

# Prześwietleniowa mikroskopia elektronowa heteroepitaksjalnych warstw $\text{GaAs}_{1-x}\text{P}_x$

## WSTĘP

W niniejszym artykule przedstawiono wyniki wstępnych badań warstw heteroepitaksjalnych  $\text{GaAs}_{1-x}\text{P}_x/\text{GaAs}$ , których celem było zorientowanie się co do charakteru defektów występujących w warstwach.

Prawie wszystkie układy epitaksjalne zawierają pewien stopień odkształcenia, wywołanego różnicami parametrów sieci między podłożem i warstwą epitaksjalną. Tworzenie granicy pomiędzy dwoma różnymi materiałami, jak ma to miejsce w przypadku warstw heteroepitaksjalnych, tj. tworzenie heterozłącza, jest interesującym problemem ze względu na jego elektryczne charakterystyki, które zależą od tego czy granica jest ostra, czy nie. Niedopasowanie, o którym mowa wyżej, staje się coraz bardziej istotne w heterostrukturach związków  $\text{Al}^{\text{III}}\text{B}^{\text{V}}$  ze względu na tendencję w kierunku wytwarzania cieńszych aktywnych obszarów w elementach.

Lasery heterozłączowe [1], fotokatody [2], elementy do baterii słonecznych [3] są przykładami przyrządów, których obszary aktywne leżą w zakresie drogi dyfuzyjnej nośników mniejszościowych  $\sim 1-5 \mu\text{m}$  w obszarze heterozłącza.

W wyniku niedopasowania powstają dyslokacje zwalniające naprężenia, zwane dyslokacjami niedopasowania. Mają one istotny wpływ na elektrooptyczne własności elementów, ponieważ wiadomo, że dyslokacje lub kompleksy dyslokacyjne są źródłami bezpromienistej rekombinacji. Z tych powodów bardzo istotnym problemem jest analiza różnego typu defektów występujących w warstwach. Prześwietleniowa mikroskopia elektronowa jest bardzo przydatnym i odpowiednim do tego celu narzędziem, ponieważ pozwala na szczegółową analizę defektów, zwłaszcza gdy gęstość ich jest znaczna.

## 1. CZĘŚĆ DOSWIADCZALNA

Przedmiotem badań były płytki GaAs z warstwami  $\text{GaAs}_{1-x}\text{P}_x$  o średnicy ok. 30 mm i grubości ok. 200  $\mu\text{m}$ , przy czym grubość samych warstw wahała się w granicach od 40 do 100  $\mu\text{m}$ .

Z dostarczanych próbek wycinano na drążarce ultradźwiękowej krążki o średnicy 3 mm. Tak przygotowane preparaty ścieniano następnie metodą chemicznego polerowania w mieszaninie 5 części HCl:3 części  $\text{HNO}_3$ , w temperaturze ok. 40°C. Stosowano ścienianie jednostronne od podłoża, co umożliwiało badanie defektów przy powierzchni warstwy, oraz dwustronne, które umożliwiało obserwację dyslokacji niedopasowania w powierzchni rozdziału. Ponadto seria próbek została przygotowana metodą jonowego ścieniania [5]. Metoda ta jest bardzo korzystna, ponieważ pozwala na czyszczenie próbek, które uległy kontaminacji bądź w procesie chemicznego polerowania, bądź pod wpływem wiązki elektronów. Ponadto pozwala ona na znaczne zwiększenie wydajności w przygotowaniu próbek, w porównaniu do metody wyłącznie chemicznego polerowania.

Badania strukturalne prowadzono za pomocą mikroskopu elektronowego firmy JEOL, JEM-120, wyposażonego w goniometr i przystawkę do uzyskiwania obrazu w ciemnym polu oraz urządzenie do antykontaminacji.

Ponieważ badane próbki są monokrystaliczne, do wskaźnikowania zdjęć dyfrakcyjnych posłużono się mapą linii Kikuchi /rys. 1 i 2/. Uzyskiwany za pomocą goniometru maksymalny kąt pochylenia próbki względem wiązki elektronów wynosi 30°, wobec tego można było jedynie wykonywać zdjęcia w refleksach odpowiadających wskaźnikom linii Kikuchi, zaznaczonym na rys. 2.

## 2. WYNIKI

W obserwowanych warstwach stwierdzono występowanie:

- dyslokacji niedopasowania w płaszczyźnie rozdziału warstwa-podłoże
- pryzmatycznych pętli dyslokacyjnych
- błędów ułożenia

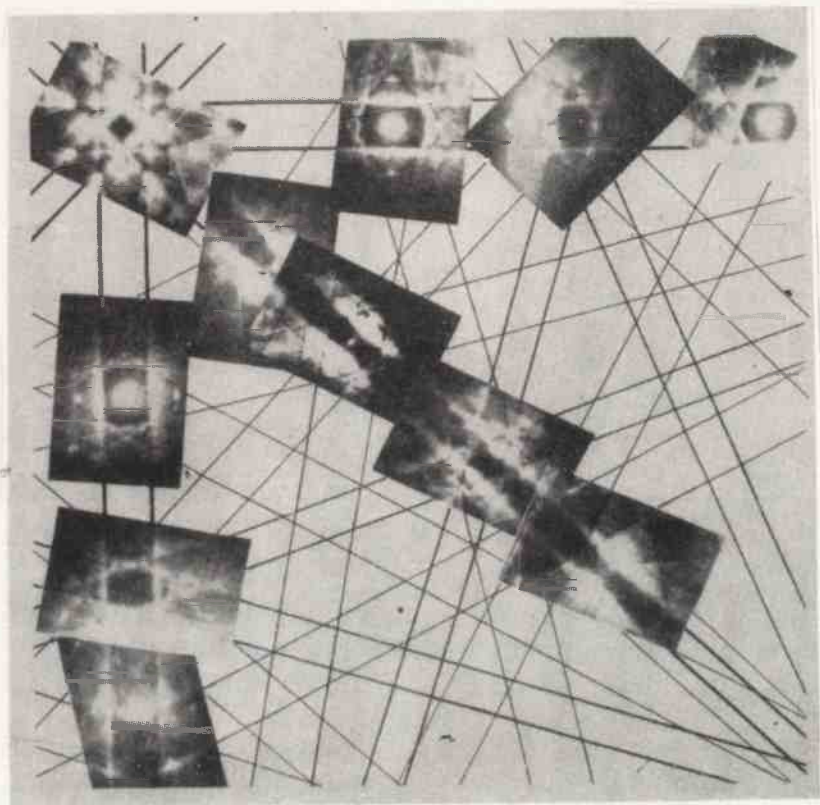
### 2.1. Dyslokacja niedopasowania

#### 2.1.1 Uwagi ogólne

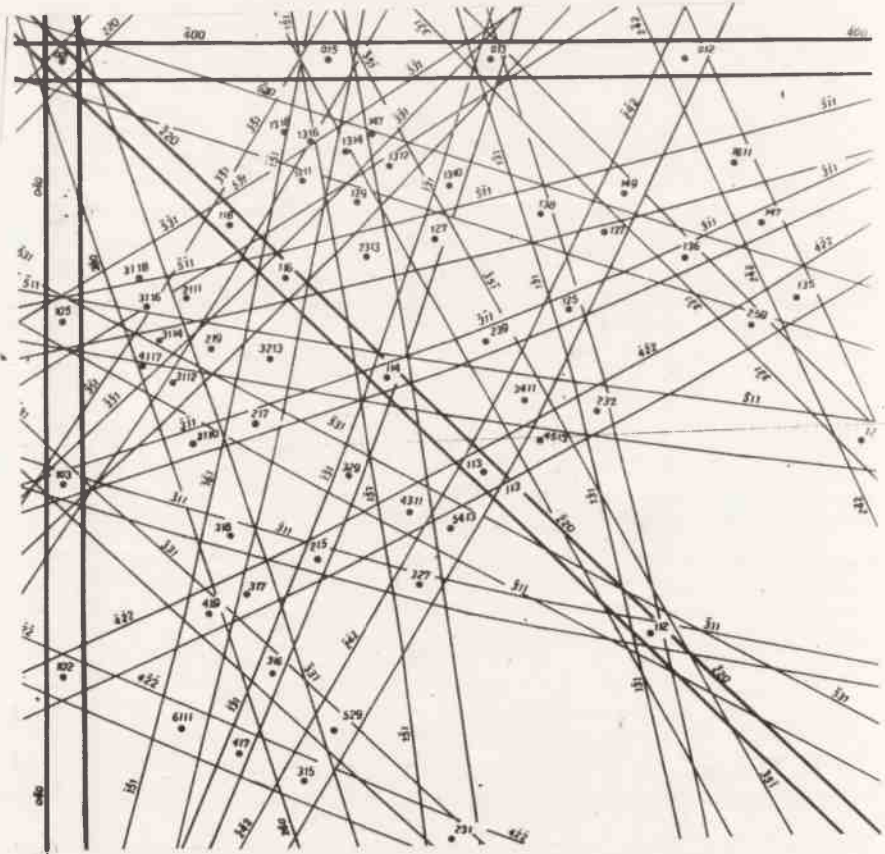
W przypadku osadzenia warstwy epitaksjalnej materiału o stałej sieci krystalicznej nieco różnej od stałej sieci podłoża, na granicy rozdziału są generowane dyslokacje, które relaksują naprężenia wynikłe z tych różnic; dyslokacje te nazywamy dyslokacjami niedopasowania.

Maksymalne dopuszczalne niedopasowanie sieci przy epitaksji wynosi 10%, przy małych różnicach stałych sieci następuje dopasowanie się kryształów przez deformację sprężystą, a przy różnicach ok. 6% gęstość dyslokacji niedopasowania jest tak duża, że obserwacja indywidualnych dyslokacji za pomocą mikroskopu elektronowego jest utrudniona. Przy badaniu dyslokacji niedopasowania metoda mikroskopii elektronowej jest bardzo owocna, ponieważ nie wszystkie dyslokacje mogą być uwidocznione chemicznym trawieniem, a poza tym przy dużych gęstościach dyslokacji technika topografii promieniami X zawodzi ze względu na zbyt małą zdolność rozdzielczą.

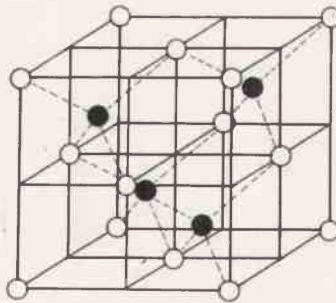
Struktura półprzewodników złożonych, do których zalicza się GaAsP, jest typu B3, tj. składa się z dwu wzajemnie przenikających się struktur typu A1 /rys. 3/.



Rys. 1 Mapa linii Kikuchni wykonana dla warstw epitaksjalnych GaAs, /GaAs,

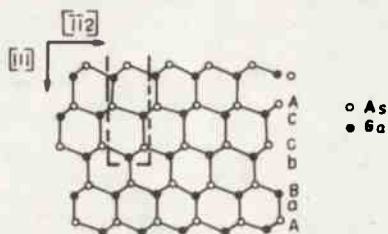


Rys. 2 Mapa linii Kikuchi dla warstw epitaksjalnych GaAs -  $P_x$  / GaAs z zaznaczonymi wskaźnikami biegunów i linii



Rys. 3 Struktura krystalograficzna GaAs (B3)

Gdy rozważamy tworzenie się dyslokacji w strukturze B3 należy zauważyć, że powstaje ona przez usunięcie dwu płaszczyzn atomowych typu  $\{112\}$  /schemat na rys. 4 pokazuje ślad tych płaszczyzn na płaszczyźnie rzutu  $(i\bar{1}0)$  /, a następnie połączenie pozostałych płaszczyzn. Usunięta płaszczyzna zawiera dwa rodzaje atomów, które wybieramy jako np. atomy Ga i As /GaAsP jest roztworem podstawieniowym, gdzie atomy As są zastępowane przez atomy P/. Tak wprowadzona dyslokacja nie wytwarza wiązań między identycznymi atomami, ale wprowadza szereg niewysyconych wiązań w rdzeniu dyslokacji.



Rys. 4. Schemat tworzenia się dyslokacji w strukturze B3

### 2.1.2. Wyniki obserwacji

Jak pokazano na rys. 10 obserwowane przez nas dyslokacje niedopasowania tworzą sieć. Leżą one w sposób uprzywilejowany wzdłuż kierunków  $\langle 110 \rangle$ , a ich wektory Burgersa są typu  $\frac{1}{2} \langle 110 \rangle$ . Zgodnie z nomenklaturą wprowadzoną przez Petroffa [8] jest to sieć typu II. Sieć typu I stanowią dyslokacje leżące wzdłuż jednego kierunku /rys. 5 i 6/.

Abrahams ze współpracownikami [9] podali model powstawania sieci typu II dyslokacji niedopasowania w warstwach epitaksjalnych  $\text{GaAs}_{1-x}\text{P}_x$  osadzanych z fazy gazowej na podłożach GaAs. Autorzy ci przedstawili model oparty na założeniu, że dyslokacje niedopasowania generują się w postaci segmentów, gdy warstwa powstaje przez heterogeniczne zarodkowanie i rozrasta się przez łączenie oddzielnych wysepek. Dyslokacje niedopasowania opuszczają powierzchnię rozdziału i propagują się poprzez warstwę epitaksjalną, tworząc dyslokacje nachylone do powierzchni warstwy.

Odształcenie niedopasowania wprowadzone przez większą koncentrację fosforu w górnej części warstwy jest akomodowane przez dyslokację nachyloną, która może się wyginać i tworzyć dyslokacje niedopasowania w płaszczyźnie równoległej do płaszczyzny wzrostu. Jeżeli zaniedbany wpływ naprężeń Peierlsa, warunek na transformację dyslokacji przechodzącej na dyslokację niedopasowania brzmi [10]:

$$f = b \frac{1 - \nu \cos^2 \psi}{8 \pi / \lambda + \nu / \cos \lambda} \cdot \frac{1}{t_c} \cdot \left[ \ln \frac{t_c}{b} + 1 \right] \quad (1)$$

- gdzie:  $t_c$  - krytyczna grubość, przy której ma miejsce poślizg  
 $f$  - parametr niedopasowania sieci  
 $\nu$  - stosunek Poissona w temperaturze wzrostu  
 $\lambda$  - kąt między dyslokacją i kierunkiem w płaszczyźnie warstwy, który jest prostopadły do linii przecięcia płaszczyzny poślizgu i powierzchni rozdziału  
 $\psi$  - kąt między kierunkiem linii dyslokacji i wektorem Burgersa  $b$ .

Oczywiście oprócz krytycznej grubości istnieje też krytyczny skład, przy którym powstaje sieć dyslokacji niedopasowania. Wykreślając koncentrację atomów fosforu w funkcji grubości warstwy, otrzymamy krzywą, powyżej której tworzy się sieć  $60^\circ$  dyslokacji niedopasowania. Pokazana na rys. 9 sieć składa się właśnie z takich dyslokacji, co zilustrowano na przykładzie analizy 4 dyslokacji w tabl. 1

Tablica 1

Wyniki otrzymane w trakcie analizy dyslokacji niedopasowania

Nr dyslokacji	Kierunek linii dyslokacji	Charakter $\vec{\xi} \cdot \vec{b}$	Kąt pomiędzy wektorem Burgersa i płaszczyzną rozdziału
1	$[110]$	$60^\circ$	$-45^\circ$
2	$[\bar{1}10]$	$60^\circ$	$-45^\circ$
3	$[110]$	$60^\circ$	$-45^\circ$
4	$[110]$	$60^\circ$	$-45^\circ$

Analiza zdjęć, do których należy zdjęcie przytoczone na rys. 10, pokazała, że obok dyslokacji  $60^\circ$  występują też dyslokacje krawędziowe /dyslokacja nr 1/, których wektory Burgersa leżą w płaszczyźnie rozdziału. Są to dyslokacje osiadłe typu Lomera  $[11]$ . Płaszczyzną poślizgu takiej dyslokacji powinna być płaszczyzna  $(001)$ , która nie jest płaszczyzną łatwego poślizgu w strukturze B3.

### 2.1.3. Wyznaczanie wektorów Burgersa dyslokacji za pomocą mikroskopii elektronowej

2.1.3.1. Przypadek ogólny. Jak wynika z rozważań przeprowadzonych przez Howiego i Whelana [15] rozwiązania równań różniczkowych opisujących oddziaływanie wiązki elektronowej z kryształem w procesie dyfrakcji w sposób zasadniczy zależą od wielkości czynnika fazowego

$$\alpha = 2 \pi \vec{g} \cdot \vec{R}$$

gdzie:  $\vec{g}$  - wektor dyfrakcyjny prostopadły do płaszczyzn uginających /wektor sieci odwrotnej odpowiadający danemu refleksowi/

$\vec{R}$  - wektor opisujący odkształcenie płaszczyzn sieciowych kryształu

Czynnik fazowy pojawia się wtedy, gdy w kryształach istnieje jakiegokolwiek odstępstwo od stanu idealnego, w szczególności w przypadku dyslokacji

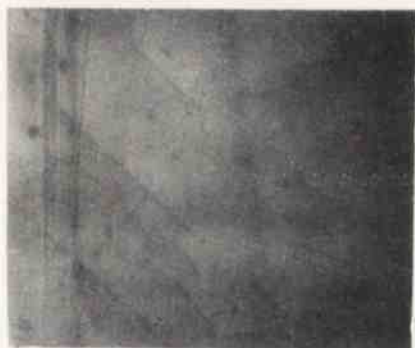
$$\alpha = 2 \pi \vec{g} \cdot \vec{b}$$

gdzie:  $\vec{b}$  - wektor Burgersa dyslokacji.

Dzieje się tak ponieważ atomy sieci rozpatrywanego kryształu ulegają przesunięciom w pobliżu rdzenia dyslokacji, w przypadku dyslokacji krawędziowej, w przybliżeniu w kierunku równoległym do jej wektora Burgersa. Równania opisujące zjawiska dyfrakcyjne związane z oddziaływaniem elektronów z kryształem dla  $\alpha = 0$  przybierają postać równań obowiązujących w kryształach idealnych. Należy więc przypuszczać, że kontrast obrazu dyslokacji znika gdy  $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$  czyli



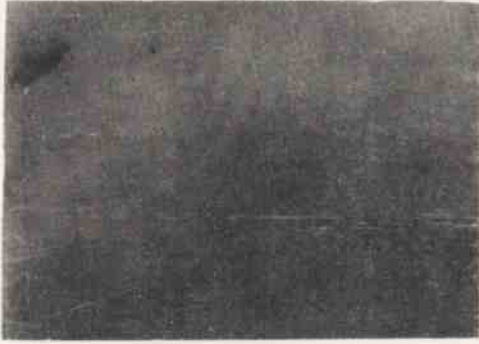
Rys. 5 Obraz dyslokacji niedopasowania leżących na powierzchni rozdziału podłoże – warstwa



Rys. 6 Obraz dyslokacji niedopasowania leżących w płaszczyźnie rozdziału



Rys. 7 Wielowarstwowa pryzmatyczna pętla dyslokacyjna



Rys. 8 Wielowarstwowa pryzmatyczna pętla dyslokacyjna



Rys. 9 Nagromadzenie pryzmatycznych pętli dyslokacyjnych



$\alpha = 0$ . W rzeczywistości zjawisko to występuje jedynie dla dyslokacji czysto śrubowych, a dla pozostałych typów dyslokacji kryteria znikania kontrastu obrazu są nieco inne; umieszczono je w tabl. 2.

Tablica 2

Klasyczne metody wyznaczania kierunku wektora Burgersa dyslokacji różnego typu

Typ dyslokacji	Definicja	Warunki znikania kontrastu obrazu	Metoda wyznaczania kierunku $\vec{\lambda}$ wektora Burgersa
Całkowita - czysto śrubowa	$\vec{b} \cdot \vec{\xi} = 0$	$\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$	Wykonanie dwu zdjęć mikroskopowych w dwu różnych refleksach $\vec{g}_1 \neq \vec{g}_2$ takich, że obserwuje się znikanie kontrastu obrazu danego fragmentu dyslokacji z warunku $\vec{g}_1 \cdot \vec{b} = 0$ oraz $\vec{g}_2 \cdot \vec{b} = 0$ ; utrzymujemy, że wektor Burgersa takiej dyslokacji jest równoległy do wektora danego równania $\vec{\lambda} = \vec{g}_1 \times \vec{g}_2$
Całkowita - mieszana	$\vec{b} \cdot \vec{\xi} \geq 0$	$\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ oraz $\frac{\vec{g} \cdot \vec{b}}{ \vec{g}   \vec{b} } \leq 0,64$	jak wyżej następnie należy sprawdzić drugi warunek
Całkowita - czysto krawędziowa	$\vec{b} \cdot \vec{\xi} = 1$	$\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ oraz $\frac{\vec{g} \cdot \vec{b}}{ \vec{g}   \vec{b} } \leq 0,64$	jak wyżej
Częściowa	$\vec{b} \cdot \vec{\xi}$ nieokreślone	$\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ oraz $\frac{\vec{g} \cdot \vec{b}}{ \vec{g}   \vec{b} } = \pm \frac{1}{3}$	Wykonanie zdjęć w różnych refleksach $\vec{g}$ pokazujących znikania i nieznikania kontrastu obrazu dyslokacji a następnie eliminowanie sprzecznych z warunkami znikania wektorów Burgersa przez eliminację dochodzi się do oznaczenia prawidłowego kierunku $\vec{b}$

\*  $\vec{\xi}$  - wektor równoległy do kierunku przebiegu linii dyslokacyjnych.

2.1.3.2. Wyznaczanie wektorów Burgersa dyslokacji. Metoda polega na znalezieniu dla każdego typu dyslokacji  $\vec{a}$  najmniejszego zespołu warunków dyfrakcyjnych /zbioru wektorów/, takiego, że istnieje w nim co najmniej jeden taki wektor dla każdej pary dyslokacji, aby kontrast obrazu jednej dyslokacji był różny

od zera, a drugiej zerowy. W praktyce postępowanie takie prowadzi do rozróżnienia dyslokacji i w konsekwencji do wyznaczenia kierunków ich wektorów Burgersa.

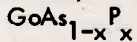
W opisaney metodzie posłużono się mapą linii Kikuchi. Pozwala ona na celowe, wcześniej zaplanowane, dobieranie potrzebnych warunków dyfrakcyjnych, oczywiście w granicach możliwości goniometru.

Ponieważ łatwo jest rozróżnić /tabl. 3/ poszczególne typy dyslokacji obserwując znikanie ich kontrastu, w szczególności wiedząc jeszcze przed wyznaczeniem wektorów Burgersa czy są to dyslokacje całkowite, kątowe, czy częściowe, to znając możliwe w badanej strukturze [16] wektory Burgersa dyslokacji danego typu łatwo dobrać najmniejszy zespół warunków dyfrakcyjnych, o których mowa wyżej. Jako przykład podano taki zbiór wektorów  $\bar{g}$  dla dyslokacji całkowitych /wektory Burgersa  $\frac{1}{2}$

$a < 110 >$  - tabl. 4/. Z tablicy tej wynika, że w celu wyznaczenia wektorów Burgersa dyslokacji całkowitych należy wykonać 6 zdjęć mikroskopowych w refleksach 400, 040,  $\bar{2}20$ , 220,  $\bar{3}\bar{1}1$ ,  $\bar{1}31$  najlepiej w ciemnym polu [17]. Zdjęcia te poddane analizie powinny wystarczyć do tego celu.

Tablica 3

Metody rozróżniania o priori typu obserwowanych dyslokacji w warstwach



Typ dyslokacji	Metoda rozróżnienia
Całkowite	Obserwuje się je jako ciemniejsze od tła /pozytyw/ pojedyncze linie
Częściowe Shockleya i Franka	Również występują jako ciemniejsze od tła linie, jednak zawsze związane są z błędem ułożenia, ponieważ dyslokacje te ograniczają błędy ułożenia bądź pętle dyslokacyjne
Kątowe /stair rod/	Występują jedynie na przecięciu się dwu błędów ułożenia zalegających różne płyszczyzny największego ułożenia

Tablica 4

Najmniejszy zespół warunków dyfrakcyjnych pozwalający wyznaczyć kierunki wektorów Burgersa dyslokacji całkowitych: 1 - istnienie kontrastu obrazu dyslokacji  $gb \neq 0$ ; 0 - znikanie kontrastu obrazu dyslokacji  $gb = 0$

Biegun Refleks W.Burgersa	001				103	013
	400	040	$\bar{2}20$	220	$\bar{3}\bar{1}1$	$\bar{1}31$
$\frac{1}{2} a [011]$	0	1	1	1	0	1
$\frac{1}{2} a [101]$	1	0	1	1	1	1
$\frac{1}{2} a [110]$	1	1	0	1	1	1

Biegun Refleks 'W. Burgersa	001				103	013
	400	040	220	220	311	131
$\frac{1}{2} a$ [01 $\bar{1}$ ]	0	1	1	1	1	1
$\frac{1}{2} a$ [10 $\bar{1}$ ]	1	0	1	1	1	0
$\frac{1}{2} a$ [ $\bar{1}\bar{1}0$ ]	1	1	1	0	1	1

Należy podkreślić, że opisana metoda jest szczególnie przydatna w przypadku, gdy mamy do czynienia z wieloma dyslokacjami w polu widzenia. Dzieje się tak na ogół w czasie obserwacji dyslokacji niedopasowania. Jeżeli obserwacje dotyczą dyslokacji o różnej od 0 składowej krawędziowej wektora Burgersa, to wówczas sytuacja komplikuje się o tyle, że nawet w przypadku gdy  $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$  może być widoczna  $\vec{g} \cdot (\vec{b} \cdot \xi) \approx 0,64$ . Wówczas należy wyznaczyć kierunek przebiegu linii takiej dyslokacji  $\xi$  a następnie korzystać z warunków  $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$  i  $\vec{g} \cdot (\vec{b} \cdot \xi) = 0$

## 2.2. Pryzmatyczne pętle dyslokacyjne

Pętle dyslokacyjne obserwowane w badanych warstwach mają charakter pryzmatyczny, zatem jest wykluczony ich ruch na drodze poślizgu. W związku z tym pozostają one w warstwach.

Pod nieobecność dyslokacji dyfuzja domieszki w pewnych warunkach domieszkania i temperatury może powodować tworzenie się wydzieleni innej fazy. W przypadku bardzo małych wydzieleni, jak to pokazano na przytoczonych zdjęciach /rys. 7, 8, 9/ objętość przez nie zajmowana jest tak mała, że nie można dokonać identyfikacji tych wydzieleni za pomocą dyfrakcji elektronów. Często z wydzieleniami są związane pętle dyslokacyjne, jak jest to widoczne na przytoczonych zdjęciach. Dwa czynniki grają prawdopodobnie ważną rolę w tworzeniu tych defektów. Pierwszym jest zakłócenie stechiometrii w osnowie, wynikłe z tworzenia się wydzielenia. Możemy dla przykładu rozważyć prosty przykład GaAs [8].

Gdy domieszka A tworzy potrójny związek  $GaAs_{1-y}A_y$  z GaAs pojawia się druga faza postaci  $Ga_nA_m$  i wówczas możemy napisać równanie:

$$GaAs_{1-y}A_y + zA = \frac{z}{m} Ga_nA_m + Ga_{1-(yn/m)}As_{1-y}A_z \quad (2)$$

$$Ga_{1-(yn/m)}As_{1-y}A_z = GaAs_{1-y}A + (z-y)A - y \frac{z}{m} Ga \quad (3)$$

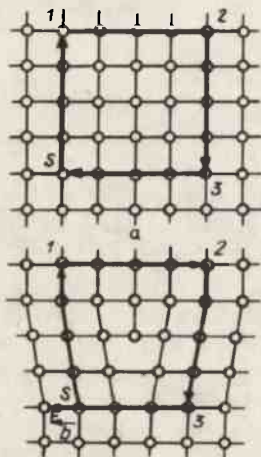
Powyższe równania wskazują, że wakansy  $Ga$  lub atomy międzywęzłowe  $As$  są potrzebne do powtórznego ustalenia stechiometrii. Możemy zapisać podobne reakcje

dla wydzielen  $As_n A_m$ . W tym przypadku potrzebne będą międzywęzłowe atomy As lub wakansy do ustalenia spowrotem stechiometrii. Nadmiar wakansów Ga lub As lub atomów międzywęzłowych może się gromadzić tworząc pętle dyslokacyjne ze zgodnymi lub niezgodnymi błędami ułożenia. Jest również możliwe, że wydzielenie wynika z lokalnego przesylenia kompleksem postaci  $\sqrt{V/Ga} - \sqrt{A/As}$  lub  $\sqrt{V/Ga} - \sqrt{A/Ga}$ , gdzie wakans Go V jest związany z podstawieniową domieszką A w miejscu Ga lub As. Podane tu rozważania można rozciągnąć na  $GaAs_{1-x}P_x$ .

Nadmiarowa koncentracja defektów punktowych, potrzebna dla tworzenia pętli dyslokacyjnych z błędami ułożenia, może wynikać z nagromadzenia i wydzielenia takich kompleksów.

Drugim czynnikiem mogącym wywołać powstawanie pryzmatycznych pętli jest odkształcenie niedopasowania między wydzieleniami drugiej fazy i sąsiadującą osnową. Dla dużego niedopasowania sieciowego między osnową i wydzieleniem odkształcenia jest akomodowane przez dyslokacje niedopasowania /dla półkoherentnych wydzieleni/, lub przez pętle dyslokacyjne, które są emitowane z powierzchni wydzielenia do osnowy. Takie pętle mogą powiększać się przez wspinanie i tworzy duże pętle z błędami, lub pętle z dyslokacji całkowitych. Jako przykład tego typu procesu przytoczono rys. 7.

Do wyznaczenia wektorów Burgersa dyslokacji zastosowano regułę FS/RH /Finish Start Right Hand/, której zasadę pokazuje rys. 10. Kierunek dodatni linii dyslokacyjnej został ustalony zgodnie z regułą śruby prawoskrętnej, gdy patrzymy wzdłuż kierunku ruchu elektronów [6]. Otrzymane wyniki zamieszczono w tabl. 5 i zilustrowano na rys. 7, 8, 9, 11-17.



Rys. 10. Rysunek wyjaśniający zasadę stosowania reguły FSRH

Pojedyncza pętla dyslokacyjna /rys. 11, 12/ ma wektor przesunięcia

$\vec{R} = \frac{1}{2} a [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ , a ograniczająca ją dyslokacja częściowa Franka ma wektor Burgersa  $\vec{b} = \frac{1}{3} a [1\bar{1}\bar{1}]$ . Na rysunkach 13 - 16 pokazano dwie rodziny pętli dys-

lokacyjnych: "pozioma" i "pionowa". Pętle 1, 9, 16, 17, należące do rodziny "poziomej", przecinają folię w kierunku  $[110]$ . Pętle należące do rodziny "pionowej" przecinają folię w kierunku  $[1\bar{1}0]$ . Wynikiem analizy kontrastu i rozważań geometrycznych są właśnie wyniki zamieszczone w tabl. 5



Rys. 11 Pętla dyslokacyjna Franka



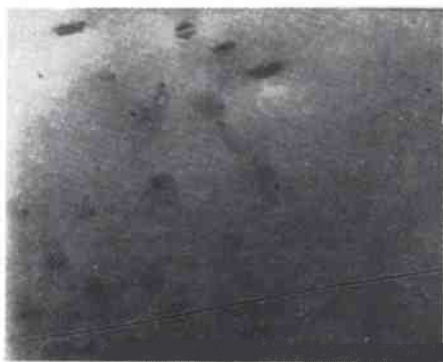
Rys. 12 Znikanie błędu ułożenia z rys. 15



Rys. 13 Dwie rodziny pętli dyslokacyjnych



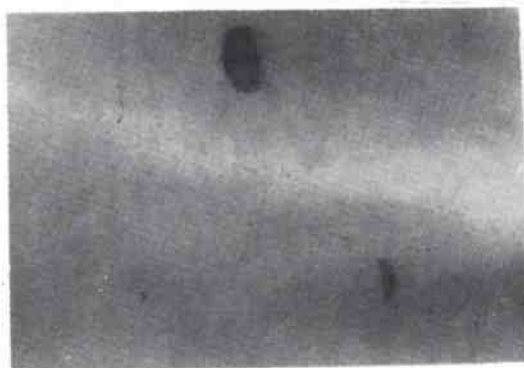
Rys. 14 Dwie rodziny pętli dyslokacyjnych



Rys. 15 Dwie rodziny pętli dyslokacyjnych



Rys. 16 Dwie rodziny pętli dyslokacyjnych



Rys. 17 Pętle dyslokacyjne



Rys. 18 Schemat: (a) – pętli Franka ze zgodnym błędem ułożenia  
(b) pętli Franka z niezgodnym błędem ułożenia

Tablica 5

Nr pętli	Rodzina	Płaszczyzna błędu ułożenia	Wektor Burgerso dyslokacji	Charakter
1	pozioma	$\sqrt{111}/$	$-\frac{1}{3} \circ [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	D
9		$/\bar{1}\bar{1}\bar{1}/$	$+\frac{1}{3} \circ [111]$	S
16		$/\bar{1}\bar{1}\bar{1}/$	$+\frac{1}{3} \circ [111]$	S
17		$/\bar{1}\bar{1}\bar{1}/$	$+\frac{1}{3} \circ [111]$	S
7	pionowa	$/11\bar{1}/$	$-\frac{1}{3} \circ [11\bar{1}]$	D
8		$/11\bar{1}/$	$-\frac{1}{3} \circ [11\bar{1}]$	D
6		$/111/$	$+\frac{1}{3} \circ [111]$	S
13		$/111/$	$+\frac{1}{3} \circ [111]$	S

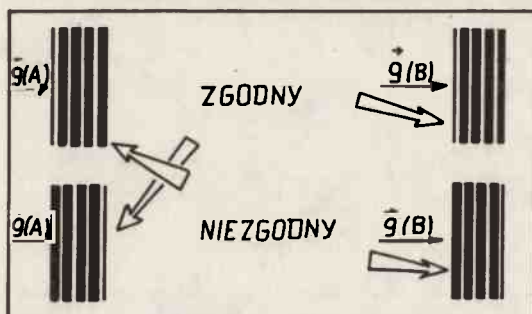
Obserwowano również pętle wielowarstwowe /rys. 7, 8/. Obserwacje tego typu defektów w silnie domieszkowanych tellurem monokrystalach GaAs przedstawiono w pracy [12], w której podano również ich interpretację. Założono mianowicie, że proces homogenicznego wydzielenia w domieszkowanych tellurem monokrystalach GaAs zachodzi w kilku stadiach. Pierwsze to tworzenie obszarów z nadmiarem atomów Te, co stwarza warunki dogodne do oddziaływania między nimi.

W drugim stadium segregacja atomów Te prowadzi do tworzenia się jednowarstwowych defektów międzywęzłowych o orientacji  $[111]$ . Zakłada się też, że segregacja atomów Te jest związana z segregacją atomów Ga i tworzeniem się podwójnej warstwy Te + Ga. Ze względu na to, że badane warstwy były domieszkowane właśnie tellurem, a bardzo dużą dozą prawdopodobieństwa możemy przenieść powyższe rozważania na nasz przypadek.

### 2.2.1. Pętle dyslokacyjne Franko

Błąd ułożenia musi być ograniczony dyslokacjami częściowymi. Mogą to być dyslokacje częściowe Shockleya i wówczas błąd ułożenia ma na ogół kształt podłużnej wstęgi, lub dyslokacje częściowe Franka, których wektory Burgersa są prostopadłe do płaszczyzn o najgęstszym ułożeniu /w przypadku struktury B3 są nimi płaszczyzny  $\{111\}$  / a ich długości równają się odległościom między sąsiednimi płaszczyznami  $\{111\}$ , tj.  $a/3$ . Błędy ułożenia ograniczone dyslokacjami częściowymi Franko obserwuje się w postaci pętli dyslokacyjnych z błędem ułożenia w środku, zwanych w dalszej części pętlami Franka. Na rysunku przedstawiono dwie możliwości /pętlę Franko zawierającą zgodny błąd ułożenia i pętlę Franko z niezgodnym błędem ułożenia. Opracowano metodę szybkiej identyfikacji płaszczyzny, w której leży pętlo dyslokacyjna przecinająca się z powierzchnią folii. Istotę tej metody przedstawiają rysunki 19a, b. Jak widać, pętle, które przecino-

ją się z powierzchnią wejściową i są położone po lewej stronie kierunku  $[110]$  /rys. 19a/ gdy patrzymy wzdłuż tego kierunku, muszą leżeć w płaszczyźnie  $(111)$ , analogicznie gdy pętla leżą po prawej stronie tego kierunku to znajdują się w płaszczyźnie  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ . Pozostałe przypadki są zawarte w tabl. 6.



Rys. 19. Schemat wyjaśniający metodę szybkiej identyfikacji płaszczyzny zalegania pętli dyslokacyjnej

Tabl. 6

Płaszczyzny zalegania pętli Franko wyznaczane no zasadzie geometrycznych rozważań na rys. 18a, b

Kierunek przecięcia pętli z powierzchnią folii		$[110]$		$[\bar{1}\bar{1}\bar{0}]$	
Pętla przecina się z powierzchnią		wejście- wa	wyjście- wa	wejście- wa	wyjście- wo
Jej geometryczne usytuowanie	↘ prawo	$(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$	$(111)$	$(111)$	$(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$
	↙ lewo	$(111)$	$(111)$	$(111)$	$(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$

Do wyznaczenia płaszczyzny zalegania pętli Franka w monokryształe o kierunku wzrostu  $[001]$  wystarczy więc wykonać dwa zdjęcia mikroskopowe dla dokładnie dwuwieżkowego przypadku dyfrakcyjnego, przy kierunku podania wiązki B jak najbardziej zbliżonym do kierunku  $[001]$ : jedno w jasnym, drugie w ciemnym polu, w refleksie takim, aby nie znikał kontrast błędu ułożenia w pętli. Z tych dwu zdjęć określamy czy pętla przecina się z górą, czy z dołem folii /z powierzchnią wejściową czy z powierzchnią wyjściową/:

- jeżeli kontrast prążka w miejscu przecięcia błędu ułożenia z folią w jasnym i ciemnym polu jest taki sam, to pętla przecina się z powierzchnią wejściową;
- w przypadku przeciwnym, gdy kontrast prążków jest różny, pętla musi przecinać się z powierzchnią wyjściową folii.

Następnie należy sprawdzić /po uwzględnieniu kątów obrotu obrazu mikroskopowego w stosunku do dyfrakcji/ czy pętla znajduje się po prawej czy po lewej stronie jednego z dwu możliwych kierunków  $[110]$  lub  $[\bar{1}\bar{1}\bar{0}]$ . Wszystkie możliwe sytuacje rozpatrzono w tabl. 6.

Przy wyznaczaniu charakteru błędu ułożenia w środku pętli Franka należy zastosować, jeżeli oczywiście przecina się ona z jedną z powierzchni folii, identyczną procedurę jak w przypadku błędów ułożenia. Jeżeli obserwuje się pętlę nie



przecinając się z żadną z powierzchni folii, to również można zidentyfikować jej charakter. Postępowanie opiera się na fakcie, że położenie obrazu dyslokacji względem krawędzi pętli zależy od znaku wyrażenia  $(g \cdot b) \cdot s$  /zob. rys. 17/.

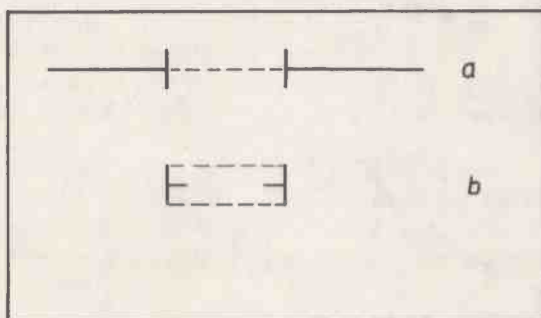
### 2.3. Błędy ułożenia

Najbardziej charakterystycznymi defektami występującymi w badanych warstwach są błędy ułożenia. Typowy przykład obserwowanych błędów przytoczono na rys. 20. Przy użyciu fotografii wykonanych w ciemnym polu określono charakter błędów ułożenia na zgodny. Płaszczyzny zalegania błędów ułożenia wyznaczono z znikania prążków. Jak z przytoczonego zdjęcia wynika struktura błędu ułożenia jest skomplikowana, tak ze względu na obecność dyslokacji z nim związanych, jak również oddziaływania między nimi, oraz dyslokacjami obcymi. Obszary, w których nastąpiło wygaszenie prążków, czyli likwidacja błędu ułożenia, powstały prawdopodobnie w wyniku oddziaływania dyslokacji wg reakcji, z których w charakterze przykładów przytaczamy następujące 13 :

$$\frac{1}{2} a [110] = \frac{1}{6} a [11\bar{2}] + \frac{1}{3} a [111] \quad (4)$$

bądź

$$\frac{1}{2} a [110] = \frac{1}{6} a [21\bar{1}] + \frac{1}{6} a [121] \quad (5)$$



Rys. 20. Obraz najbardziej charakterystycznego dla badanych warstw błędu ułożenia

Jak z przytoczonych reakcji wynika likwidacja błędu ułożenia może następować bądź przez pętle Franka powstałą przez kondensację defektów punktowych, bądź przez poślizg dyslokacji częściowych Shockleya. Ze względu na skomplikowaną strukturę obserwowanych błędów ułożenia konieczne są dalsze badania nad oddziaływaniem dyslokacji będących w obszarze tychże błędów, celem uzyskania odpowiedzi przy pomocy jakich procesów, w obserwowanych przypadkach, likwidacja błędów ułożenia.

Wyznaczony przez nas charakter błędów ułożenia jest zgodny z otrzymanymi wcześniej wynikami [14] .

### 2.3.1. Wyznaczenie charakteru błędów ułożenia

Błąd ułożenia jest defektem struktury krystalicznej powstającym w przypadku, gdy dwie idealne części tego samego kryształu zostaną przemieszczone w stosunku do siebie o wektor  $\vec{R}$ , zwany wektorem przesunięcia błędu ułożenia. Wektor ten nie może być całkowitą wielokrotnością żadnego wektora sieciowego danej struktury.

W strukturze fosforoarsenku голу B3 wektor przesunięcia  $\vec{R}$  ma postać

$$\vec{R} = \frac{1}{3} \vec{a} \langle 111 \rangle$$

gdzie:  $\vec{a}$  jest stałą sieci.

Z definicji wynika, że błąd ułożenia możemy również rozpatrywać jako defekt powstały na skutek wprowadzenia do sieci /lub usunięcia z niej/ części płaszczyzny o ukazanym wyżej ułożeniu.

W przypadku wprowadzenia dodatkowej części płaszczyzny powstaje błąd ułożenia niezgodny, natomiast w przypadku usunięcia części tej płaszczyzny powstaje błąd ułożenia zgodny.

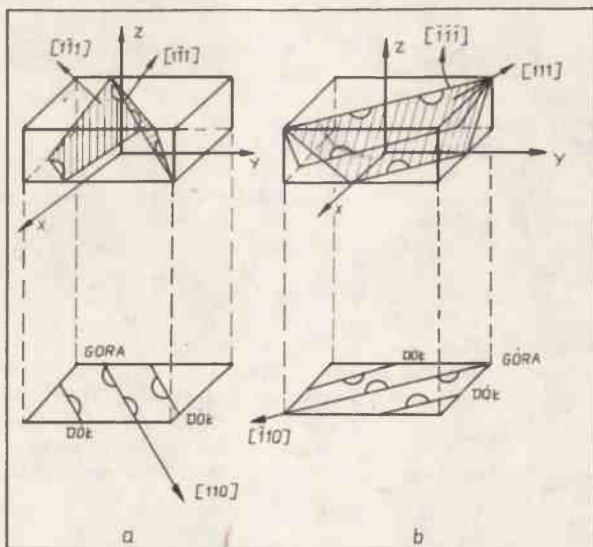
Istnieje metoda stwierdzenia jaki jest charakter błędu ułożenia, polegająca na analizie kontrastu zewnętrznych prążków [18]. W tym celu należy zorientować obraz mikroskopowy wykonany w ciemnym polu, uwzględniając jego obrót względem obrazu dyfrakcyjnego w ten sposób, aby wektor dyfrakcyjny był skierowany na prawo:

- jeżeli wektor  $\vec{g}$  jest skierowany w stronę ciemnego prążka zewnętrznego błąd ułożenia ma charakter zgodny jeśli tylko  $\vec{a}$  należy do klasy B refleksów;
- gdy wektor  $\vec{a}$  należy do klasy A błąd ułożenia ma charakter niezgodny;
- w przypadku gdy  $\vec{g}$  jest skierowany w stronę jasnego prążka zewnętrznego błąd ma charakter niezgodny, gdy  $\vec{g}$  należy do klasy B, zgodny gdy  $\vec{g}$  należy do klasy A.

Należy dodać, że do klasy A należą takie typy refleksów, jak  $\langle 200 \rangle$ ,  $\langle 222 \rangle$ , do klasy B natomiast zaliczamy  $\langle 400 \rangle$ ,  $\langle 220 \rangle$ ,  $\langle 111 \rangle$ .

Regułę wyznaczenia charakteru błędów ułożenia przedstawiono na rys. 21. Ukazano na nim wszystkie możliwe sytuacje występujące w trakcie określenia charakteru błędów ułożenia.

Autorzy dziękują prof. dr. B. Jakowlewowi, Dyrektorowi ONPMP, za poddanie tematu pracy, Pani Mieczysławie Ganczarek za przygotowanie próbek oraz mgr inż. H. Kozłowskiej za badania na mikrosondzie.



Rys. 21. Schemat do wyznaczania charakteru błędu ułożenia

## LITERATURA

1. C. J. Nuese, G. H. Olsen: Appl. Phys. Letters 26, 1975, 528
2. B. F. Williams, J.J. Tietjen: Proc. IEEE 59, 1971, 1489
3. J. M. Woodall, H. J. Horsel: Appl. Phys. Letters 21, 1972, 379
4. W. Brzozowski: Materiały Elektroniczne 1, 1973, 10
5. W. Przedpeński: Raport z pracy nr 103 - 10/B/76
6. J. P. Hirth, J. Lothe: Theory of Dislocations. New York, Mc Grow-Hill 1967
7. P. K. S. Połotnik, J. J. Papirow: Epitaksjalne Plionki. Moskwa, Izd. Nauka 1971
8. P. Petroff: Inst. Phys. Conf. Ser. 23, 1975, 73
9. M. S. Abrahams, L. R. Weisberg, C. J. Buiochi, J. Blanc: J. Mater. Sci. 4, 1969, 223
10. J. W. Matthews: Epitaxial Growth ed. J. Matthews. New. York, Academic Press 1974
11. M. Dupuy, D. Lafeuille: J. Crystal Growth 31, 2, 1975, 244
12. V. D. Vemer et. al.: Phys Stat Sol. /a/ 33, 1976, 755
13. L. M. Cloreborough: Phys. Stat. Sol. 40, 1970, 327
14. M. S. Abrahams, J. Tietjen; J. Phys. Chem. Solids 30, 1969, 2491
15. Howie A., Whelan M. J. : Proc. Roy. Soc. Lond. A263, 1971, 217
16. Holt D.B.: J. Phys. Chem. Solids 23, 1972, 1353
17. Hirsch. P. B. et al.: Electron microscopy of thin crystals. London, Butterworth 1965
18. J. Kozubowski: Metody transmisyjnej mikroskopii elektronowej. Wyd. Śląsk 1974