10.1016/j.tsf.2007.10.078).
  36. Nowak R., Pessa M., Suganuma M., Leszczynski M., Grzegory I., Porowski S., Yoshida F. Elastic and plastic properties of GaN determined by nano-indentation of bulk crystal. *Applied physics letters*, 1999, vol. 75, no. 14, pp. 2070–2072. DOI: [10.1063/1.124919](https://doi.org/10.1063/1.124919).
  37. Cheng Y.T., Cai D.J., Wang H., Wu J.J., Liu X.S., Zhang G.Y., Yu T.J. Anisotropic Fracture Toughness of Bulk GaN. *Physica status solidi B-basic solid state physics*, 2018, vol. 255, no. 5, article number 1700515. DOI: [10.1002/pssb.201700515](https://doi.org/10.1002/pssb.201700515).
  38. Colemana V.A., Bradby J.E., Jagadish C., Munroe P., Heo Y.W., Pearton S.J., Norton D.P., Inoue M., Yano M. Mechanical properties of ZnO epitaxial layers grown on a- and c-axis sapphire. *Applied Physics Letters*, 2005, vol. 86, no. 20, article number 203105. DOI: [10.1063/1.1929874](https://doi.org/10.1063/1.1929874).
  39. Jian S.R. Mechanical responses of single-crystal ZnO. *Journal of Alloys and Compounds*, 2010, vol. 494, no. 1-2, pp. 214–218. DOI: [10.1016/j.jallcom.2009.11.142](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2009.11.142).
  40. Ma Y., Huang X.W., Song Y.X., Hang W., Zhang T.H. Room-Temperature Creep Behavior and Activation Volume of Dislocation Nucleation in a LiTaO<sub>3</sub> Single Crystal by Nanoindentation. *Materials*, 2019, vol. 12, no. 10, article number 1683. DOI: [10.3390/ma12101683](https://doi.org/10.3390/ma12101683).

## The study of mechanical deformation resistance of $\alpha$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> epitaxial layers using the nanoindentation technique

© 2021

*Lyubov I. Guzilova*\*<sup>1,3</sup>, acting junior researcher

*Aleksandr S. Grashchenko*<sup>2,4</sup>, junior researcher

*Vladimir I. Nikolaev*<sup>1,5</sup>, PhD (Physics and Mathematics), Head of Laboratory, leading researcher

<sup>1</sup>*Ioffe Institute, St. Petersburg (Russia)*

<sup>2</sup>*Institute of Problems of Mechanical Engineering of the Russian Academy of Sciences, St. Petersburg (Russia)*

\*E-mail: [luba-guzilova@yandex.ru](mailto:luba-guzilova@yandex.ru)

<sup>3</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4205-3226>

<sup>4</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4746-4238>

<sup>5</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5630-0833>

**Abstract:** Gallium oxide (Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) is a wide-bandgap semiconducting material with an bandgap  $E_g=4.8\text{--}5.0$  eV, high thermal conductivity ( $\lambda\sim 10.9\text{--}27.0$  W/(m·K)), and radiation and chemical resistance. Its energy gap width and conductivity allow in the future using the material in the structures of power electronic devices and optoelectronic devices to increase their energy performance, i.e. to decrease heating and increase productive capacity. Radiation resistance, high breakdown field, and optical asymmetry of Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> make it attractive for application when designing UV-photodetector and space systems. The electrical and optical properties of Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> are amply studied, but there are no systematic data on its physical and mechanical properties (hardness, Young's modulus, and crack resistance). The paper investigated the deformation in  $\alpha$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> epitaxial layers during nanoindentation. For indentation, the authors used NanoTest (Micro Materials Ltd.) hardness meter. The surface (0001) of  $\alpha$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> crystalline layers produced in the process of hydride vapour phase epitaxy on sapphire (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) substrates with basic (0001) orientation was investigated. For the first time, the authors experimentally obtained the values of  $\alpha$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> hardness and Young's modulus using the Oliver-Farr method. The dependences of the indentation load on the penetration depth demonstrated the deviation from linearity, including stress relaxation coming from the pop-in effect. The average values of nanohardness  $H$  and Young's modulus  $E$  were 17 and 281 GPa, respectively. The obtained  $H$  and  $E$  values demonstrate higher characteristics compared to the formerly studied  $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> epitaxial layers. This discrepancy can be explained by the more close-packed arrangement of the  $\alpha$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> corundum structure than one of

monoclinic  $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. The study shows that  $\alpha$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> leaves the majority of semiconducting materials behind in its mechanical properties conceding only to gallium nitride (GaN) and sapphire (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>).

**Keywords:** gallium oxide; epitaxial layers;  $\alpha$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> epitaxial layers;  $\alpha$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; nanoindentation; mechanical properties; pop-in effect.

**Acknowledgments:** L.I. Guzilova and V.I. Nikolaev performed their part of the work within the topic “The Fundamental Problems of Physics and Chemistry of Nanostructured and Nanocomposite Materials and Instrumental Structures, Physical Properties of Single-Crystalline and Disordered Materials” of the government assignment No. 0040-2014-0007. A.S. Grashchenko carried out his part of the work within the government assignment to the FSUE Institute of Problems of Mechanical Engineering of RAS No. AAAA-A18-118012790011-3.

The paper was written on the reports of the participants of the X International School of Physical Materials Science (SPM-2021), Togliatti, September 13–17, 2021.

**For citation:** Guzilova L.I., Grashchenko A.S., Nikolaev V.I. The study of mechanical deformation resistance of  $\alpha$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> epitaxial layers using the nanoindentation technique. *Frontier Materials & Technologies*, 2021, no. 4, pp. 7–16. DOI: 10.18323/2782-4039-2021-4-7-16.