

ANALIZA MOŻLIWOŚCI ZASTOSOWANIA WYSOKOROZDZIELCZEJ DYFRAKTOMETRII RENTGENOWSKIEJ DO BADAŃ PARAMETRÓW STRUKTURALNYCH WARSTW EPITAKSJALNYCH I SUPERSIECI

Jerzy Sass

Charakteryzacja warstw epitaksjalnych i supersieci polega na dokładnym pomiarze wielu parametrów strukturalnych. Skutecznym narzędziem do nieniszczących badań tych parametrów jest wysokorozdzielcza dyfraktometria rentgenowska. Opisano charakterystykę dyfrakcji rentgenowskiej warstw epitaksjalnych i supersieci związków półprzewodnikowych $A^{\text{III}}B^{\text{V}}$ w refleksach symetrycznych i asymetrycznych. Omówiono charakterystyczne cechy doskonałej epitaksji i supersieci. Szczególną uwagę zwrócono na metody badań mechanizmu relaksacji naprężeń za pomocą wysokorozdzielczego dyfraktometru rentgenowskiego. Omówiono pomiar grubości warstw epitaksjalnych i supersieci dla odbić symetrycznych. Przedyskutowano wpływ kąтового rozkładu promieniowania $I(\theta)$ i dyspersji spektralnej na szerokość krzywej odbicia w dyfraktometrze z monochromatorem.

1. WSTĘP

Elektryczne i optyczne własności związków półprzewodnikowych zależą od ich składu chemicznego, a skład chemiczny wpływa na wartość stałej sieciowej (reguła Vegarda).

Przy odkładaniu trój- lub czteroskładnikowych warstw epitaksjalnych lub supersieci na monokrystalicznych podłożach elementarnych (dwuskładnikowych) związków półprzewodnikowych występuje z reguły określone niedopasowanie sieciowe $\Delta a/a$ między warstwą i podłożem. Technologicznie ważnym problemem (ze względu na własności fizyczne warstw epitaksjalnych i supersieci) jest wytwarzanie warstw epitaksjalnych (supersieci) sieciowo koherentnych z podłożem, co jest możliwe poniżej tzw. grubości krytycznej. Dla danego niedopasowania sieciowego $\Delta a/a$ istnieje krytyczna grubość, powyżej której mogą generować się dyslokacje niedopasowania, które następnie przez poślizg ściągane są do płaszczyzny rozdziału. W stanie pełnej relaksacji w płaszczyźnie rozdziału są rozmieszczone dyslokacje niedopasowania,

Instytut Technologii Materiałów Elektronicznych
ul. Wólczyńska 133, 01-919 Warszawa

przy czym ich wzajemne odległości zależą od niedopasowania sieciowego i wektora Burgersa dyslokacji niedopasowania [1, 2, 3]. Ze stanem niekoherentnym jest związana na ogół fragmentaryzacja warstwy (supersieci). Warstwa dzieli się na bloki o określonej wielkości i orientacji w stosunku do podłoża.

Mechanizm relaksacji naprężeń w elementach półprzewodnikowych jest badany szczegółowo za pomocą metod rentgenograficznych (dyfraktometrii, topografii dyfrakcyjnej, spektrometru dwukrystalicznego) oraz mikroskopii elektronowej. Znaczny postęp w badaniach dyfraktometrycznych wiąże się z rozwojem wysokorozdzielczej dyfraktometrii rentgenowskiej. Dzięki niej pokazano np. ostatnio [4,5], że w przypadku niskiej gęstości dyslokacji w płaszczyźnie rozdziału zmierzony profil dyfrakcyjny można zinterpretować przez rozważenie dwóch składowych: 1 - rozpraszanie dynamiczne od koherentnie sprzężonych obszarów sieciowych między dyslokacjami niedopasowania, 2 - rozpraszanie dyfuzyjne od obszarów z bezpośredniego sąsiedztwa dyslokacji. W przypadku warstw epitaksjalnych (supersieci) związków półprzewodnikowych z grupy $A^{III}B^V$ grubości krytycznej np. $1\mu\text{m}$ odpowiada niedopasowanie sieciowe $\Delta a/a \sim 5 \times 10^{-4}$. W relaksacji energii odkształceń uczestniczą najczęściej dyslokacje poślizgowe z wektorem Burgersa $b = 1/2 [110]$ [6]. W elementach półprzewodnikowych obecność dyslokacji na ogół degradowane własności elektryczne i optyczne i dlatego ważne jest utrzymanie koherencji sieciowej między warstwami w supersieci oraz między podłożem i warstwą w warstwach epitaksjalnych.

W niektórych przypadkach półprzewodnikowe warstwy są odkładane na podłożach z nieznaczną dezorientacją ($1,5-3^\circ$) w stosunku do niskowskaźnikowego kierunku krystalograficznego z zamiarem uformowania tarasów z określoną szerokością i wysokością. Wzrost epitaksjalny na monokrystalicznych podłożach z danym profilem powierzchniowym charakteryzuje inny rodzaj deformacji w porównaniu ze wzrostem na podłożach bez celowej dezorientacji. W pierwszym przypadku występuje deformacja jednoskośna, w drugim do opisu odkształceń koherentnych wystarczy model z deformacją tetragonalną [7,8,9].

Znaczny postęp w jakości strukturalnej warstw epitaksjalnych, a szczególnie supersieci jest związany z dynamicznym rozwojem technologii MOCVD i MBE. Aktualnie jest możliwa realizacja praktycznie "monomolekularnego wzrostu" ze ściśle określonym składem chemicznym i ścisłą kontrolą grubości. Oczywiście jest, że ważnym zadaniem jest także właściwe przygotowanie podłoża oraz kontrola jego doskonałości strukturalnej. W ITME wytwarza się obecnie warstwy epitaksjalne i supersieci za pomocą technologii MOCVD. Ważnym problemem jest więc opracowanie metod charakteryzacji pozwalających na pomiar następujących parametrów:

A warstwy epitaksjalne:

- skład chemiczny,
- stan deformacji sieciowej (stopień relaksacji naprężeń),
- promień krzywizny,
- grubość warstwy,

- deformacja jednoskośna (na podłożu z dezorientacją),
- wymiary średniego bloku mozaiki i średniego kąta nachylenia między blokami mozaiki.

B supersieci:

- skład chemiczny warstw supersieci,
- grubość warstw supersieci (Λ - patrz równanie 3),
- stan deformacji sieciowej,
- stan deformacji sieciowej z uwzględnieniem koherencji odpodłożowej,
- promień krzywizny,
- łączna grubość supersieci,
- deformacja jednoskośna (na podłożu z dezorientacją),
- wymiary średniego bloku mozaiki i średniego kąta nachylenia między blokami mozaiki.

Znajomość ww. parametrów strukturalnych pozwala na pełną charakteryzację badanych warstw epitaksjalnych (supersieci). Zanim pojawiła się wysokorozdzielcza dyfraktometria niektóre z wymienionych tu problemów były już badane przy użyciu spektrometru dwukrystalicznego i osiągnięto znaczące wyniki.

Rozwiązano także liczne problemy pomiarowe związane z badaniem supersieci, w szczególności badania dwuwymiarowe. Zostały opracowane różne procedury symulacyjne niezbędne do interpretacji wyników dyfrakcyjnych, w tym również procedura do badań dwuwymiarowych [10,11,12,13,14,15]. Dotychczasowe badania supersieci wykonywano na układzie dyfraktometrycznym z mniejszą (w porównaniu z danymi w tabeli 1) zdolnością rozdzielczą. Ostatnio został w ITME opracowany i wykonany wysokorozdzielczy układ dyfraktometryczny niewiele (ze względu na zdolność rozdzielczą) ustępujący komercyjnym układom wysokorozdzielczym (rozdział 6).

2. CHARAKTERYSTYKA DYFRAKCJI RENTGENOWSKIEJ W WARSTWACH EPITAKSJALNYCH I SUPERSIECIACH ZA POMOCĄ KONSTRUKCJI EWALDA

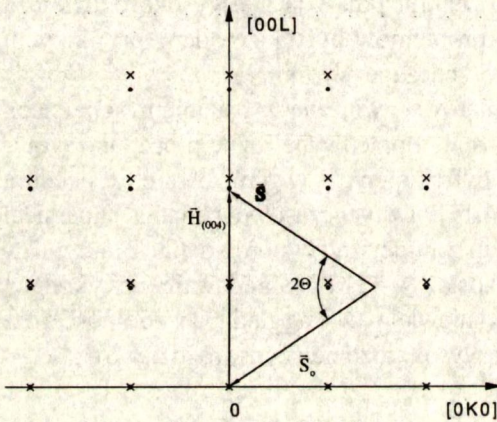
Dyfrakcja rentgenowska w kryształach jako 3-wymiarowa transformata Fouriera kryształu może być graficznie zilustrowana za pomocą konstrukcji Ewalda. Badanie przestrzeni odwrotnej (sieci odwrotnej) odpowiada przecięciu sfery Ewalda z siecią odwrotną kryształu. Na Rys.1 przedstawiono płaszczyznę (0kl) sieci odwrotnej i zaznaczono węzły (0kl) dla podłoża oraz odpowiednie pozycje węzłów sieci odwrotnej warstwy epitaksjalnej w warunkach 100 % odkształcenia koherentnego z dystorsją tetragonalną ($a_{\text{warstwy}} < a_{\text{podł}}$). Ostatni warunek jest zachowany w pozostałych rysunkach niniejszego rozdziału. Rys.1 jest graficzną ilustracją równania Bragga dla symetrycznego odbicia (004) w promieniowaniu CuK_α . Węzły sieci odwrotnej (0k0) i (0 \bar{k} 0) warstwy i podłoża pokrywają się ze sobą. Moduł wektora $|\mathbf{H}_{001}^w| = |d_{001}^w|^{-1}$

można obliczyć z modelu odkształcenia tetragonalnego oraz prawa Vegarda [16,17] .
W sieci rzeczywistej mamy :

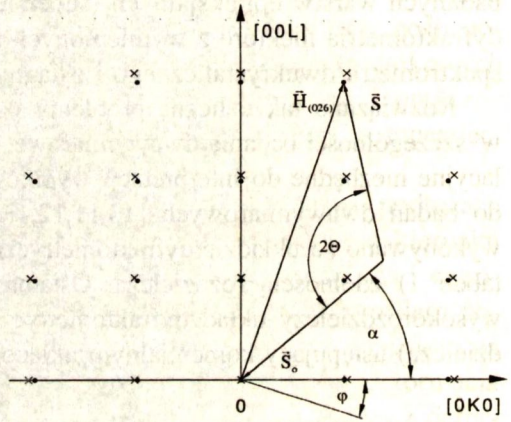
$$d_{(004)}^w = d_{(004)}^p - C \times X \times A \quad (1)$$

- gdzie: $d_{(004)}^w$ - odległość międzypłaszczyznowa warstwy epitaksjalnej,
 $d_{(004)}^p$ - odległość międzypłaszczyznowa w podłożu,
 C - czynnik określający stopień relaksacji naprężeń wyznaczany z warunków brzegowych zadanych w płaszczyźnie rozdziału i założeniu ,że naprężenie normalne prostopadłe do płaszczyzny rozdziału znika,
 X - koncentracja domieszki w warstwie epitaksjalnej w procentach,
 A - zmiana odległości międzypłaszczyznowej warstwy, odpowiadająca 1% koncentracji domieszki.

Wartość C dla warstw epitaksjalnych na bazie GaAs zmienia się w zakresie 1.0 - 1.9. ($C=1$ oznacza stan 100% relaksacji).



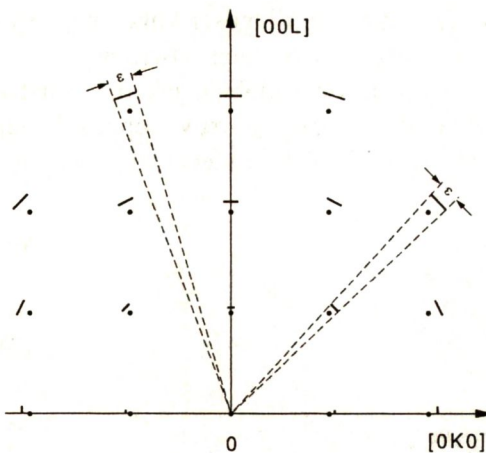
Rys. 1. Konstrukcja Ewalda dla symetrycznego odbicia (004) w sieci GaAs (CuK_α); 100% koherencja sieciowa; x - węzeł warstwy epitaksjalnej; * - węzeł podłoża; \vec{S}_0 - kierunek wiązki pierwotnej; \vec{S} - kierunek wiązki odbitej; \vec{H} - wektor sieci odwrotnej; Θ - kąt Bragga.



Rys. 2. Konstrukcja Ewalda dla asymetrycznego odbicia (026) w sieci GaAs (CuK_α); 100% relaksacja naprężeń; α - kąt padania; ϕ - kąt zawarty między powierzchnią kryształu (004) i płaszczyzną dyfrakcji (026). Pozostałe oznaczenia jak na Rys.1.

Rys. 2 ilustruje identyczną płaszczyznę sieci odwrotnej oraz węzły podłoża i warstwy w warunkach 100 % relaksacji naprężeń koherentnych. Na rysunku przedstawiono warunek Bragga dla asymetrycznego odbicia (026) w promieniowaniu CuK_α . Należy podkreślić, że przy identycznym niedopasowaniu sieciowym Δ/a pomiędzy podłożem i warstwą epitaksjalną moduły wektorów warstwy epitaksjalnej $|H_{(0kl)}^w|$ na Rys.2 są mniejsze od ich odpowiedników na Rys.1, różne są także ich kierunki.

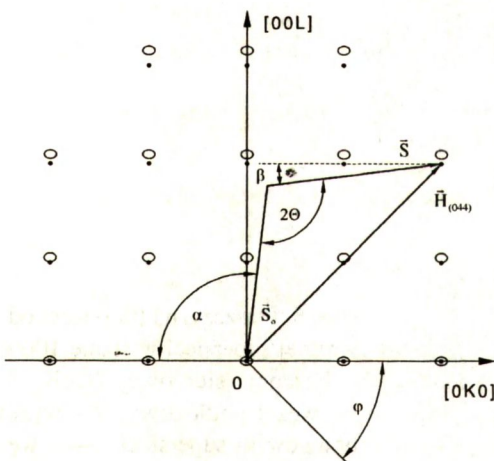
Stanowi zaawansowanej relaksacji naprężeń w warstwie towarzyszy na ogół



Rys.3. Płaszczyzna (0kl) sieci odwrotnej dla zmosaikowanej warstwy epitaksjalnej; ϵ - średni kąt mozaiki.

promienia krzywizny, stosując translację próbki w płaszczyźnie dyfrakcji w kierunku równoległym do powierzchni próbki.

Wreszcie ostatnim problemem występującym w badaniu warstw epitaksjalnych, który można zilustrować za pomocą konstrukcji Ewalda to silnie ograniczone wymiary obszarów koherentnego rozpraszania (poniżej kilku mikronów) w kierunku



Rys. 4. Konstrukcja Ewalda dla asymetrycznego odbicia (044) w sieci GaAs (CuK_α); 100% koherencja sieciowa; ograniczone wymiary bloków koherentnego rozpraszania; \circ - węzeł warstwy epitaksjalnej; \bullet - węzeł podłoża; pozostałe oznaczenia jak na Rys.1 i 2.

fragmentaryzacja struktury sieciowej, która polega na tym, że poszczególne bloki kryształiczne warstwy epitaksjalnej są nieznacznie względem siebie skręcone. Zmosaikowaną warstwę pokazano na Rys.3.

Z Rys.3 wynika, że pomiar jest czuły na obroty bloków względem osi prostopadłej do płaszczyzny rysunku, jeśli płaszczyzna dyfrakcji leży w płaszczyźnie rysunku. Azymutalne poszerzenie węzłów sieci odwrotnej względem węzła (000) może również wystąpić dla wygiętej płytki. Można temu zapobiegać przez ograniczenie szerokości wiązki pierwotnej. Rozdzielenie obydwu udziałów w azymutalnym poszerzeniu węzłów możliwe jest przez wykonanie kontrolnego pomiaru

normalnym do powierzchni próbki (grubość warstwy) oraz w powierzchni rozdziału podłoże - warstwa epitaksjalna (Rys.4) Problem ten występuje także przy odkładaniu warstw epitaksjalnych na podłożach z niewielką dezorientacją i może mieć związek z szerokością tarasu. Deformacja węzłów sieci odwrotnej warstwy epitaksjalnej jest dwuwymiarowa i identyczna dla dowolnego węzła (0kl) [18]. Składowa poszerzenia węzła w kierunku [001] wynika z ograniczonej grubości warstwy. Składowa w kierunku [0k0] określa tzw. długość lateralnej koherencji sieciowej warstwy.

Z porównania Rys.3 i 4 widać, że mogą zaistnieć trudności z określeniem przyczyny azymutalnego poszerzenia węzłów sieci odwrotnej. Rozróżnienie mię-

dzy wpływem struktury mozaikowej i wpływem lateralnej długości koherencji wymaga pomiarów dyfraktometrycznych w różnych przekrojach sieci odwrotnej.

Własności dyfrakcyjne supersieci można przedstawić podobnie jak dla warstw epitaksjalnych za pomocą konstrukcji Ewalda. Rolę węzła warstwy epitaksjalnej przejmuje tzw. węzeł braggowski supersieci $H_0 = (d_0)^{-1}$. W sieci rzeczywistej mamy:

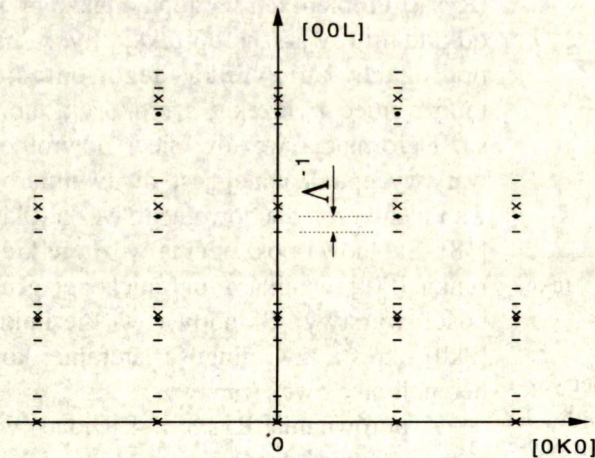
$$d_0 = \frac{nd_A + md_B}{n + m} \tag{2}$$

przy czym

$$n d_A + m d_B = \Lambda \tag{3}$$

- gdzie: Λ - długość fali modulacji,
 $n d_A$ - grubość pakietu A supersieci,
 $m d_B$ - grubość pakietu B supersieci,
 d_A - odległość międzypłaszczyznowa w pakiecie A,
 d_B - odległość międzypłaszczyznowa w pakiecie B.

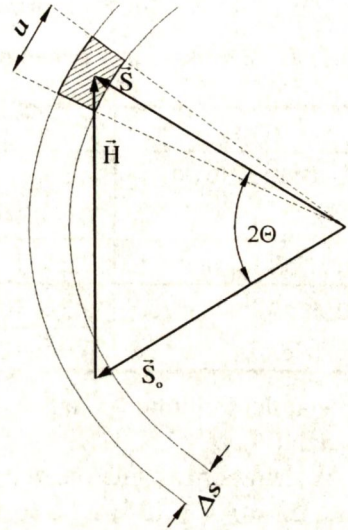
Dla supersieci charakterystyczne są refleksy satelitarne usytuowane w odległości n / Λ od węzła braggowskiego ($n = 1, 2, \text{ itd.}$). Na Rys. 5 przedstawiono płaszczyznę (0kl) sieci odwrotnej z węzłami podłoża oraz refleksami braggowskimi supersieci i refleksami satelitarnymi. Przedstawiony przykład ilustruje stan koherentny, bez celowej dezorientacji podłoża. Pozostałe własności krystalograficzne supersieci jak np. relaksację odkształceń, strukturę mozaikową itp. opisuje się analogicznie jak w warstwach epitaksjalnych.



Rys. 5. Płaszczyzna (0kl) sieci odwrotnej supersieci w stanie 100% koherencji sieciowej (CuK_α); • - węzeł podłożowy; × - węzeł braggowski supersieci; — - węzły satelitarne n-tego rzędu supersieci; Λ - period supersieci.

3. ZDOLNOŚĆ ROZDZIELCZA W UKŁADACH POMIAROWYCH WYSOKOROZDZIELCZEJ DYFRAKTOMETRII - MODY SKANOWANIA

Jak wynika z poprzedniego rozdziału dokładna charakteryzacja warstwy epitaksjalnej (supersieci) polega na przebadaniu pewnego otoczenia węzła sieci odwrotnej z możliwie wysoką zdolnością rozdzielczą. Można pokazać, że zdolność rozdzielcza w dowolnym punkcie sieci odwrotnej jest stała i określona przez aperturę kątową u licznika i szerokość spektralną $\Delta\lambda$ promieniowania padającego na badany kryształ. Obszar zakreślony o wymiarach u , Δs na Rys. 6 określa zdolność rozdzielczą w sieci odwrotnej.



Rys. 6. Zdolność rozdzielcza w sieci odwrotnej; u - apertura kątowa licznika ; $\Delta s = \Delta\lambda/\lambda^2$ - grubość powłoki Ewalda ; pozostałe oznaczenia jak na Rys.1.

Szerokość spektralną promieniowania na wyjściu monochromatora w wiązce pierwotnej można wyznaczyć z warunku :

$$\Delta\lambda = 2d \cos\theta \Delta\theta \quad (4)$$

gdzie: d_{hkl} - odległość międzypłaszczyznowa,

θ - kąt Bragga,

$\Delta\theta$ - rozbieżność kątowa wiązki na wyjściu monochromatora.

Dla zwykłego monochromatora rozbieżność wiązki w płaszczyźnie dyfrakcji

$$\Delta\theta = \frac{f + x}{A + B}, \quad (5)$$

gdzie: f - wymiary liniowe ogniska w płaszczyźnie dyfrakcji,

x - szerokość szczeliny wyjściowej monochromatora,

A - odległość szczeliny wyjściowej od monochromatora,

B - odległość ogniska lampy od monochromatora.

W monochromatorze Bartelsa "szczeliną wyjściową" jest drugi kryształ w układzie Bartelsa, a ściślej szerokość jego krzywej odbicia ω_{hho}^{Ge} . Wyjściową szerokość spektralną $\Delta\lambda$ dla monochromatora Bartelsa otrzymuje się z równania (4) podstawiając w miejsce $\Delta\theta = \omega_{hho}^{Ge}$.

W tabeli 1 podano wartości apertury kątowej licznika, szerokości spektralnej oraz wynikającej stąd zdolności rozdzielczej komercyjnych dyfraktometrów wysokorozdzielczych firmy Philips i Siemens. W ww. układach pomiarowych zastosowano w wiązce pierwotnej monochromator Bartelsa Ge (220) lub Ge (440), a analizatorem przed licznikiem jest monochromator kanalikowy Ge (220) / Ge(440). Apertura kątowa licznika u jest określona wprost przez szerokość połówkową krzywej odbicia Ge (220) lub Ge (440) dla promieniowania CuK_α .

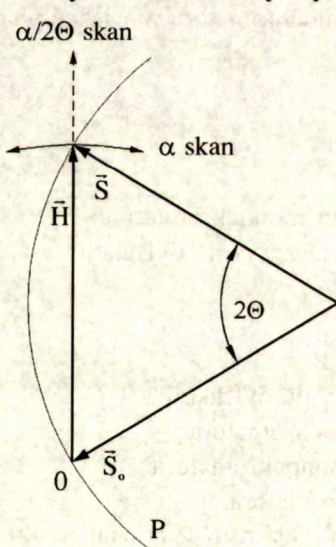
Tabela 1. Szerokość spektralna i zdolność rozdzielcza w wysokorozdzielczych dyfraktometrach.

	Ge (220) Cu	Ge (440) Cu	Si (400) $\phi = 25^\circ$
Apertura kątowa licznika u	6.0×10^{-5}	2.9×10^{-5}	6.0×10^{-5}
Szerokość spektralna $\Delta\lambda$	2.2×10^{-4} [Å]	3.7×10^{-5} [Å]	1.0×10^{-3} [Å]
Zdolność rozdzielcza $\frac{\Delta\lambda}{\lambda^2}$	9.3×10^{-5} [Å ⁻¹]	1.6×10^{-5} [Å ⁻¹]	4.2×10^{-4} [Å ⁻¹]
u / λ	3.9×10^{-5} [Å ⁻¹]	1.9×10^{-5} [Å ⁻¹]	3.9×10^{-5} [Å ⁻¹]

W ostatniej kolumnie w tabeli 1 podano dane dyfraktometru wykonanego w ITME (rozdział 6).

W celu porównania można przytoczyć, że naturalna szerokość (połówkowa) linii $\text{CuK}_\alpha \Delta\lambda = 4.4 \cdot 10^{-4}$ Å, a różnica długości fal dubletu $\text{K}_{\alpha 1, \alpha 2} \Delta\lambda = 3.8 \cdot 10^{-3}$ Å.

Wysokorozdzielczy dyfraktometr jest wyposażony w precyzyjny goniometr



Rys.7. Kierunek badania sieci odwrotnej w skanach α i $\alpha/2\theta$; P - sfera Ewalda; pozostałe oznaczenia jak na Rys.1 (wg Lugera [20]).

z oddzielnymi napędami w obwodzie θ i 2θ (minimalny krok skanowania $< 1''$ kątowej). Jest możliwe wykonanie badań określonego otoczenia węzła sieci odwrotnej za pomocą jednowymiarowych skanów α i $\alpha/2\theta$ w braggowskich refleksach symetrycznych i asymetrycznych. Zasady jednowymiarowego skanowania α i $\alpha/2\theta$ oraz ich właściwości zostały omówione w [20] i są przedstawione na Rys.7. Ważną cechą skanu jest kierunek badania sieci odwrotnej. W skanie $\alpha/2\theta$ (sprzężony ruch licznika i próbki) kierunek badania sieci odwrotnej jest zgodny z wektorem dyfrakcji \vec{H}_{hkl} . W skanie α (porusza się tylko próbka, licznik stoi w pozycji kątowej 2θ dla mierzonego odbicia) kierunek badania sieci odwrotnej jest prostopadły do wektora dyfrakcji \vec{H}_{hkl} . Jak wynika z rysunków 1, 2 i 5 dokładny pomiar stanu deformacji sieciowej warstwy epitaksjalnej (supersieci) wymaga dwuwymiarowego badania sieci odwrotnej. Niezbędny do tego

celu dwuwymiarowy skan jest kombinacją jednowymiarowych skanów α i $\alpha/2\theta$ [13,14,15]. W podobny sposób należy analizować problemy przedstawione na rysunkach 3 i 4. Jednowymiarowe skany w tych przypadkach są niewystarczające.

Dwuwymiarowe badania, w szczególności supersieci z małym periodem modulacji Λ wymagają dużego nakładu czasowego. Trzeba jednak wyraźnie podkreślić, że z badań jednowymiarowych, przy spełnieniu określonych warunków możliwe jest także uzyskanie istotnych danych krystalograficznych dla warstw epitaksjalnych i supersieci.

4. SZEROKOŚĆ KRZYWEJ DYFRAKCYJNEJ

Z dynamicznej teorii dyfrakcji wynika, że istnieje związek między intensywnością refleksu, głębokością wnikania promieniowania X i szerokością krzywej dyfrakcji (rocking curve). O osłabieniu pól falowych przy penetracji wewnątrz kryształu decyduje ekstynkcja i absorpcja. W monokryształach związków półprzewodnikowych A^mB^v dla silnych refleksów (duże F_{hkl}) i promieniowania $CuK\alpha$, ekstynkcja jest około 40 krotnie większa od absorpcji. Dlatego dalsze rozważania w tym rozdziale będą dotyczyły przypadku kryształu niepochłaniającego (w trybie odbiciowym Bragga)[19]. Szerokość krzywej i głębokość ekstynkcji odgrywają ważną rolę w dyfraktometrycznych badaniach warstw epitaksjalnych i supersieci. Im mniejsza szerokość krzywej odbicia, tym dokładniej określa się skład chemiczny warstwy epitaksjalnej i warstw supersieci. Im większa głębokość ekstynkcji tym mniejsza szerokość krzywej odbicia.

W tabeli 2 zestawiono teoretyczne wartości niektórych parametrów strukturalnych dla monokryształów związków półprzewodnikowych i krzemu obliczone przy założeniu, że spełnione są następujące warunki :

- a - badany kryształ jest doskonały,
- b - na badany kryształ pada płaska i monochromatyczna fala promieniowania rentgenowskiego,
- c - grubość kryształu $t > \tau$ głębokości ekstynkcji.

W obliczeniach korzystano z następujących równań dynamicznej teorii dyfrakcji [19]:

- 1 - szerokość (połówkowa) krzywej dyfrakcji

$$\omega_{hkl} = \frac{2C\chi_{hkl}}{\sin 2\theta} \sqrt{\frac{\sin \beta}{\sin \alpha}}, \quad (6)$$

gdzie : C - współczynnik polaryzacji ($C=1$),

θ - kąt Bragga,

α - kąt padania,

β - kąt odbicia,

- 2 - χ_{hkl} - polaryzowalność (dla promieniowania $CuK\alpha$)

$$\chi_{hkl}^{Cu} = 2.11 \times 10^{-5} \frac{F_{hkl}}{V[A]}, \quad (7)$$

gdzie : F_{hkl} - czynnik struktury
 V - objętość komórki elementarnej,
 z - głębokość ekstynkcji

$$\tau_{hkl} = \frac{\lambda \sin \theta}{C \chi_{hkl}} \times 10^{-4} [\mu\text{m}] \quad (8)$$

Tabela 2. Niektóre parametry krystalograficzne doskonałych monokryształów związków półprzewodnikowych $A^{\text{III}}B^{\text{V}}$ i krzemu.

Material	a [Å]	hkl	F_{hkl}	τ_{hkl} [μm]	$\chi_{hkl} * 10^6$	ω_{sym} "	ω_I "	ω_{II} "
GaAs	5,6532	400	156	4,60	18,2	8,2		
"	"	026	108		12,5	5,9	7,1	4,9
"	"	044	121		14,1	5,9	18,8	1,8
"	"	224	130		15,1	6,2	19,8	1,9
"	"	113	115		13,4	6,8	35,4	1,3
AlAs	5,6605	400	115	6,26	13,4	6,0		
"	"	200	68,2	5,28	7,9	6,2		
"	"	026	83,6		9,7	4,5	5,4	3,7
"	"	044	90,4		10,5	4,4	14,5	1,3
"	"	224	101,2		11,8	4,9	15,7	1,5
InP	5,8687	400	158	4,90	16,5	7,6		
"	"	200	116	3,34	12,1	9,8		
"	"	026	122,8		12,8	5,7	6,8	4,7
"	"	044	132,4		13,8	5,7	25,1	1,3
"	"	224	144,0		15,0	6,3	24,5	1,6
GaP	5,4511	400	111	6,02	14,4	6,4		
"	"	200	57,6	5,80	7,5	5,7		
"	"	026	77,6		10,1	5,2	6,2	4,3
"	"	044	86,0		11,3	4,8	13,0	1,8
"	"	224	95,6		12,4	5,1	13,8	1,9
"	"	113	95,2		12,0	6,0	24,6	1,5
Si	5,4305	400	62,0		8,2	3,6		
"	"	113	43,4		5,7	2,8	11,2	0,7

Oznaczenie szerokości połówkowej ω_{sym} dotyczy symetrycznego odbicia Bragga ($\alpha = \beta$ w równaniu (6)), ω_1 - asymetrycznego odbicia Bragga z poślizgowym kątem padania ($\alpha < \beta$) i ω_{II} - asymetrycznego przypadku Bragga z poślizgowym kątem odbicia ($\alpha > \beta$).

W dyfraktometrach z monochromatorem w wiązce pierwotnej i odbiciem od płaszczyzn krystalograficznych o różnych odległościach międzypłaszczyznowych w monochromatorze i kryształ badany (układ n,m) można wyróżnić dwie przyczyny poszerzenia krzywej odbicia od kryształu badanego:

a - poszerzenie spowodowane skończonym rozkładem kątowym promieniowania $I(\theta)$;

mierzona krzywa odbicia:

$$I(\theta) = \int_{-\infty}^{+\infty} I_1(\alpha) I_2(\theta - \alpha) d\alpha \quad (9)$$

jest splotem funkcji rozkładu kąowego promieniowania odbitego od monochromatora i funkcji rozkładu kąowego promieniowania padającego na badany kryształ. Gdy funkcje rozkładu I_1 i I_2 można przybliżyć krzywymi Gaussa o szerokościach połówkowych ω_m i ω_k krzywa mierzona $I(\theta)$ będzie miała szerokość połówkową:

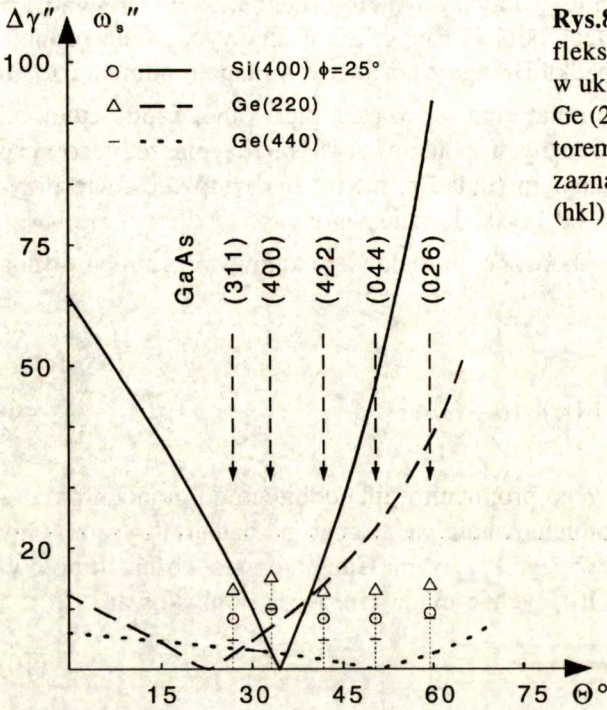
$$\omega_s = \sqrt{\omega_m^2 + \omega_k^2}, \quad (10)$$

gdzie: ω_m - szerokość połówkowa krzywej odbicia dla monochromatora,
 ω_k - szerokość połówkowa krzywej odbicia od kryształu,

b - dyspersja spowodowana szerokością spektralną $\Delta \lambda$:

$$\Delta \gamma = \frac{\Delta \lambda}{\lambda} (\text{tg} \theta_1 - \text{tg} \theta_2). \quad (11)$$

Z (11) wynika, że ograniczenie poszerzenia refleksu dla szerokiego zakresu mierzonych kątów Bragga jest możliwe wyłącznie przez zapewnienie małej szerokości spektralnej $\Delta \lambda$. Korzystając z danych z Tabeli 1 i zależności 10 i 11 przedstawiono zależność poszerzenia refleksów (hkl) w kryształach GaAs w funkcji mierzonego kąta Bragga θ (Rys.8) dla dyfraktometru wyposażonego w monochromator Bartelsa Ge(220) lub Ge(440) i dyfraktometru z normalnym monochromatorem i szczeliną. Jest oczywiste, że stosowanie monochromatora Bartelsa (w wiązce pierwotnej) z odbiciem (440) zapewnia największą dokładność pomiaru zarówno składu chemicznego warstwy epitaksjalnej (supersieci), jak i stopnia relaksacji odkształceń koherentnych. Należy jednak pamiętać, że w układach pomiarowych z bardzo małą szerokością spektralną ($\Delta \lambda = 10^{-5} \text{ \AA}$) trzeba stosować wydajne źródła promieniowania (2 kW).



Rys.8. Zależność poszerzenia ω_s i $\Delta\gamma$ refleksu braggowskiego w funkcji kąta θ_1 w układach z monochromatorem Bartelsa Ge (220) i Ge (440) i płaskim monochromatorem Si (400), patrz dane w rozdziale 6; zaznaczono pozycje odbić braggowskich (hkl) dla GaAs.

5. POMIAR GRUBOŚCI WARSTWY EPITAKSJALNEJ (SUPERSIECI) - MAKSIMA POBOCZNE (pendellösung-fringes)

W cienkich, jednorodnych co do grubości i struktury warstwach epitaksjalnych (supersieciach) obserwuje się charakterystyczne efekty interferencyjne wokół refleksu braggowskiego nazywane maksimami bocznymi. Można pokazać, że odległość kątowna między sąsiednimi maksimami bocznymi jest właściwą miarą grubości warstw epitaksjalnych (supersieci). Wyznaczanie grubości z pomiaru szerokości półwłokowej refleksu braggowskiego jest nieprawidłowe, bo jak omówiono w poprzednich rozdziałach, na szerokość półwłokową obok grubości, wpływają także inne parametry krystalograficzne. Z dynamicznej teorii dyfrakcji [19] wynika, że dla symetrycznego odbicia Bragga (w przypadku kryształu nie absorbującego) odległość kątowna między sąsiednimi maksimami bocznymi

$$\Delta v = \frac{(m+1) \sqrt{\lambda^2 \sin^2(\theta) + \frac{t^2 \chi^2}{(m+1)^2}} - m \sqrt{\lambda^2 \sin^2(\theta) + \frac{t^2 \chi^2}{m^2}}}{t \sin(2\theta)} \quad (12)$$

gdzie : m - rząd maksimum pobocznego,
 λ - długość fali promieniowania X,
 χ - polaryzowalność,
 θ - kąt Bragga,
 t - grubość warstwy epitaksjalnej.

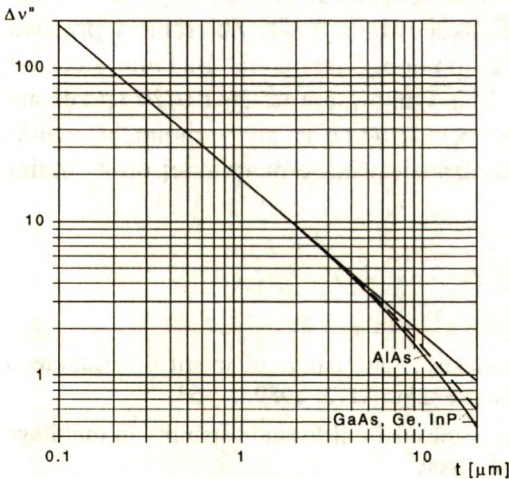
Na rysunkach 9 i 10 przedstawiono zależności $\Delta v = f(t)$ dla niektórych związków półprzewodnikowych A^mB^v w refleksach (004) i (002) odpowiednio (promieniowanie $CuK\alpha$). Równanie (12) przy zastosowaniu warunków:

$$1. t < \tau = \frac{\lambda \sin(\theta)}{C\chi} \qquad 2. m > 2.$$

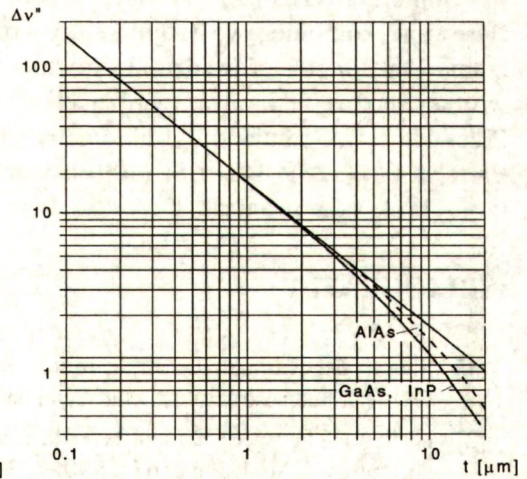
można uprościć przez pominięcie drugiego składnika sumy pod pierwiastkami. Otrzymamy wówczas:

$$\Delta v = \frac{\lambda \sin \theta}{t \sin 2\theta} = \frac{\lambda}{2t \cos \theta} \qquad (13)$$

znane z kinematycznej teorii równanie Scherrera. Z ww. analizy wynika, że dla związków półprzewodnikowych A^mB^v , w zakresie grubości warstw (supersieci) nie większej od 5-6 μm istnieje bardzo prosty związek (13) między grubością t warstw epitaksjalnych (supersieci) i odległością kątową Δv sąsiednich maksimów pobocznych wynikający z kinematycznej teorii dyfrakcji. Zakres kinematycznego przybliżenia ilustrują na rysunkach 9 i 10 prostoliniowe odcinki wykresów. Należy podkreślić, że maksima poboczne są wyraźnie zaznaczone dla warstw w stanie koherentnej deformacji, w miarę rozwoju relaksacji naprężeń maksima poboczne zacierają się.



Rys.9. Odległość sąsiednich maksimów pobocznych w funkcji grubości warstwy epitaksjalnej (supersieci) dla niektórych związków półprzewodnikowych A^mB^v ; odbicie (004) $CuK\alpha$.



Rys.10. Odległość sąsiednich maksimów pobocznych w funkcji grubości warstwy epitaksjalnej (supersieci) dla niektórych związków półprzewodnikowych A^mB^v ; odbicie (002) $CuK\alpha$.

6. ZAKOŃCZENIE

W ITME wykonano wysokorozdzielczy dyfraktometr rentgenowski na bazie dyfraktometru DRON-3. W porównaniu z komercyjnymi wysokorozdzielczymi dyfraktometrami różni się on przede wszystkim innym sposobem rozwiązywania monochromatyzacji wiązki pierwotnej. Analizator (przed licznikiem) jest identyczny do układów komercyjnych tzn. z monochromatorem kanalikowym Ge (220)/(440). W wiązce pierwotnej zastosowano zwykły monochromator płaski z asymetrycznym odbiciem Si (400) i regulowaną szczelinę (ograniczającą rozbieżność wiązki w płaszczyźnie dyfrakcji) umieszczono w odległości $A = 130$ mm od monochromatora. Wykorzystano ognisko liniowe o szerokości $f = 0.1$ mm umieszczone w odległości $B = 130$ mm od monochromatora. Kąt nachylenia płaszczyzny dyfrakcji (400) do jego powierzchni wynosi $\phi = 25^\circ$. Dla szerokości szczeliny $x = 0.02$ mm można uzyskać rozbieżność wiązki pierwotnej $\Delta\theta = 4.6 \cdot 10^{-4}$ rad.

Z równania (4) można wyznaczyć szerokość spektralną omawianego układu, która wynosi $\Delta\lambda = 1 \cdot 10^{-3}$ Å. Zdolność rozdzielcza układu jest podana w Tabeli 1. Na Rys. 8 pokazano zależność poszerzenia refleksu $\Delta\gamma$ i ω_s w funkcji mierzonego kąta Bragga. Dla symetrycznych odbić układ ten ma porównywalne parametry z dyfraktometrem wyposażonym w monochromator Bartelsa Ge (440). Inną jego zaletą jest znaczne osłabienie wpływu wygięcia kryształu badanego na szerokość połówkową refleksu. Wadą omawianego układu jest duża dyspersja $\Delta\gamma$ dla refleksów asymetrycznych.

Goniometr GUR-8 został wyposażony w oddzielne napędy (dla obwodu θ i 2θ) sterowane komputerowo (najmniejszy krok skanowania 2.8"). Zbieranie i przetwarzanie danych przeprowadza się również za pomocą komputera. Badanie sieci odwrotnej można realizować w różnych modach skanowania α , 2θ i $\alpha/2\theta$ sprzężony. Przewiduje się, że układ dyfraktometryczny będzie wyposażony w monochromatory Bartelsa Ge (220)/(440) i Si (400) asymetryczny w wiązce pierwotnej oraz zmniejszony krok skanowania $< 1''$.

BIBLIOGRAFIA

- [1] Sharan S., Narayan J.: Strain-relief mechanisms and nature of misfit dislocations in GaAs/Si heterostructures. *Mat. Science and Engin.* A113, 1989, 57-63
- [2] Hirth J.P., Feng X.: Critical layer thickness for misfit dislocation stability in multilayer structures. *J.Appl. Phys.* 67, 1990, 7, 3343-3349
- [3] Chu N., Macrander A., Strege K., Johnston W.: Misfit stress in InGaAs/InP heteroepitaxial structures grown by vapor-phase epitaxy. *J.Appl. Phys.* 57, 1985, 2, 249-257
- [4] Kidd P., Fewster P.F.: The evolution of strain relaxation close to the critical thickness *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* 317, 1994, 291-296

- [5] Kidd P., Fewster P.F., Andrew N.L., Dunstan D.J.: Critical thickness phenomena: the distinction between the existence of interfacial dislocations and significant lattice relaxation. *Inst.Phys. Conf. Ser.* 134, 1993, 585-588
- [6] Mitchell T., Unal O.: Dislocation Arrangements in GaAs/ Ga_{1-x}In_xAs multilayers grown on (001) (111) and (112) substrates. *J. of Electr. Mat.* 20, 1991, 10, 723-733
- [7] Nagai H.: Structure of vapor-deposited Ga_xIn_{1-x}As crystals. *J.Appl.Phys.* 45, 1974, 9, 3789-3794
- [8] Grundmann M., Lienert U., Bimberg D., Fischer- Colbrie A., Miller J.: Anisotropic and inhomogeneous strain relaxation in pseudomorphic In_xGa_{1-x}As/ GaAs quantum wells. *Appl.Phys.Lett.* 55, 1989, 17, 1765-1767
- [9] Auvray P., Baudet M., Regreny A.: X-ray diffraction effects in Ga and Al arsenide structures MBE-grown on slightly misoriented GaAs (001) substrates. *J.Cryst. Growth* 95, 1989, 288-291
- [10] Wierzchowski W.: Double-crystal topographic investigation of misfit dislocations in Si-epitaxial layers. *Phys. Stat. Sol. (a)* 88, 1985, 77-87
- [11] Wierzchowski W.: Odwzorowywanie dyslokacji w krzemowych warstwach epitaksjalnych metodami odbiciowymi rtg topografii dyfrakcyjnej. *Prace ITME* 1984 , 11
- [12] Gaca J, Wójcik M: X-ray diffractometric characterization of the GaAsP/GaAs and In-GaAs/GaAsP superlattices grown on offcut GaAs (001) substrate by means of the reciprocal space mapping. *Appl. Phys. Lett.* 65,1994, 8, 977-979
- [13] Sass J.: The evaluation of strain relaxation in GaAsP/GaAs multilayer structure grown on misoriented GaAs substrate. *SPIE- Int. Soc. for Opt. Eng.* 1845 ,1992,195-198
- [14] Wójcik M.: XRD Investigation of the non-ideal structure of the GaAsP/GaAs superlattice *SPIE- Int. Soc. for Opt. Eng.* 1845, 1992, 191-194
- [15] Gaca J.: The X-ray investigation of the heterogeneous terraced structure in GaAsP/GaAs superlattice. *SPIE- Int. Soc. for Opt. Eng.* 1845, 1992 ,199-202
- [16] Estop E., Izrael A., Sauvage M.: Double-crystal spectrometer measurements of lattice parameters and X-ray topography on heterojunctions GaAs/ Al_xGa_{1-x}As. *Acta Cryst.* A32,1976, 627-630
- [17] Kervarec J., Baudet M., Caulet J., Auvray P., Emery J., Regreny A.: Some aspects of the X-ray structural characterization of (Ga_{1-x}Al_xAs)_n(GaAs)_m/ GaAs (001) superlattices *J.Appl. Cryst.* 17, 1984, 196-205
- [18] Guinier A.: *Rentgenografija kristallov - teorija i praktika.* Moskva 1961 s.394
- [19] Pinsker Z.G.: *Dinamičeskoje rassiejanie rentgenovskich lučej v idealnych kristallach.* Moskva: 1974 Nauka
- [20] Luger P. *Rentgenografia strukturalna monokryształów.* Warszawa: PWN 1989