



# PRACE ITME

JERZY SASS

RENTGENODYFRAKCYJNA ANALIZA  
ODKSZTAŁCEŃ KOHERENTNYCH  
W PÓŁPRZEWODNIKOWYCH  
STRUKTURACH WARSTWOWYCH  $A^{III}B^V$

2000

Zeszyt 54



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

sekretarz naukowy  
tel. 8354416  
fax: (4822) 8349003  
e-mail: jelens\_a@sp.itme.edu.pl

Ośrodek Informacji Naukowej  
i Technicznej (OINTE)  
tel.: (4822) 8353041-9 w. 129, 425  
e-mail: ointe@sp.itme.edu.pl  
<http://sp.itme.edu.pl/ds3/>

Instytut Technologii Materiałów Elektronicznych wydaje trzy czasopisma naukowe, których tematyka dotyczy inżynierii materiałowej, elektroniki i fizyki ciała stałego, a w szczególności technologii otrzymywania nowoczesnych materiałów, ich obróbki, mierzniactwa oraz wykorzystania w elektronice i innych dziedzinach gospodarki:

- ★ **Materiały Elektroniczne** – zawierające artykuły problemowe, teksty wystąpień pracowników ITME na konferencjach i Biuletyn PTWK (Polskie Towarzystwo Wzrostu Kryształów im. prof. J. Czochralskiego)
- ★ **Prace ITME** – zawierające monografie, rozprawy doktorskie i habilitacyjne, głównie pracowników ITME
- ★ **Nexus Research News** – od 1998 r. (poprzednio MST News Poland) w języku angielskim, zawierający artykuły dotyczące polskich/europejskich osiągnięć w zakresie mikrosystemów rozumianych jako zespół czujników przetwarzających wielkości mierzone na sygnał elektryczny, układów obróbki tego sygnału oraz wskaźników lub elementów wykonawczych (actuators). Czasopismo jest sponsorowane przez Program Europejski NEXUS (Network of Excellence in Multifunctional Microsystems).

★★ **Katalogi i karty katalogowe technologii, materiałów, wyrobów i usług**

Informacje dotyczące katalogów i kart katalogowych można uzyskać:

tel. 8349730; fax: 8349003, komertel/fax 39120764, e-mail: itme@sp.itme.edu.pl



Jerzy Sass

**RENTGENODYFRAKCYJNA ANALIZA  
ODKSZTAŁCEŃ KOHERENTNYCH  
W PÓŁPRZEWODNIKOWYCH  
STRUKTURACH  
WARSTWOWYCH A<sup>III</sup>B<sup>V</sup>**

WARSZAWA ITME 2000

<http://rcin.org.pl>

## KOLEGIUM REDAKCYJNE:

prof. dr hab. inż. Andrzej JELEŃSKI (redaktor naczelny)

doc. dr hab. inż. Paweł KAMIŃSKI (z-ca redaktora naczelnego)

prof. dr hab. inż. Andrzej JAKUBOWSKI, doc. dr hab. inż. Jan KOWALCZYK

doc. dr Zdzisław LIBRANT, dr Zygmunt ŁUCZYŃSKI

doc. dr hab. inż. Tadeusz ŁUKASIEWICZ, prof. dr hab. inż. Wiesław MARCINIAK

prof. dr hab. inż. Władysław K. WŁOSIŃSKI, mgr Eleonora JABRZEMSKA (sekretarz redakcji)

## Adres Redakcji:

INSTYTUT TECHNOLOGII MATERIAŁÓW ELEKTRONICZNYCH

ul. Wólczyńska 133, 01-919 Warszawa, e-mail: ointe@sp.itme.edu.pl

<http://sp.itme.edu.pl>

tel.	835 44 16 lub 835 30 41 w. 454	- redaktor naczelny
	835 30 41 w. 164	- z-ca redaktora naczelnego
	835 30 41 w. 129	- sekretarz redakcji

PL ISSN 0209 - 0066



### *Od Redakcji*

Prezentowana praca jest rozprawą doktorską autora, obronioną przed Radą Naukową Instytutu Technologii Materiałów Elektronicznych w dniu 6 maja 1999 r.



01 Redakcji

Pracownia przy Instytucie Technicznym  
Pracownia przy Instytucie Technicznym  
Pracownia przy Instytucie Technicznym



# Spis treści

1. Wstęp .....	7
2. Wzrost pseudomorficzny - odkształcenia spowodowane koherencją sieciową .....	11
3. Grubość krytyczna, relaksacja naprężeń w warstwach, dyslokacje niedopasowania .....	14
4. Przedstawienie własności strukturalnych warstw epitaksjalnych i supersieci w sieci odwrotnej .....	18
5. Charakterystyka dyfrakcji rentgenowskiej przedstawiona za pomocą konstrukcji Ewalda w sieci odwrotnej- metody dwuwymiarowego skanowania - szerokość połówkowa krzywej dyfrakcji .....	22
6. Pomiar grubości warstw epitaksjalnych .....	24
7. Dyfraktometr trójkryształiczny .....	31
8. Układ dyfraktometru trójkryształicznego do charakteryzacji warstw epitaksjalnych związków półprzewodnikowych $A^{III}B^V$ .....	35
9. Wyniki doświadczalne .....	40
9.1. Charakteryzacja własności powierzchniowych kryształów InP [001] zastosowanych jako podłoża do warstw epitaksjalnych $In_xGa_{1-x}As$ za pomocą reflektometrii rentgenowskiej i wysokorozdzielczej dyfrakcji rentgenowskiej .....	40
9.2. Metody wytwarzania warstw epitaksjalnych i ich charakteryzacja .....	44
9.3. Wyniki badań warstw epitaksjalnych w symetrycznym odbiciu 004 .....	45
9.4. Wyniki badania warstw epitaksjalnych w asymetrycznym odbiciu 224 .....	61

10. Podsumowanie i wnioski .....	69
Bibliografia .....	71
Summary .....	73
Wykaz stosowanych skrótów i oznaczeń .....	74

# RENTGENODYFRAKCYJNA ANALIZA ODKSZTAŁCEŃ KOHERENTNYCH W PÓLPRZEWODNIKOWYCH STRUKTURACH WARSTWOWYCH A<sup>III</sup>B<sup>V</sup>

Tekst dostarczono : 28.12.1999 r.

Przyjęto do druku : 12.02.2000 r.

W pracy zbadano własności strukturalne trójskładnikowej warstwy epitaksjalnej  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  osadzonej na podłożu  $\text{InP}$  001 przy stałym stężeniu indu  $x = 0,47$  w funkcji jej grubości. Badany zakres grubości warstwy od 100-900 nm leży powyżej grubości krytycznej, która wynosi  $t_c = 38$  nm. Do badania własności strukturalnych wykorzystano trójkrystaliczny dyfraktometr i metodę topografii transmisyjnej Langa. Pokazano, że relaksacja pojawia się począwszy od grubości  $t > 10 t_c$ . Liniowa gęstość dyslokacji niedopasowania w dwóch różnych kierunkach azymutalnych  $\langle 110 \rangle$  jest mniej więcej jednakowa. Wartości stałych sieciowych warstwy i podłoża w kierunkach prostopadłym i równoległym do powierzchni płytki otrzymano z badania rozkładów natężenia promieniowania w otoczeniu węzłów 004 i 224 sieci odwrotnej. Pokazano, że z rozkładu natężenia rozpraszania dyfuzyjnego jest możliwy pomiar liniowej gęstości dyslokacji niedopasowania. Zaproponowany w pracy układ dyfraktometru trójkrystalicznego zapewnił realizację zadań postawionych w niniejszej pracy.

## 1. WSTĘP

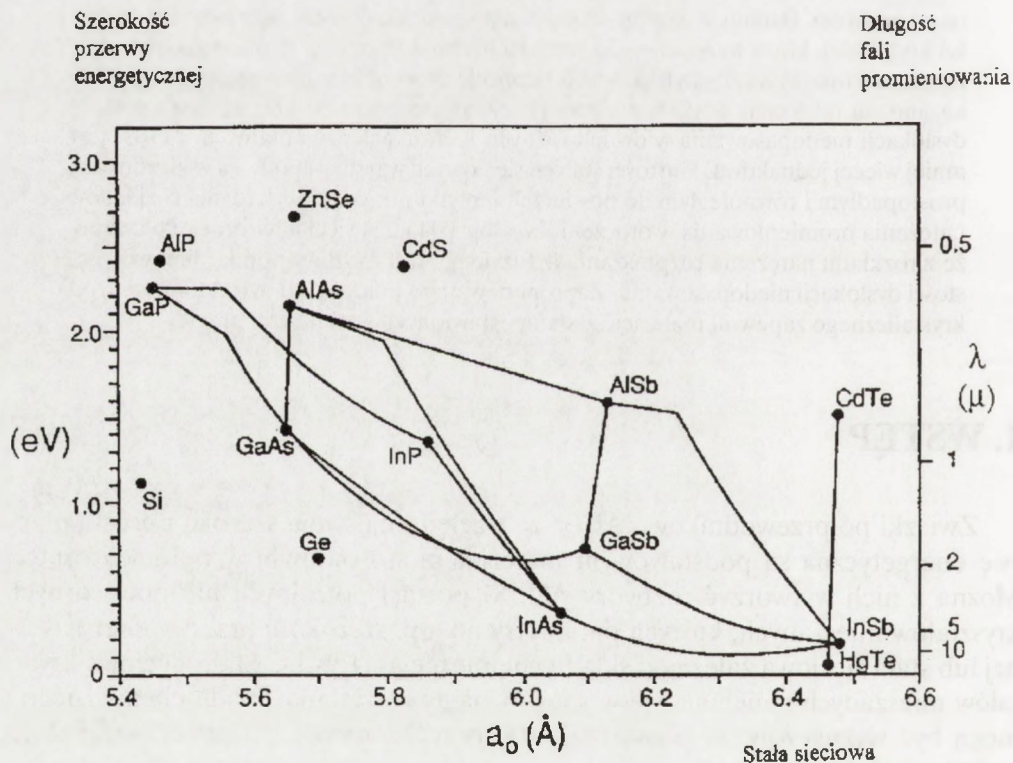
Związki półprzewodnikowe A<sup>III</sup>B<sup>V</sup> ze względu na swoją szeroką i prostą przerwę energetyczną są podstawowym materiałem stosowanym w optoelektronice. Można z nich wytworzyć roztwory stałe w postaci potrójnych lub poczwórnych kryształów mieszanych, których parametry jak np. szerokość przerwy energetycznej lub stała sieciowa zależą od składu chemicznego (Rys.1). Stałe sieciowe kryształów mieszanych zmieniają się w sposób ciągły ze zmianą składu chemicznego i mogą być wyznaczone (z wystarczającym przybliżeniem) z liniowej interpolacji stałych sieciowych podwójnych związków półprzewodnikowych (reguła Vegarda). Współczesne przyrządy optoelektroniczne są zbudowane z szeregu cienkich warstw (rzędu nm) z dużym gradientem składu chemicznego na granicach warstw nakładanych na zorientowanym podłożu monokrystalicznym związku półprzewodnikowego A<sup>III</sup> B<sup>V</sup> i są nazywane warstwami epitaksjalnymi.



Te wielowarstwowe struktury o różnym składzie chemicznym nazwano heterostrukturami, a w szczególnym przypadku, gdy zmiany składu chemicznego mają charakter okresowy supersieciami lub strukturami modulowanymi. Pomędzy takimi warstwami zachodzi niedopasowanie sieciowe  $\Delta a/a$ .

Technologicznie ważnym problemem (ze względu na własności fizyczne przyrządu półprzewodnikowego) jest wytwarzanie warstw epitaksjalnych i supersieci koherentnych sieciowo z podłożem. Koherencja sieciowa dla niedopasowanych sieciowo materiałów jest realizowana za pomocą określonej deformacji sieciowej i taki stan może istnieć do określonej grubości krytycznej  $t_c$  warstwy (przy założeniu, że grubość warstwy  $t_w$  jest dużo mniejsza od grubości podłoża).

Do niedawna w technologii elementów półprzewodnikowych dążyło się ogólnie do tego, aby nie przekraczać wielkości  $t_c$ , co z reguły zapewniało wysoką jakość krystalograficzną i możliwość zastosowania takiej struktury w układach mikro- i optoelektronicznych. Powyżej grubości krytycznej warstwy, a zwłaszcza



**Rys. 1.** Szerokość przerwy energetycznej i długość fali promieniowania emitowanego w funkcji stałej sieciowej potrójnych kryształów mieszanych związków półprzewodnikowych.

**Fig. 1.** Band gap energy and wavelength of emitting radiation as a function of lattice constant for ternary semiconducting compounds.



przy długotrwałej pracy takiej struktury (w warunkach dużego naprężenia) może dojść do relaksacji naprężeń. Najczęściej spotykanym modelem opisu relaksacji naprężeń w materiałach półprzewodnikowych jest generacja *dyslokacji niedopasowania* (*misfit dislocation - MD*) w pobliżu granicy podłoże-warstwa lub pomiędzy warstwami dla struktur wielowarstwowych.

W stanie pełnej relaksacji - w płaszczyźnie rozdziału są rozmieszczone dyslokacje niedopasowania, przy czym ich wzajemne odległości zależą od względnej różnicy stałych sieciowych  $\Delta a/a$  i wektora Burgersa  $\vec{b}$  dyslokacji niedopasowania. Takie defekty, a w szczególności te fragmenty linii dyslokacyjnych, które są propagowane do warstwy epitaksjalnej (*threading dislocations - TD*) działają jako centra bezpromienistej rekombinacji i degradują własności elektryczne przyrządu półprzewodnikowego. Stan niekoherentny może inicjować wzrost wypowy i w dalszej konsekwencji tworzenie się struktury blokowej warstwy. Warstwa dzieli się na bloki o określonej wielkości nieznacznie zdezorientowane względem siebie i w stosunku do podłoża.

W niektórych przypadkach (np. ZnSe/GaAs oraz GaAs/Si) występują anomalie w niedopasowaniu sieciowym. Ich źródłem są różne współczynniki rozszerzalności warstwy i podłoża. Przy badaniu GaAs osadzonym na podłożu Si stwierdzono, że w temperaturze wzrostu zarówno Si, jak i GaAs zachowują swoje stałe sieciowe odpowiadające temperaturze wzrostu. Prawie całe niedopasowanie sieciowe w temperaturze wzrostu jest kompensowane przez dyslokacje niedopasowania. Podczas chłodzenia do temperatury pokojowej atomy w heterozłączu wykazują tendencję do zachowania wzajemnych pozycji, co wymusza warunek minimalizacji energii sprężystej w złączu. Oznacza to, że stała sieciowa GaAs mierzona w płaszczyźnie złącza maleje zgodnie ze skurczem sieci Si, a to z kolei jest źródłem dwuosiowych odkształceń w warstwie. Ostatecznie stała sieciowa warstwy epitaksjalnej GaAs mierzona w płaszczyźnie złącza wynosi  $a''_w = 5,6602 \text{ \AA}$ , a stała sieciowa GaAs mierzona w kierunku prostopadłym do złącza  $a^+_w = 5,648 \text{ \AA}$  [1].

Mechanizm relaksacji naprężeń w epitaksjalnych warstwach półprzewodnikowych jest szczegółowo badany za pomocą metod rentgenograficznych (dyfraktometria, spektrometr dwukrystaliczny, *dyfrakcja rentgenowska (XRD)* oraz *transmisyjnej mikroskopii elektronowej (transmission electron microscopy - TEM)*, *spektroskopii fotoluminescencyjnej, rozpraszania Ramana, katodoluminescencji (cathodoluminescence - CL)* i *metodą prądu indukowanego wiązką elektronową (electron beam induced current - EBIC)*.

Wśród wymienionych technik badania charakter nieniszczący mają jedynie metody rentgenograficzne oraz spektroskopia fotoluminescencyjna. Jeśli chodzi o badanie dyslokacji, a w szczególności dyslokacji niedopasowania, powszechnie znane są metody ich bezpośredniej obserwacji (tzn. metody badania oddzielnych defektów) np. TEM, *topografia rentgenowska (XRT)*. Poprawny opis topograficznego obrazu dyslokacji niedopasowania można uzyskać drogą numerycznego cał-

kowania równań Takagi [2-3]. Dzięki rozwojowi metod symulacji kontrastu na dyslokacjach (i innych defektach) osiągnięto duży postęp w badaniach defektów strukturalnych w skali mikroskopowej.

Jednak z punktu widzenia charakteryzacji elementów półprzewodnikowych po kolejnych etapach różnych procesów technologicznych stosowanych w mikroelektronice istotne są techniki badania dostarczające integralnych informacji o strukturze tych elementów, w skali makroskopowej. Takie informacje mają na ogół większe znaczenie praktyczne, ponieważ wykluczają przypadkowe konfiguracje w rozkładzie i charakterze defektów.

Ważne znaczenie zyskują w ostatnich latach czułe dyfraktometryczne metody badania defektów struktury, polegające na szczegółowym badaniu rozkładu natężenia rozpraszania dyfuzyjnego w przestrzeni sieci odwrotnej. Opracowano teoretyczne podstawy do zastosowania tych metod w badaniu defektów punktowych (luki, atomy domieszkowe: podstawieniowe i międzywęzłowe), a zwłaszcza ich skupisk, pętli dyslokacyjnych, defektów radiacyjnych i poimplantacyjnych [4-5]. Analiza rozkładu natężenia rozpraszania dyfuzyjnego jest również wykorzystywana w badaniach gęstości dyslokacji niedopasowania w półprzewodnikowych heterozłączach i może być z powodzeniem traktowana jako komplementarna metoda pomiarowa do XRD, zwłaszcza w zakresie powyżej jej granicznej zdolności rozdzielczej ( $5 \times 10^3 \text{ cm}^{-1}$ ) [6-10].

Z rozeznania literaturowego autora wynika jednak, że przypadki dużej anizotropii w rozkładzie rozpraszania dyfuzyjnego od dyslokacji nie były dotąd rozważane.

Literatura dotycząca badań koherencji sieciowej warstw epitaksjalnych i supersieci za pomocą metod rentgenograficznych jest obszerna. Zostały opracowane metody pomiarowe potrzebne do oceny stopnia relaksacji naprężeń w warstwach i supersieciach z odkształceniem tetragonalnym i romboidowym z zastosowaniem dwukrystalicznego dyfraktometru [11-13]. Powszechnie stosowany model relaksacji za pomocą  $60^\circ$  dyslokacji niedopasowania ściąganych do granicy rozdziału przez poślizg (na płaszczyznach krystalograficznych (111) w przypadku materiałów  $A^{\text{III}}B^{\text{V}}$ ) został potwierdzony w wielu badaniach za pomocą metod TEM, EBIC oraz XRT [14-16].

Znaczny postęp w badaniach struktury warstw epitaksjalnych w ostatnich latach wiąże się z rozwojem dyfraktometru trójkryształicznego. Jego podstawową cechą jest niska apertura kątowna licznika, dzięki temu jest możliwe skanowanie badanego kryształu z dwoma stopniami swobody  $\omega$  i  $2\theta$  (współrzędne dyfrakcyjne) z wysoką zdolnością rozdzielczą. Ponadto można badać rozpraszanie dyfuzyjne pochodzące od defektów np. dyslokacji niedopasowania ulokowanych w heterozłączu.

Stwierdzono również, że własności elektryczne przyrządów wytworzonych z warstw pseudomorficznych o grubościach większych od grubości krytycznej nie



degradują się, pod warunkiem, że gęstość dyslokacji niedopasowania jest niewielka. Kontrolę gęstości poziomu dyslokacji niedopasowania należy zaliczyć do ważnych etapów charakteryzacji w przyrządach półprzewodnikowych. Nowoczesna technologia wytwarzania warstw epitaksjalnych metodą chemiczną z fazy gazowej i wiązek molekularnych (*chemical vapour deposition - CVD*, *molecular beam epitaxy - MBE*) pozwala na uzyskanie nierównowagowych (termodynamicznie) warstw z kontrolowanym poziomem dyslokacji niedopasowania.

W rutynowych badaniach składu chemicznego trójskładnikowych warstw epitaksjalnych z niedopasowaniem sieciowym  $\Delta a/a \geq 5 \times 10^{-3}$  wykonanych dla dwóch różnych kierunków azymutalnych zauważono rozbieżności. Do wyjaśnienia ich była niezbędna analiza odkształceń sieciowych w warstwach, szczególnie w początkowym stadium relaksacji.

Celem pracy była analiza odkształceń sieciowych w warstwach epitaksjalnych i podłożu dla stanu koherencji sieciowej oraz początkowego stadium relaksacji naprężeń w warstwach - ze szczególnym uwzględnieniem rozkładów rozpraszania dyfuzyjnego - za pomocą mapowania sieci odwrotnej.

Badania wykonano na przykładzie trójskładnikowej warstwy epitaksjalnej  $\text{In}_{0.47}\text{Ga}_{0.53}\text{As}$  osadzonej na podłożu  $\text{InP}(001)$ ; zbadano zakres grubości warstw w pobliżu grubości krytycznej. Pomocniczym zadaniem, bezpośrednio związanym z tematem pracy jest charakteryzacja strukturalna i morfologiczna powierzchni kryształu podłożowego  $\text{InP}(001)$ .

Do realizacji zadań postawionych w pracy opracowano i wykonano modyfikację dyfraktometru trójkryształicznego, który oprócz niezbędnej zdolności rozdzielczej, charakteryzuje się dużym natężeniem wiązki pierwotnej.

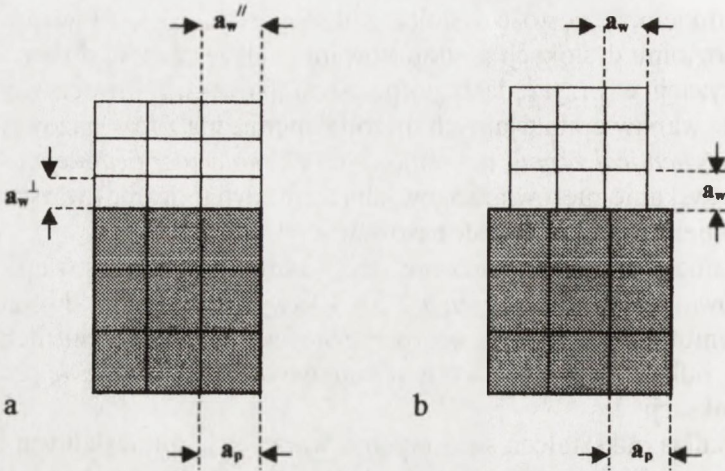
## 2. WZROST PSEUDOMORFICZNY - ODKSZTAŁCENIA SPOWODOWANE KOHERENCJĄ SIECIOWĄ

Jeśli niedopasowanie sieciowe przedstawiono wzorem:

$$\Delta a/a = (a_w - a_p)/a_p \quad (1)$$

gdzie:  $a_w$  - stała sieciowa warstwy i  $a_p$  - stała sieciowa podłoża, a grubość warstwy  $t_w$  jest znacznie mniejsza od grubości podłoża i średnicy podłoża, to sieć krystaliczna warstwy dopasowuje się do sieci podłoża w sposób pokazany na Rys.2a.

Granica rozdziału jest płaska, a płaszczyzny krystalograficzne prostopadłe do granicy rozdziału są ciągłe przez granicę rozdziału. Pod wpływem naprężeń sprę-



**Rys. 2.** Podłoże z warstwą epitaksjalną  $a_w < a_p$ ; (a) koherencja sieciowa; (b) całkowita relaksacja naprężeń.

**Fig. 2.** Substrate and epitaxial layer  $a_w < a_p$  with; (a) lattice coherence; (b) total stress relaxation.

żytych regularna sieć krystaliczna warstwy deformuje się do tetragonalnej w przypadku, gdy warstwa wzrasta na podłożu o strukturze regularnej i orientacji krystalograficznej [001]. Taki wzrost warstwy epitaksjalnej nazywa się wzrostem pseudomorficznym. Niedopasowania sieciowe w kierunku prostopadłym i równoległym do granicy rozdziału wynoszą odpowiednio:

$$\frac{\Delta a^\perp}{a} = \frac{a_w^\perp - a_p}{a_p} \quad (2a)$$

$$\frac{\Delta a^\parallel}{a} = \frac{a_w^\parallel - a_p}{a_p} = 0 \quad (2b)$$

Można pokazać [17], że dla wzrostu pseudomorficznego istnieją następujące zależności między niedopasowaniami sieciowymi :

$$\frac{\Delta a^\perp}{a} = \frac{l}{K} \frac{\Delta a}{a} \quad (3a)$$

$$\frac{\Delta a^\parallel}{a} = 0 \quad (3b)$$

Z prawa Hooke'a dla stanu z płaskim naprężeniem wynika, że czynnik  $K$  jest funkcją orientacji krystalograficznej i symetrii kryształu. Dla układu regularnego i kierunków kolinearnych z osiami symetrii  $[hkl]$   $K_{hkl}$  jest dany następującymi wzorami:



$$K_{[100]} = \frac{c_{11}}{c_{11} + 2c_{12}} \quad (4a)$$

$$K_{[101]} = \frac{c_{11} + 0,5(2c_{44} - c_{11} + c_{12})}{c_{11} + 2c_{12}} \quad (4b)$$

$$K_{[111]} = \frac{c_{11} + 1,5(2c_{44} - c_{11} + c_{12})}{c_{11} + 2c_{12}} \quad (4c)$$

gdzie:  $c_{ij}$  - współczynniki sztywności warstwy.

W Tab. 1 zamieszczono wartości współczynników sztywności dla Si, Ge oraz niektórych związków półprzewodnikowych A<sup>III</sup>B<sup>V</sup> [17].

**Tabela 1.** Współczynniki sztywności  $c_{ij}$  wybranych materiałów półprzewodnikowych (w  $10^{10}$  Pa).

**Table 1.** Stiffness coefficients  $c_{ij}$  for selected semiconductor materials (in  $10^{10}$  Pa).

Material	$c_{11}$	$c_{12}$	$c_{44}$
Si	16,58	6,39	7,96
Ge	12,85	4,83	6,68
GaP	14,12	5,25	7,05
GaAs	11,88	5,37	5,94
InP	10,22	5,76	4,60
InAs	8,33	4,53	3,96

### 3. GRUBOŚĆ KRYTYCZNA, RELAKSACJA NAPRĘŻEŃ W WARSTWACH, DYSLOKACJE NIEDOPASOWANIA

Ze wzrostem grubości warstwy wzrasta energia sprężysta skumulowana w warstwie. Dla danego  $\Delta a/a$  istnieje krytyczna grubość  $t_c$  powyżej której struktura warstwowa może się dzięki wygenerowanym dyslokacjom niedopasowania zrelaksować. Matthews i Blakeslee [14] badając zachowanie dyslokacji przenikających przez granicę między podłożem i warstwą zauważyli, że linie są zaginane pod wpływem naprężeń istniejących w warstwie tworząc  $MD$  w płaszczyźnie rozdziału między podłożem i warstwą oraz odcinki (*dyslokacji przenikających TD*) przez warstwę w kierunku do powierzchni swobodnej warstwy. Z rozważań teoretycznych, przy założeniu, że naprężenie działające na dyslokacje jest stałe wyznaczyli grubość krytyczną  $t_c$  warstwy, po przekroczeniu której może się ona zrelaksować:

$$t_c = \frac{\bar{b}(1-\nu)}{\pi \frac{\Delta a}{a}(1+\nu)} \left[ \ln\left(\frac{t_c}{\bar{b}} + 1\right) \right] \quad (5)$$

gdzie:  $\bar{b}$  - wektor Burgersa  $MD$ ,  
 $\Delta a/a$  - niedopasowanie sieciowe  
 $\nu$  -  $c_{12}/(c_{11} + c_{12})$  - stała Poissona.

Prace doświadczalne wykonane dla epitaksjalnych warstw metali potwierdziły słuszność teorii Matthews-Blakeslee, ale wyniki doświadczalne z epitaksjalnych warstw półprzewodnikowych z reguły wskazują, że grubość  $t_c$  jest znacznie większa od przewidywanej wzorem (5). Mitchell i Unal [18] badając supersieci  $GaAs/In_xGa_{1-x}As$  osadzone na podłożach  $GaAs$  o różnych orientacjach krystalograficznych wzięli pod uwagę kinetykę procesu relaksacji tzn.:

a) malejące (z postępem relaksacji) naprężenie w warstwie epitaksjalnej działające na dyslokacje,

b) siły tarcia występujące przy ruchu dyslokacji w półprzewodnikach.

Wykonane na podstawie takiego modelu obliczenia grubości krytycznej  $t_c$  znacznie lepiej zgadzały się z grubością krytyczną wyznaczoną doświadczalnie. Autorzy podkreślają rolę domieszki  $In$  w hamowaniu ruchu dyslokacji w sieci  $In_xGa_{1-x}As$ , tzn. w umocnieniu takiej sieci.

W relaksacji naprężeń w dominującym stopniu biorą udział  $60^\circ$  dyslokacje z wektorem Burgersa  $\bar{b} = 1/2[110]$ , które przez poślizg na płaszczyznach krystalograficznych (111) (nachylonych do (001)) tworzą sieć prostoliniowych odcinków

dyslokacji niedopasowania w płaszczyźnie rozdziału w dwóch ortogonalnych kierunkach  $\langle 110 \rangle$ . Na Rys. 3 segment linii dyslokacyjnej przenikającej  $TD$  przez powierzchnię rozdziału (001) w kierunku [011] (linia kreskowana) jest dyslokacją śrubową. Natomiast segment dyslokacji niedopasowania  $MD$  równoległy do  $[-110]$  i komplanarny z płaszczyzną (001) jest dyslokacją  $60^\circ$ . Wektor Burgersa  $b = 1/2 [011]$  jest skierowany wzdłuż kierunku krystalograficznego [011]. Segment  $60^\circ$  dyslokacji niedopasowania ma dwie składowe krawędziowe - równoległą  $b_r$  i prostopadłą  $b_n$  - do płaszczyzny rozdziału, których moduły są odpowiednio:  $b_r = a/(2\sqrt{2})$  i  $b_n = a/2$  ( $a$  - stała sieciowa warstwy) oraz jedną składową śrubową skierowaną wzdłuż segmentu dyslokacji niedopasowania. Składowa  $b_r$  relaksuje odkształcenie w warstwie, a składowa  $b_n$  powoduje lokalne nachylenie sieciowe względem osi skierowanej wzdłuż segmentu dyslokacji niedopasowania. Lokalne nachylenia sieciowe w otoczeniu  $60^\circ$  dyslokacji niedopasowania są źródłem rozpraszania dyfuzyjnego w warstwach epitaksjalnych.

Gęstość liniowa dyslokacji niedopasowania w dwóch ortogonalnych kierunkach  $\langle 110 \rangle$  leżących w płaszczyźnie (001) może być różna i w tym przypadku sieć krystaliczna warstwy deformuje się ortorombowo (ma symetrię ortorombową). Wynika stąd, że do charakteryzacji zrelaksowanej struktury warstwowej są niezbędne dwa niezależne pomiary dyfraktometryczne wykonane dla dwóch ortogonalnych kierunków krystalograficznych  $\langle 110 \rangle$ . W zrelaksowanych strukturach warstwowych  $a_w'' \neq a_p$ , czyli  $\Delta a''/a \neq 0$ .

Stan 100% relaksacji naprężeń określają równania :

$$a_w^\perp = a_w'' = a_w \quad (6a)$$

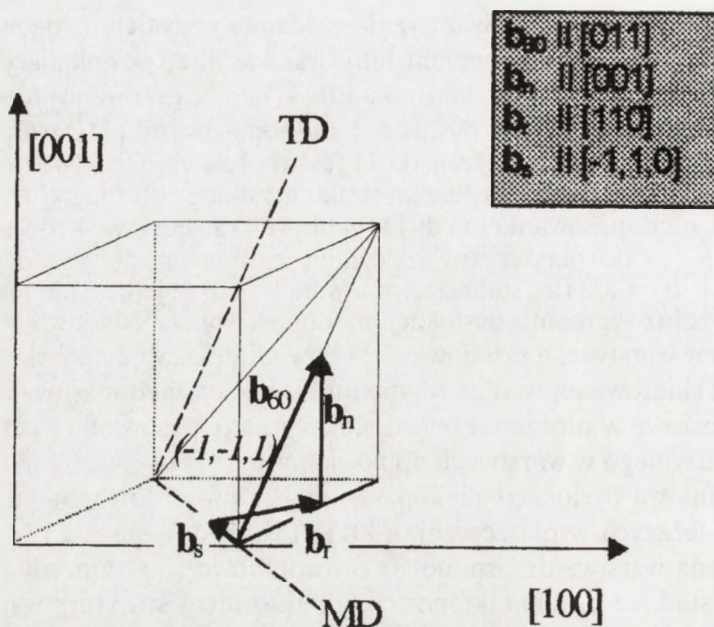
$$\frac{\Delta a^\perp}{a} = \frac{\Delta a''}{a} = \frac{\Delta a}{a} \quad (6b)$$

Teoretycznie oznacza to, że w stanie pełnej relaksacji sieć krystaliczna warstwy powinna mieć symetrię regularną (Rys. 2b), jednak fizycznie taki stan jest nieosiągalny, ze względu na anizotropowy charakter relaksacji.

W częściowo zrelaksowanych strukturach niedopasowanie sieciowe opisane jest wyrażeniem:

$$\frac{\Delta a}{a} = \frac{c_{12} \left( \frac{\Delta a''}{a_{[110]}} + \frac{\Delta a''}{a_{[1\bar{1}0]}} \right) + c_{11} \frac{\Delta a^\perp}{a}}{c_{11} + 2c_{12}} \quad (7)$$





**Rys. 3.** 60° dyslokacja niedopasowania MD i śrubowa dyslokacja przenikająca TD z wektorem Burgersa  $b_{60} = 0,5a [110]$  w sieci sfalerytu. Składowa krawędziowa  $b_n$  jest prostopadła do płaszczyzny rozdziału podłoże - warstwa, składowa krawędziowa -  $b_t$  leży w płaszczyźnie rozdziału, składowa śrubowa  $b_s$  jest równoległa do linii dyslokacji MD.

**Fig. 3.** 60° misfit dislocation MD and screw threading dislocation TD with Burgers vector  $b_{60} = 0.5a [110]$  in zinc blende lattice. The edge component  $b_n$  is perpendicular to the substrate - layer interface, the edge component -  $b_t$  lie in the plane of the interface, the screw component  $b_s$  is parallel to the dislocation line MD.

natomiast do ilościowej charakteryzacji pośredniego stanu odkształceń w warstwie został wprowadzony stopień relaksacji jako:

$$\eta = \left( \frac{\Delta a''}{a} \right) : \left( \frac{\Delta a}{a} \right) \quad (8)$$

Stopień relaksacji warstw koherentnych sieciowo (pseudomorficznych) jest równy zero, a warstw w stanie pełnej relaksacji naprężeń równy jedności.

Z literatury są znane różne zabiegi technologiczne mające na celu redukcję gęstości dyslokacji niedopasowania i dyslokacji przenikających w niedopasowanych sieciowo warstwach epitaksjalnych. Niektóre z nich będą omówione poniżej:



1. Warstwa buforowa - buforem nazywa się warstwę epitaksjalną osadzoną na podłożu z gradientem składu chemicznego w kierunku prostopadłym do powierzchni podłoża, w celu wyrównania niedopasowania sieciowego  $\Delta a/a$  pomiędzy podłożem i właściwą warstwą epitaksjalną. Struktura buforowa pełni rolę nowego podłoża o żądanej stałej sieciowej na swej górnej powierzchni i jak najmniejszej deformacji tetragonalnej.

2. Naprężona supersieć w roli bufora - na omówionym wyżej buforze można osadzić naprężoną supersieć. Pod wpływem naprężeń w supersieci segmenty dyslokacji przenikających będą "wypychane" w płaszczyźnie równoległej do podłoża w kierunku do bocznych powierzchni swobodnych heterostruktury. Przy osadzaniu warstw epitaksjalnych związków półprzewodnikowych  $A^{III}B^V$  naprężony bufor jest wykonany w postaci supersieci złożonej z trójskładnikowych związków  $A^{III}B^V$ , przy czym ich składy chemiczne i grubości muszą być tak dobrane, by nie przekraczały krytycznego progu generacji nowych defektów [14,19].

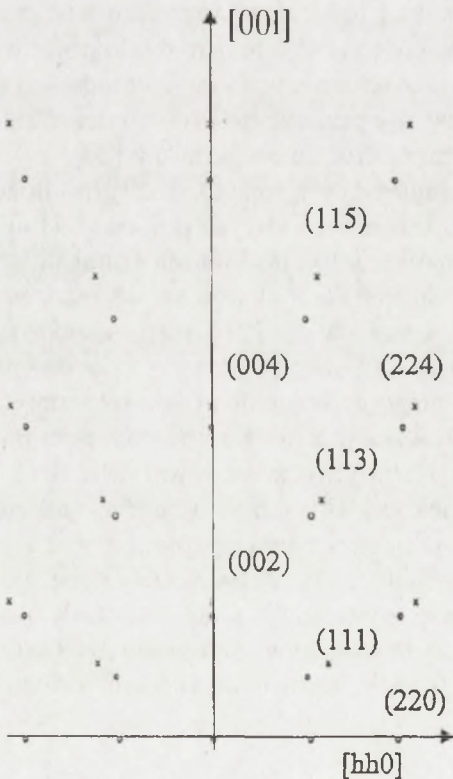
3. Wzrost na cienkim (elastycznym) podłożu - dotychczasowe rozważania dotyczyły takich heterostruktur w których grubość podłoża jest  $\gg$  od grubości warstwy. W takich warunkach, przy wzroście izomorficznym cała deformacja jest zlokalizowana w warstwie, a podłoże jest nie odkształcone. W odwrotnym układzie heterostruktury (grubość podłoża  $\ll$  od grubości warstwy) większość deformacji jest przenoszona do podłoża. Jeśli w takiej heterostrukturze nie zostanie przekroczony krytyczny próg generacji dyslokacji, to złącze będzie miało poprawne parametry krystalograficzne. Takie heterostruktury osadza się ostatecznie na normalnych podłożach, a spojenie jest realizowane przez słabe siły Van der Waalsa. Przedstawiona koncepcja została eksperymentalnie zweryfikowana [20].

4. Lateralny wzrost epitaksjalny (*epitaxial lateral overgrowth - ELO*) - podłoże pokrywa się cienką warstwą tlenku lub azotku krzemu w której za pomocą technik fotolitograficznych tworzy się okienka o szerokości 3-10  $\mu\text{m}$ . Metodą epitaksji lub elektroepitaksji z fazy ciekłej (roztwór metaliczny Ga-As) osadza się warstwę. Zarodkowanie warstwy jest możliwe tylko w obszarze okna [21]. Warunkiem skuteczności metody *ELO* jest uzyskanie znacznie szybszego wzrostu warstwy w płaszczyźnie podłoża, aniżeli w kierunku do niego prostopadłym tak, by warstwa mogła się rozszerzać ponad obszar maski. Dyslokacje z podłoża mogą się propagować do warstwy jedynie przez wąskie okno. Jeśli wytworzy się w warstwie tlenku szereg równoległych względem siebie okienek oddalonych wzajemnie o około 100  $\mu\text{m}$  można osadzić ciągłą warstwę epitaksjalną ze średnią gęstością dyslokacji, 30-krotnie mniejszą od gęstości dyslokacji w podłożu. W metodzie *ELO* jest niezbędne stosowanie małych przesycień na froncie krystalizacji, dlatego metody osadzania z fazy gazowej MBE i (*metal organic chemical vapour deposition MOCVD*) są nieprzydatne do metody *ELO*. Należy podkreślić, że dwie ostatnie metody nie wyszły dotąd poza stadium eksperymentalne.

## 4. PRZEDSTAWIENIE WŁASNOŚCI STRUKTURALNYCH WARSTW EPITAKSJALNYCH I SUPERSIECI W SIECI ODWROTNEJ

W badaniach XRD ważną rolę odgrywa pojęcie sieci odwrotnej, jako trójwymiarowej transformaty Fouriera przestrzeni rzeczywistej (fizycznej) kryształu. W sieci odwrotnej kryształu z symetrią regularną wektorami bazy są trzy wzajemnie prostopadłe wektory  $\bar{a}^*$  równe co do modułu  $|\bar{a}^*| = 1/a$ , gdzie  $a$  - stała sieciowa kryształu. Wektory sieci odwrotnej mają tym samym wymiar odwrotności jednostek długości np.  $1/\text{Å}$ .

Sieć odwrotna kryształów z symetrią regularną zachowuje elementy symetrii układu regularnego. Rodzina płaszczyzn sieciowych  $hkl$  kryształu doskonałego (o nieskończonych wymiarach) jest reprezentowana przez węzeł (punkt) sieci odwrotnej (*reciprocal lattice point - RLP*). Typowe elementy realnej struktury kryształu można zilustrować na przekrojach jego sieci odwrotnej, przy wykorzystaniu tej własności sieci odwrotnej, że kształt węzła sieci odwrotnej jest fourierowską transformacją informacji o danej rodzinie płaszczyzn sieciowych np.:



**Rys. 4.** Przekrój sieci odwrotnej  $[001]$   $[hh0]$  kryształu podłożowego z warstwą epitaksjalną w stanie 100% relaksacji naprężeń;  $a_w < a_p$ , o --- podłoże, x --- warstwa.

**Fig. 4.** The cross-section of reciprocal lattice  $[001]$   $[hh0]$  for substrate crystal with epitaxial layer at 100% stress relaxation;  $a_w < a_p$ , o --- substrate, x --- epitaxial layer.

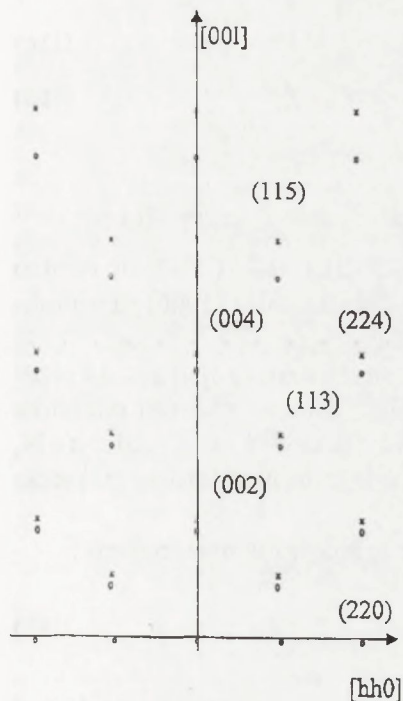


a) rozciągłość (skończony wymiar) węzła w określonym kierunku  $[hkl]$  sieci odwrotnej świadczy o ograniczeniu uporządkowania w danym kierunku, albo o skończonym wymiarze kryształu w tym kierunku,

b) azymutalne poszerzenie węzłów sieci odwrotnej względem węzła  $(000)$  oznacza istnienie mozaikowej struktury kryształu (nachylenie bloków krystalicznych względem osi normalnej do płaszczyzny przekroju sieci odwrotnej) lub wygięcie płytki.

Monokrystaliczną warstwę epitaksjalną osadzoną na podłożu monokrystalicznym można przedstawić jako superpozycję dwóch sieci odwrotnych i ze wzajemnych pozycji węzłów odpowiadających warstwie epitaksjalnej i podłoża można wyznaczyć :

- nachylenie warstwy epitaksjalnej względem podłoża,
- koherencję sieciową pomiędzy podłożem i warstwą (Rys. 5),
- stopień relaksacji warstwy (Rys. 4).



**Rys. 5.** Przekrój sieci odwrotnej  $[001] [hh0]$  kryształu podłożowego z warstwą koherentną sieciowo z podłożem;  $a_w < a_p$ , o --- podłoże, x --- warstwa.

**Fig. 5.** The cross-section of reciprocal lattice  $[001] [hh0]$  for substrate crystal with coherent epitaxial layer;  $a_w < a_p$ , o --- substrate, x --- epitaxial layer.

Każdemu węzłowi sieci odwrotnej jest przypisany czynnik struktury:

$$F_{hkl} = \sum_j f_j \exp[2\pi i(hx_j + ky_j + lz_j)] \quad (9)$$



gdzie:  $f_j$  - czynnik atomowy j-tego atomu,  
 $x_j, y_j, z_j$  - współrzędne j-tego atomu w komórce elementarnej,  
 $hkl$ -wskaźniki Millera.

Czynnik struktury jest liczbą zespoloną, a wyrażenie:

$$|F_{hkl}|^2 = F_{hkl} \cdot F_{hkl}^* \quad (10)$$

gdzie:  $F_{hkl}^*$ -wartość sprzężona  $F_{hkl}$  ma w teorii dyfrakcji konkretny sens fizyczny, ponieważ występuje w równaniach opisujących natężenie wiązki ugiętej od płaszczyzn ( $hkl$ ).

W sieci blendy cynkowej czynniki struktury dla różnych odbić  $\langle hkl \rangle$  przedstawiają się następująco:

$$h+k+l = 4n \quad F_{hkl} = 4(f_{III} + f_V) \quad (11a)$$

$$h+k+l = 4n + 1 \quad F_{hkl} = 4(f_{III} + if_V) \quad (11b)$$

$$h+k+l = 4n + 2 \quad F_{hkl} = 4(f_{III} - f_V) \quad (11c)$$

$$h+k+l = 4n + 3 \quad F_{hkl} = 4(f_{III} - if_V) \quad (11d)$$

gdzie:  $n \in \mathbb{N}$

$f_{III}, f_V$  - czynniki atomowe pierwiastków odpowiednio z grupy III i V.

Wynika stąd, że dla  $f_{III} \approx f_V$  np. GaAs istnieją silne odbicia (004) i (224), ale bardzo słabe odbicia (002) i (006). Jeśli  $f_{III} \neq f_V$  (np. w InP) odbicia (002) i (006) są w praktyce możliwe do wykorzystania.

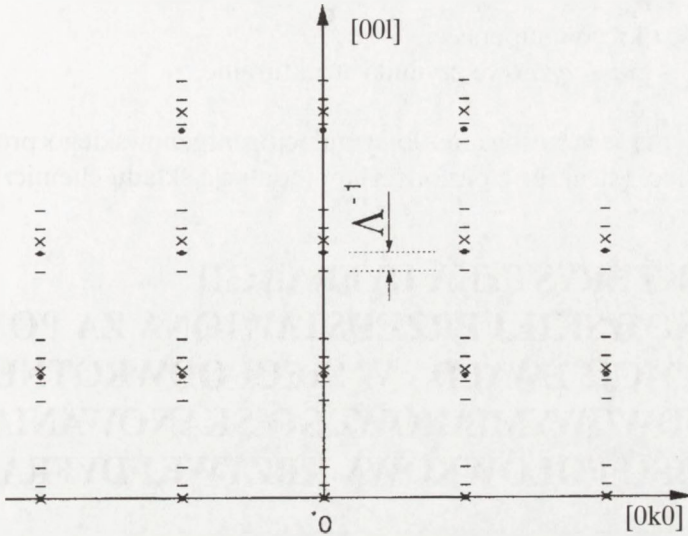
Podobnie jak warstwę epitaksjalną można także przedstawić supersieć na przekroju sieci odwrotnej (Rys.6). Supersieć składa się z dwóch różnych pakietów warstw krystalicznych A i B o grubościach odpowiednio  $nd_A$  i  $md_B$ , gdzie:  $n \in \mathbb{N}$ ,  $d_A$  i  $d_B$  są odległościami międzypłaszczyznowymi odpowiednio w pakiecie A i B.

Długość fali modulacji  $\Lambda$  (okres supersieci) jest zdefiniowana następująco :

$$\Lambda = nd_A + md_B \quad (12)$$

W supersieci rolę węzła warstwy epitaksjalnej przejmuje tzw.główny węzeł sieci odwrotnej supersieci  $H_0 = (d_0)^{-1}$  gdzie:

$$d_0 = (nd_A + md_B)/(m + n) \quad (13)$$



**Rys. 6.** Przekrój sieci odwrotnej supersieci wyznaczony przez kierunki [001] oraz [0k0] w stanie całkowitej koherencji sieciowej.  $\Delta$  - okres supersieci, • - węzeł sieci odwrotnej podłoża, x - główny węzeł sieci odwrotnej supersieci, — - węzły satelitarne supersieci.

**Fig. 6.** The [001] [0k0] cross-section of reciprocal lattice for superlattice crystal at the lattice coherence state.  $\Delta$  - period of the superlattice, • - RLP of the substrate, x - the main node of the reciprocal superlattice, — - superlattice satellite nodes.

Natężenie poszczególnych satelitów rzędu  $L = \pm 1, 2, 3$  itd. w profilu dyfrakcyjnym supersieci (według kinematycznej teorii dyfrakcji) można wyznaczyć z równania [22]:

$$I(L) = \left( \frac{\sin(\pi L N p)}{\sin(\pi p)} \right)^2 \left\{ f_A^2 R_A^2 + f_B^2 R_B^2 + 2 f_A f_B \cos(\pi L) R_A^2 R_B^2 \right\}$$

gdzie:

$$R_A = \frac{\sin\left(\pi n L \frac{d_A}{d_0}\right)}{\sin\left(\pi L \frac{d_A}{d_0}\right)} \quad (14)$$

$$R_B = \frac{\sin\left(\pi m L \frac{d_B}{d_0}\right)}{\sin\left(\pi L \frac{d_B}{d_0}\right)}$$

$$p = m + n,$$

$N$  - ilość okresów supersieci,

$f_A$  i  $f_B$  - płaszczyznowe czynniki strukturalne.

Równanie (14) jest stosowane do symulacji rentgenowskiego profilu dyfrakcyjnego supersieci (struktur z periodyczną modulacją składu chemicznego).

## 5. CHARAKTERYSTYKA DYFRAKCJI RENTGENOWSKIEJ PRZEDSTAWIONA ZA POMOCĄ KONSTRUKCJI EWALDA W SIECI ODWROTNEJ- METODY DWUWYMIAROWEGO SKANOWANIA - SZEROKOŚĆ POŁÓWKOWA KRZYWEJ DYFRAKCJI

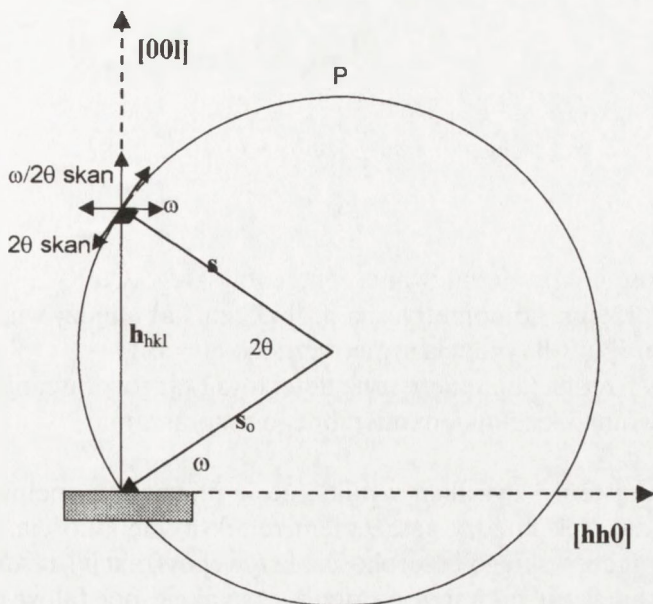
Dyfrakcja rentgenowska w kryształach może być graficznie zilustrowana za pomocą konstrukcji Ewalda w sieci odwrotnej. Badanie sieci odwrotnej odpowiada przecięciu sfery Ewalda z siecią odwrotną kryształu. Na Rys. 7 płaszczyzna dyfrakcji (wyznaczona przez wektor falowy wiązki pierwotnej  $\vec{s}_0$ , wektor falowy wiązki odbitej  $\vec{s}$  i wektor sieci odwrotnej  $\vec{h}_{004}$ ), leży w przekroju  $[hh0]$  -  $[001]$  sieci odwrotnej, przy czym  $|\vec{s}_0| = |\vec{s}| = \lambda^{-1}$ . Rys. 7 ilustruje symetryczne odbicie 004.

Z poprzedniego rozdziału wynika, że do określenia własności strukturalnych warstw epitaksjalnych (lub supersieci) jest niezbędna analiza dwuwymiarowego rozkładu natężenia promieniowania rentgenowskiego, w określonym przekroju sieci odwrotnej, w otoczeniu danego węzła od podłoża i warstwy epitaksjalnej. W badaniu procesów relaksacji warstw epitaksjalnych ważnym problemem jest ponadto dokładny pomiar natężenia rozpraszania dyfuzyjnego w otoczeniu węzłów od warstwy i podłoża. Z dwuwymiarowych rozkładów natężenia rozpraszania dyfuzyjnego w sieci odwrotnej można wnioskować o rozkładzie dyslokacji niedopasowania w heterozłączach, tzn. również o anizotropii procesu relaksacji naprężeń w warstwach.

Dwuwymiarowe badanie sieci odwrotnej (*reciprocal space mapping* - RSM) wykonuje się za pomocą 3. krystalicznego (3-osiowego) dyfraktometru dzięki dwóm stopniom swobody  $\omega$  i  $2\theta$  w kątowym skanowaniu badanego kryształu.

Na Rys.7 przedstawiono trzy różne jednowymiarowe metody skanowania sieci odwrotnej  $\omega$ ,  $\omega/2\theta$ , i  $2\theta$  oraz odpowiadające im kierunki badania sieci odwrotnej. Ogólne zasady jednowymiarowego skanowania oraz ich właściwości są omówione w [23]. W skanie  $\omega$  porusza się tylko próbka, detektor stoi w pozycji  $2\theta$  dla mierzonego odbicia. Skanowanie  $\omega/2\theta$  polega na sprzężonym ruchu próbki i detektora przy prędkości kątowej detektora dwa razy większej od prędkości kąto-





**Rys. 7.** Metody skanowania sieci odwrotnej kryształu:  $\omega$ ,  $\omega/2\theta$  oraz  $2\theta$  przedstawione na przekroju sieci odwrotnej wyznaczonym przez kierunki  $[hh0]$  i  $[001]$ ,  $s_0$  - wektor falowy wiązki padającej,  $s$  - wektor falowy wiązki odbitej,  $h_{hkl}$  - wektor sieci odwrotnej,  $\omega$  - kąt poślizgu,  $2\theta$  - kąt między wektorami falowymi wiązki padającej i odbitej, P - sfera Ewalda.

**Fig. 7.** Illustration of reciprocal lattice scanning methods:  $\omega$ ,  $\omega/2\theta$  and  $2\theta$  in the  $[hh0]$   $[001]$  cross-section of the reciprocal lattice  $s_0$  - wave vector of incident beam,  $s$  - wave vector of reflected beam,  $h_{hkl}$  - reciprocal lattice vector,  $\omega$  glancing angle,  $2\theta$  - the angle between the vectors of incident and reflected beam, P - Ewald's sphere.

wej próbki. W skanie  $2\theta$  porusza się detektor, a próbka jest nieruchoma i stoi w pozycji spełniającej warunek Bragga. Dwuwymiarowe badanie sieci odwrotnej realizuje się przez odpowiednią kombinację dwóch różnych jednowymiarowych skanów. Zarówno sterowanie napędami  $\omega$  i  $2\theta$ , jak i zbieranie danych pomiarowych wykonuje się za pomocą odpowiednich programów komputerowych. Graficznie wynik badania przedstawia się w postaci dwuwymiarowego rozkładu natężenia promieniowania rentgenowskiego za pomocą linii (konturów) izo-natężenia we współrzędnych goniometrycznych  $I(\omega, 2\theta)$  lub współrzędnych sieci odwrotnej  $I(\bar{h}_\perp, \bar{h}_\parallel)$ , gdzie  $\bar{h}_\perp$  oznacza składową wektora rozpraszania w kierunku normalnym do powierzchni próbki, a  $\bar{h}_\parallel$  oznacza składową wektora rozpraszania w wybranym kierunku leżącym w powierzchni próbki. Zależność między współrzędnymi sieci odwrotnej i współrzędnymi goniometrycznymi wynika z konstrukcji Ewalda w sieci odwrotnej i jest następująca:

$$\bar{h}_{\perp} = \frac{2}{\lambda} \sin\left(\frac{2\theta}{2}\right) \cos\left[\left(\frac{2\theta}{2}\right) - \omega\right] \quad (15a)$$

$$\bar{h}_{\parallel} = \frac{2}{\lambda} \sin\left(\frac{2\theta}{2}\right) \sin\left[\left(\frac{2\theta}{2}\right) - \omega\right] \quad (15b)$$

gdzie:  $\lambda$  - długość fali promieniowania rentgenowskiego  $\text{Cu K}_{\alpha 1}$ ,  
 $\omega$  - współrzędna goniometryczna próbki, tzn. kąt między wiązką pierwotną i powierzchnią próbki (dla odbicia symetrycznego  $\omega = \theta$ ),  
 $2\theta$  - współrzędna goniometryczna detektora (kąt rozpraszania) lub kąt między wiązką pierwotną i kierunkiem mierzonego rozpraszania.

Z dynamicznej teorii dyfrakcji wynika, że w przypadku spełnienia warunku Bragga istnieje związek między natężeniem refleksu, głębokością wnikania promieniowania rentgenowskiego i szerokością krzywej dyfrakcji (*rocking curve*) [24]. Głębokość wnikania jest ograniczona przez ekstynkcję pól falowych propagują-

$$\tau_{hkl} = \frac{\lambda \sqrt{\sin(\omega) \cdot \sin(\psi)}}{2\pi C \chi_{hkl}} \quad (16)$$

cych w kryształach. Jeśli na kryształ doskonały pada płaska i monochromatyczna fala, to długość ekstynkcji (w przypadku odbiciowym) wynosi:

gdzie:  $\lambda$  - długość fali promieniowania rentgenowskiego,

$C$  - współczynnik polaryzacji,

$\chi_{hkl}$  - polaryzowalność,

$\psi$  - wyjściowy kąt poślizgu (kąt między powierzchnią próbki i wiązką odbitą).

$$\chi_{hkl} = 2,11 \cdot 10^{-5} \frac{F_{hkl}}{V} \quad (17)$$

Polaryzowalność zależy od zastosowanego promieniowania i w przypadku  $\text{Cu K}_{\alpha}$  wynosi:

gdzie:  $F_{hkl}$  - czynnik struktury,

$V$  - objętość komórki elementarnej [ $\text{\AA}^3$ ].

$$\beta_{hkl} = \frac{2C \chi_{hkl}}{\sin 2\theta} \sqrt{\frac{\sin(\psi)}{\sin(\omega)}} \quad (18)$$

Stronice 24 i 25 powinny mieć postać:

$$\bar{h}_\perp = \frac{2}{\lambda} \sin\left(\frac{2\theta}{2}\right) \cos\left[\left(\frac{2\theta}{2}\right) - \omega\right] \quad (15a)$$

$$\bar{h}_\parallel = \frac{2}{\lambda} \sin\left(\frac{2\theta}{2}\right) \sin\left[\left(\frac{2\theta}{2}\right) - \omega\right] \quad (15b)$$

gdzie:  $\lambda$  - długość fali promieniowania rentgenowskiego  $\text{Cu K}_{\alpha 1}$ ,  
 $\omega$  - współrzędna goniometryczna próbki, tzn. kąt między wiązką pierwotną i powierzchnią próbki (dla odbicia symetrycznego  $\omega = \theta$ ),  
 $2\theta$  - współrzędna goniometryczna detektora (kąt rozpraszania) lub kąt między wiązką pierwotną i kierunkiem mierzonego rozpraszania.

Z dynamicznej teorii dyfrakcji wynika, że w przypadku spełnienia warunku Bragga istnieje związek między natężeniem refleksu, głębokością wnikania promieniowania rentgenowskiego i szerokością krzywej dyfrakcji (*rocking curve*) [24]. Głębokość wnikania jest ograniczona przez ekstynkcję pól falowych propagujących w kryształ. Jeśli na kryształ doskonały pada płaska i monochromatyczna fala, to długość ekstynkcji (w przypadku odbiciowym) wynosi:

$$\tau_{hkl} = \frac{\lambda \sqrt{\sin(\omega) \cdot \sin(\psi)}}{2\pi C \chi_{hkl}} \quad (16)$$

gdzie:  $\lambda$  - długość fali promieniowania rentgenowskiego,  
 $C$  - współczynnik polaryzacji,  
 $\chi_{hkl}$  - polaryzowalność,  
 $\psi$  - wyjściowy kąt poślizgu (kąt między powierzchnią próbki i wiązką odbitą).

Polaryzowalność zależy od zastosowanego promieniowania i w przypadku  $\text{CuK}_{\alpha}$  wynosi:

$$\chi_{hkl} = 2,11 \cdot 10^{-5} \frac{F_{hkl}}{V} \quad (17)$$

gdzie:  $F_{hkl}$  - czynnik struktury,  
 $V$  - objętość komórki elementarnej [ $\text{\AA}^3$ ].

Przy odchyleniu od warunku Bragga większym od szerokości połówkowej krzywej dyfrakcji wyrażonym przez :

$$\beta_{hkl} = \frac{2C \chi_{hkl}}{\sin 2\theta} \sqrt{\frac{\sin(\psi)}{\sin(\omega)}} \quad (18)$$



ekstynkcja maleje do zera, a o głębokości wnikania decyduje absorpcja fotoelektryczna równa:

$$t_{abs} = \frac{1}{\mu(\lambda) \left[ \frac{1}{\sin(\omega)} + \frac{1}{\sin(\psi)} \right]} \quad (19)$$

gdzie:  $\mu(\lambda)$  - liniowy współczynnik absorpcji .

Wzory (16 i 19) określają głębokości w kryształach (mierzone prostopadle do powierzchni), w których natężenie wiązki pierwotnej maleje o czynnik  $e$  ( $e$  - podstawa logarytmu naturalnego). Liniowy współczynnik absorpcji wylicza się ze wzoru :

$$\mu(\lambda) = \frac{n}{V} \sum_i n_i (\mu_a)_i \quad (20)$$

gdzie:  $n$  - liczba cząsteczek w komórce elementarnej,  
 $n_i$  - liczba atomów  $i$ -tego rodzaju w cząsteczce,  
 $\mu_{ai}$  - atomowy współczynnik pochłaniania  $i$ -tego atomu,  
 $V$  - objętość komórki elementarnej.

Sumowanie przebiega po atomach w cząsteczce.

W monokryształach związków półprzewodnikowych  $A^{III}B^V$  dla silnych symetrycznych odbić np. (004) i promieniowania  $CuK_\alpha$  ekstynkcja jest mniej więcej o rząd większa od absorpcji. Wartości omawianych parametrów rentgenodyfrakcyjnych dla doskonałych monokryształów niektórych związków półprzewodnikowych  $A^{III}B^V$  i krzemu oraz germanu zamieszczono w Tab. 2. Dla asymetrycznych odbić 224 podane wartości  $\tau_{224}$ ,  $\beta_{224}$  i  $t_{abs}$  dotyczą przypadku z małym kątem poślizgu po stronie wejściowej kryształu ( $\omega < \psi$ ). Z równań (16 i 18) wynika, że szerokość połówkowa krzywej dyfrakcyjnej jest odwrotnie proporcjonalna do długości ekstynkcyjnej. Im mniejsza szerokość krzywej odbicia, tym dokładniej określa się skład chemiczny warstwy epitaksjalnej.

Przy odchyleniu od warunku Bragga większym od szerokości połówkowej krzywej dyfrakcji wyrażonym przez :

$$t_{abs} = \frac{I}{\mu(\lambda) \left[ \frac{I}{\sin(\omega)} + \frac{I}{\sin(\psi)} \right]} \quad (19)$$

ekstynkcja maleje do zera, a o głębokości wnikania decyduje absorpcja fotoelektryczna równa:

gdzie:  $\mu(\lambda)$  - liniowy współczynnik absorpcji .

$$\mu(\lambda) = \frac{n}{V} \sum_i n_i (\mu_a)_i \quad (20)$$

Wzory (16 i 19) określają głębokości w kryształach (mierzone prostopadle do powierzchni), w których natężenie wiązki pierwotnej maleje o czynnik  $e$  ( $e$  - podstawa logarytmu naturalnego). Liniowy współczynnik absorpcji wylicza się ze wzoru :

gdzie:  $n$  - liczba cząsteczek w komórce elementarnej,

$n_i$  - liczba atomów  $i$ -tego rodzaju w cząsteczce,

$\mu_{ai}$  - atomowy współczynnik pochłaniania  $i$ -tego atomu,

$V$  - objętość komórki elementarnej.

Sumowanie przebiega po atomach w cząsteczce.

W monokryształach związków półprzewodnikowych  $A^{III}B^V$  dla silnych symetrycznych odbić np. (004) i promieniowania  $CuK_\alpha$  ekstynkcja jest mniej więcej o rząd większa od absorpcji. Wartości omawianych parametrów rentgenodyfrakcyjnych dla doskonałych monokryształów niektórych związków półprzewodnikowych  $A^{III}B^V$  i krzemu oraz germanu zamieszczono w Tab. 2. Dla asymetrycznych odbić 224 podane wartości  $\tau_{224}$ ,  $\beta_{224}$  i  $t_{abs}$  dotyczą przypadku z małym kątem poślizgu po stronie wejściowej kryształu ( $\omega < \psi$ ). Z równań (16 i 18) wynika, że szerokość połówkowa krzywej dyfrakcyjnej jest odwrotnie proporcjonalna do długości ekstynkcyjnej. Im mniejsza szerokość krzywej odbicia, tym dokładniej określa się skład chemiczny warstwy epitaksjalnej.

**Tabela 2.** Parametry rentgenodyfrakcyjne doskonałych monokryształów związków półprzewodnikowych A<sup>III</sup>B<sup>V</sup>, Si i Ge (CuK<sub>α</sub>, podłoże (001)).**Table 2.** Parameters of perfect crystals of III-V compounds, Si and Ge used in X-ray diffractometry (CuK<sub>α</sub>, substrate (001)).

Material	Stała sieciowa [Å]	hkl	F <sub>hkl</sub>	χ <sub>hkl</sub> *10 <sup>6</sup>	τ <sub>hkl</sub> [μm]	β <sub>hkl</sub> [arc sec]	μ [cm] <sup>-1</sup>	t <sub>abs</sub> [μm]
GaAs	5,6532	004	156	18,2	0,73	8,2	404	6,75
GaAs	5,6532	224	135	15,7	0,52	22	404	2,5
AlAs	5,6605	004	115	13,4	1,0	6,0	277	9,8
AlAs	5,6605	224	101	11,8	0,69	14,4	277	3,6
InP	5,8687	004	158	16,5	0,78	7,6	994	2,6
InP	5,8687	224	144	15,0	0,45	20,8	994	0,8
GaP	5,4511	004	111	14,4	0,96	6,4	288	9,8
GaP	5,4511	224	95	12,4	0,74	13,2	288	4,4
InAs	6,0584	004	215	20,4	0,61	9,6	1021	2,4
InAs	6,0584	224	192	18,2	0,31	31,6	1021	0,5
Si	5,4308	004	60	7,90	1,74	3,5	141	20,1
Si	5,4308	224					141	
Ge	5,6578	004	156	18,1	0,74	8,2	402	6,7
Ge	5,6578	224					402	



## 6. POMIAR GRUBOŚCI WARSTW EPITAKSJALNYCH

Do pomiaru grubości warstw epitaksjalnych (supersieci) wykorzystano pewne efekty interferencyjne w dyfrakcji rentgenowskiej i reflektometrii. Dokładność wyznaczania grubości zależy wyłącznie od szerokości spektralnej promieniowania  $\Delta\lambda$  przy założeniu, że grubość warstwy jest jednorodna. W badaniu cienkich, jednorodnych co do grubości struktur warstwowych za pomocą odbiciowej metody Bragga obserwowano, wokół odbicia braggowskiego od warstwy, charakterystyczne odbicia poboczne. Pokazano, że odległość kątowa pomiędzy sąsiednimi maksimumami bocznymi jest właściwą miarą grubości warstw epitaksjalnych (supersieci).

Z dynamicznej teorii dyfrakcji [24] wynika, że dla symetrycznego odbicia Bragga (dla przypadku kryształu nie absorbującego) odległość kątowa między sąsiednimi maksimumami bocznymi wynosi:

$$\Delta\xi = \frac{(m+1)\sqrt{\lambda^2 \sin^2(\theta) + \frac{t^2 \chi_{hkl}^2}{(m+1)^2}} - m\sqrt{\lambda^2 \sin^2(\theta) + \frac{t^2 \chi_{hkl}^2}{m^2}}}{t \sin(2\theta)} \quad (21)$$

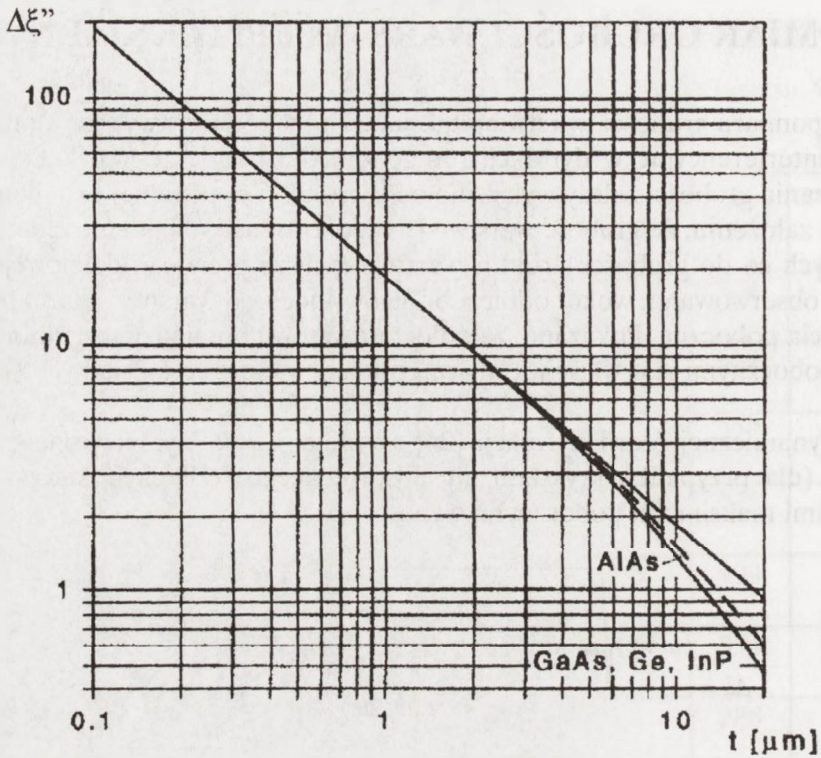
gdzie:  $m$  - rząd maksimum bocznego,  
 $\lambda$  - długość fali promieniowania,  
 $\chi$  - polaryzowalność,  
 $\theta$  - kąt Bragga,  
 $t$  - grubość warstwy epitaksjalnej.

Na Rys.8 przedstawiono zależności  $\Delta\xi = f(t)$  dla niektórych związków półprzewodnikowych  $A^{III}B^V$  i Ge dla odbicia 004 i promieniowania  $CuK_\alpha$ . Równanie (21) przy zastosowaniu warunków:

$$t < \tau = \lambda \sin \theta / 2\pi C \chi_{hkl} \qquad m > 2$$

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

$$\Delta\xi^{kin} = \frac{\lambda \sin \theta}{t \sin 2\theta} = \frac{\lambda}{2t \cos \theta} \quad (22)$$



**Rys. 8.** Odległość sąsiednich maksimów pobocznych w funkcji grubości warstwy epitaksjalnej dla niektórych kryształów półprzewodnikowych; odbicie 004;  $\text{CuK}\alpha$ .

**Fig. 8.** The neighbouring maxima spacing as a function of epitaxial layer thickness for crystals of selected semiconductors; reflection 004;  $\text{CuK}\alpha$ .

Znane z kinematycznej teorii dyfrakcji równanie Scherrera określające zależność między szerokością półwkwową krzywej dyfrakcji, a grubością kryształu ma postać:

$$\beta^{\text{kin}} = \frac{\lambda}{t \cos(\theta)} \quad (23)$$

Oznacza to, że dla grubości warstwy epitaksjalnej  $t < \tau$  odległość kątowna między sąsiednimi maksimami pobocznymi  $\Delta \xi$  zbliża się do 1/2 wartości półwkwowej krzywej dyfrakcji  $\beta^{\text{kin}}$ . Zakres kinematycznego przybliżenia ilustruje prostoliniowy odcinek wykresu. Należy podkreślić, że maksima poboczne są wyraźnie zaznaczone dla warstw w stanie koherentnej deformacji i w miarę rozwoju relaksacji naprężeń zacierają się.

W reflektometrii rentgenowskiej bada się odbicie promieniowania rentgenowskiego od płaskich i gładkich powierzchni w zakresie kątów poślizgu bliskich kątowemu odbicia zupełnego, który jest równy:

$$\theta_{kr} = \left( \chi_{000}^{Cu} \right)^{1/2} \quad (24)$$

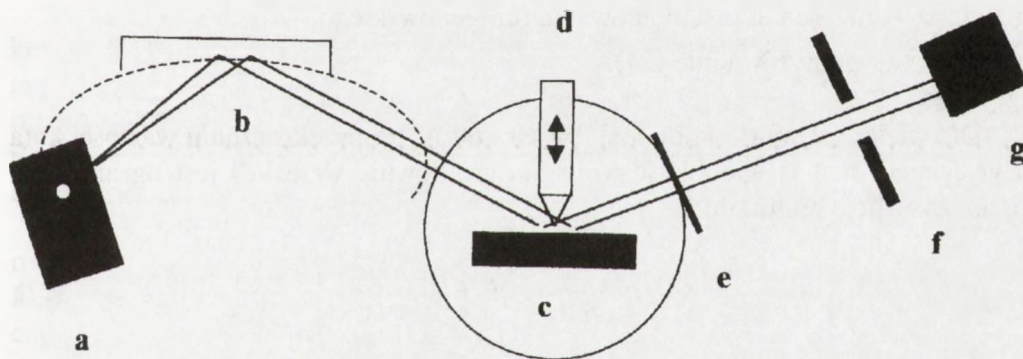
Polaryzowalność  $\chi$  zależy od długości fali promieniowania i dla  $CuK_{\alpha}$  wynosi:

$$\chi_{000} = 2,11 \cdot 10^{-5} F_{000} / V,$$

gdzie:  $F_{000}$  - czynnik struktury,

$V$  - objętość komórki elementarnej w  $\text{\AA}^3$  [25].

Wartość kąta krytycznego  $\theta_{kr}$  dla większości ciał stałych i promieniowania  $CuK_{\alpha}$  wynosi ułamek stopnia. Schemat układu pomiarowego reflektometru f-my Siemens przedstawiono na Rys. 9. Próbkę i detektor zmieniają pozycję kątową w sprzężonym skanie  $\theta/2\theta$ . Nad próbką, w osi goniometru jest umieszczona przegroda, która ogranicza wiązkę pierwotną. System szczelin przed detektorem jest potrzebny do odseparowania zwierciadlanego odbicia (*specular reflectivity*) od dyfuzyjnego rozpraszania od próbki [26].



**Rys. 9.** Schemat reflektometru rentgenowskiego f-my Siemens; a - lampa rentgenowska, b - zwierciadło Göbela, c - badany kryształ, d - przegroda nożowa, e - absorbent, f - szczelina licznikowa, g - detektor.

**Fig. 9.** Scheme of X-ray reflectometer made by Siemens; a - X-ray tube, b - Göbel's mirror, c - investigated crystal, d - separator, e - absorbent, f - counter slit, g - detector.

Dla kątów poślizgu  $\omega > \theta_{kr}$  tzn. w zakresie kątowym powyżej odbicia zupełnego część promieniowania wnika do warstwy (wiązka załamana) i następnie czę-



ściowo odbija się od granicy między podłożem i warstwą. Promieniowanie odbite od tej granicy interferuje z promieniowaniem odbitym od powierzchni warstwy i przy zmianie kąta poślizgu  $\omega$  powstają lokalne wzmocnienia natężenia w wiązce odbitej zwierciadłanie. Znając pozycję kątową  $m$ -tego maximum interferencyjnego można wyznaczyć grubość warstwy epitaksjalnej:

$$t_w = \frac{m\lambda}{2\sqrt{\omega_m^2 - \theta_{kr}^2}} \quad (25)$$

gdzie:  $m$  - numer kolejnego maximum interferencyjnego,  
 $\omega_m$  - pozycja kątowa  $m$ -tego maximum,  
 $\theta_c$  - kąt krytyczny dla odbicia zupełnego,  
 $\lambda$  - długość fali promieniowania rentgenowskiego.

Głębokość wnikania promieniowania rentgenowskiego  $\Lambda$  [26] dla kątów poślizgu  $\omega < \theta_{kr}$  jest niezależna od absorpcji próbki i wynosi:

$$\Lambda_{min} = \frac{\lambda}{2\pi\sqrt{\chi_{000}}} \quad (26)$$

gdzie:  $\lambda$  - długość fali promieniowania rentgenowskiego,  
 $\chi_{000}$  - patrz równanie (24).

Dla większości materiałów  $\Lambda_{min} = 40 - 60 \text{ \AA}$ . Po przekroczeniu wartości kąta krytycznego  $\omega > \theta_{kr}$  głębokość wnikania gwałtownie wzrasta i jest ograniczona przez absorpcję materiału:

$$\Lambda_{max} = \frac{\lambda}{2\pi\sqrt{\beta}}, \quad \text{gdzie } \beta = \frac{\lambda\mu}{4\pi} \quad (27)$$

gdzie:  $\mu$  - liniowy współczynnik absorpcji materiału.

Głębokość wnikania  $\Lambda_{max}$  mieści się w zakresie 150 - 600  $\text{\AA}$  dla większości materiałów półprzewodnikowych i promieniowania  $\text{CuK}_\alpha$ .

Wpływ szorstkości powierzchni na odbicie zwierciadłane uwzględnia się stosując gaussowski współczynnik tłumiący. Równanie dla odbicia zwierciadlanego w tym przypadku przyjmuje następującą postać:

$$R = r \exp(-16 \Pi^2 s_o^2 \theta^2 \sigma^2) \quad (28)$$

gdzie:  $r$  - współczynnik odbicia od gładkiej powierzchni,

$s_o = s_o - \frac{l}{\lambda}$  - moduł wektora falowego wiązki padającej,

$\sigma$  - średnie kwadratowe odchylenie od płaskości powierzchni kryształu.

Z przedstawionych powyżej danych wynika, że reflektometrię rentgenowską można stosować do pomiarów grubości warstw epitaksjalnych materiałów półprzewodnikowych tylko w ograniczonym zakresie grubości (w przypadku  $\text{CuK}_\alpha$  do grubości  $t_{\max} \cong 600 \text{ \AA}$ ). Znacznie szersze zastosowanie ma reflektometria rentgenowska w badaniu grubości warstw tlenkowych lub azotkowych stosowanych w mikroelektronice. Należy podkreślić ważną rolę reflektometrii w badaniu cech morfologicznych warstw epitaksjalnych i kryształów podłożowych. Maksymalna czułość w pomiarach szorstkości powierzchni (podłoża lub warstwy epitaksjalnej) wynosi kilka  $\text{\AA}$  przy stosowaniu promieniowania  $\text{CuK}_\alpha$ .

## 7. DYFRAKTOMETR TRÓJKRYSTALICZNY

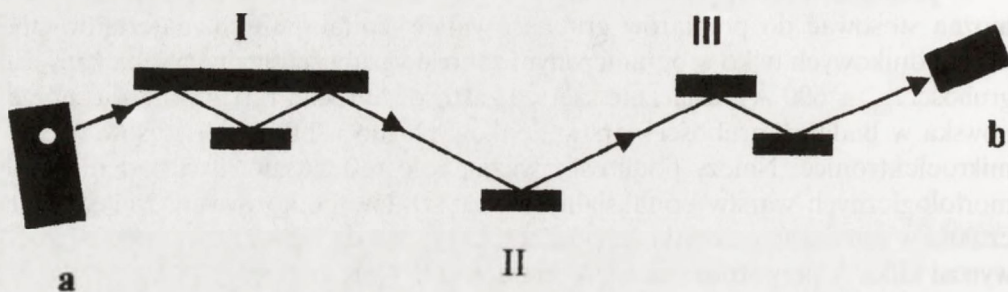
Ideę trójkrystalicznego dyfraktometru (*triple crystal diffractometer - TCD*) wykorzystał już w 1955r. Renninger do eksperymentalnego potwierdzenia dynamicznej teorii dyfrakcji w kryształach doskonałych [24]. W tym układzie dwa pierwsze, nieruchome kryształy ustawiono w pozycji  $n^+, n^+$  spełniały rolę monochromatora i kolimatora i badając trzeci kryształ otrzymał krzywą dyfrakcji (zgodną, co do profilu i szerokości połówkowej) z przewidywaniami z dynamicznej teorii dyfrakcji.

W innym wariantcie  $n^+, n^-, n^+$  trójkrystaliczny dyfraktometr został zastosowany do badań struktury warstw powierzchniowych (po raz pierwszy przez A. Iidę i K. Kohrę w 1979r. [27]) i ten układ będzie szczegółowo rozważany w dalszym ciągu niniejszej pracy i przedstawiono na Rys.10. Kryształ I z kanałowym wycięciem do realizacji wielokrotnego odbicia wraz z układem szczelin, spełnia rolę monochromatora i kolimatora i formuje wiązkę pierwotną z małą dywergencją kątową. Dzięki wielokrotnemu odbiciu występuje gwałtowny spadek natężenia na zboczach krzywej odbicia od monochromatora [28].

Podstawowa cecha rozważanego układu *TCD* polega na wykorzystaniu kryształu III do analizowania kąтового rozkładu natężenia odbitego od badanego kryształu II. Rozkład natężenia mierzy się w funkcji kąta  $\omega$  (kąt poślizgu próbki) i  $\theta$  (kąt poślizgu analizatora) i jest wykorzystywany do szczegółowej analizy struktury warstw powierzchniowych, która polega na ocenie wkładów dynamicznej i kinematycznej dyfrakcji w pobliżu danego węzła sieci odwrotnej. Dynamiczne



efekty dyfrakcyjne dają w sieci odwrotnej rozkłady natężeń w postaci nachylonych pasm przecinających się w węzle sieci odwrotnej, natomiast kinematyczne efekty dyfrakcyjne pochodzą od różnych niedoskonałości sieciowych i zależnie od charakteru defektów wytwarzają różne rozkłady natężeń w otoczeniu danego węzła sieci odwrotnej. Wykonanie pomiarów dyfrakcyjnych za pomocą trójkryształnego dyfraktometru umożliwia łatwe odseparowanie efektów kinematycznej i dynamicznej dyfrakcji.



**Rys. 10.** Schemat dyfraktometru trójkryształnego bezdyspersyjnego; I - monochromator trójodbiciowy ( $d_{hkl}^I$ ), II - badany kryształ ( $d_{hkl}^{II}$ ), III - analizator dwuodbiciowy ( $d_{hkl}^{III}$ ); a - lampa rentgenowska, b - licznik;  $d_{hkl}^I = d_{hkl}^{II} = d_{hkl}^{III}$ .

**Fig. 10.** Scheme of triple-crystal, dispersion free X-ray diffractometer; I - triple-reflection monochromator ( $d_{hkl}^I$ ), II - investigated crystal ( $d_{hkl}^{II}$ ), III - double-reflection analyser ( $d_{hkl}^{III}$ ); a - X-ray tube, b - counter;  $d_{hkl}^I = d_{hkl}^{II} = d_{hkl}^{III}$ .

Natężenie wiązki po odbiciu od analizatora (trzeciego kryształu) można obliczyć ze splotu iloczynu krzywych dyfrakcji od kolimatora i drugiego kryształu z krzywą dyfrakcji od analizatora [29]:

$$I(\Delta\theta, \Delta\omega) = \int_{-\infty}^{+\infty} [C_1^A(\Delta\theta_2^A - \Delta\omega) / \frac{\sin(\omega)}{\sin(\psi)}]^{n_1} \cdot C_2^A(\Delta\theta_2^A - \Delta\omega) \cdot C_3^E(\Delta\theta_2^A - \Delta\theta)^{n_3} d\Delta\theta \quad (29)$$

gdzie:  $C_i^{AE}$  ( $i=1,2,3$ ) - krzywa dyfrakcji  $i$ -tego kryształu ze strony wyjściowej A i wejściowej E,

$n_1, n_3$  - krotność odbić odpowiednio w kolimatorze i analizatorze,

$\omega$  - kąt poślizgu po stronie wejściowej kryształu II,

$\psi$  - kąt poślizgu po stronie wyjściowej kryształu II,

$\Delta\theta$  - odchylenie kątowe od warunku Bragga dla analizatora,

$\Delta\omega$  - odchylenie kątowe od warunku Bragga dla badanego kryształu,

$\Delta\theta_2^A$  - odchylenie kątowe od warunku Bragga po stronie wyjściowej badanego kryształu.



Zależność między odchyleniami kątowymi od warunku Bragga po stronie wyjściowej kolimatora i badanego kryształu jest następująca :

$$\frac{\Delta\theta_2^A}{\Delta\theta_1^A} = \left| \frac{\sin(\omega)}{\sin(\psi)} \right|_2 \quad (30)$$

Z równania (29) wynika, że kątowny rozkład natężenia po odbiciu od dwóch pierwszych kryształów zależy od iloczynu ich współczynników odbicia z uwzględnieniem ich wzajemnej orientacji. Całka w równaniu (29) przybiera wartość maksymalną dla przypadku kiedy maksima co najmniej dwóch różnych funkcji podcałkowych  $C_i$  nakładają się, tzn. przy spełnieniu jednego z trzech następujących warunków :

a)  $C_3(0)$  i  $C_1(0)$

$$\Delta\theta = \Delta\theta_2^A \quad \text{i} \quad \Delta\theta_2^A = \Delta\omega \left( 1 + \frac{\sin(\omega)}{\sin(\psi)} \right); \quad \text{stąd:} \quad \Delta\theta = \Delta\omega \left( 1 + \frac{\sin(\omega)}{\sin(\psi)} \right) \quad (31)$$

b)  $C_3(0)$  i  $C_2(0)$

$$\Delta\theta = \Delta\theta_2^A \quad \text{i} \quad \Delta\theta_2^A = \Delta\omega; \quad \text{stąd:} \quad \Delta\theta = \Delta\omega \quad (32)$$

c)  $\Delta\omega = 0 \quad \Delta\theta = \text{const.}$

Z warunku a) (dla przypadku symetrycznego odbicia Bragga gdy  $\omega = \psi$ ) wynika, że promień padający na kolimator pod kątem Bragga po odbiciu od badanego kryształu, obróconego o kąt  $\Delta\omega$  pada na analizator pod kątem  $\theta_B - 2\Delta\omega$ . Takie odbicie w TCD nazywa się odbiciem głównym. Analogicznie z warunku b) wynika, że promień padający na kolimator pod kątem  $\theta_B + \Delta\omega$  trafia po odbiciu od kolimatora na badany kryształ pod kątem Bragga  $\theta_B$ , a na analizator pod kątem  $\theta_B - \Delta\omega$ . Odbicie opisane przez warunek b) zostało nazwane w literaturze pseudoodbiciem (*pseudo-streak*) [27].

Pseudoodbicia od kryształu I i III formują w dwuwymiarowej mapie sieci odwrotnej dwa symetryczne pasma nachylone względem odbicia głównego pod kątem  $\pm \theta$ . W pewnych przypadkach są one niepożądane, bo zniekształcają np. rozkład natężeń wywołany rozpraszaniem dyfuzyjnym. Można osłabić natężenia w obydwu pseudoodbiciach stosując w miejsce kryształu I i III monochromatory kanałkowe z wielokrotnym odbiciem. Zaumseil i Winter [29] pokazali, że do całkowitego wyeliminowania pseudoodbicia jest niezbędne pięciokrotne odbicie w każdym z kanałkowych monochromatorów. Wadą układu z wielokrotnym odbiciem w

monochromatorach jest osłabienie natężenia wiązki spowodowane skończoną absorpcją przy kolejnym odbiciu.

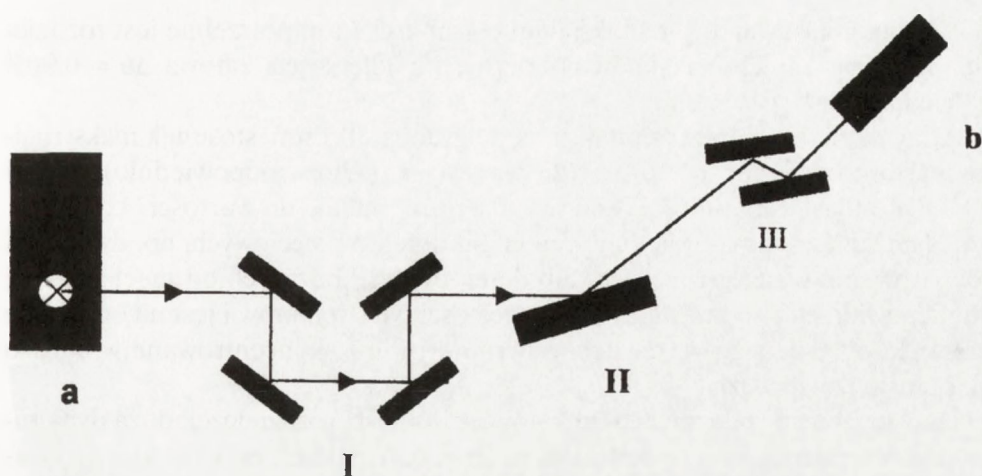
Omawiany wariant trójkryształicznego dyfraktometru został z powodzeniem wykorzystany do zbadania kinematycznej dyfrakcji pochodzącej od defektów w warstwie powierzchniowej związanych z mechaniczną obróbką powierzchni kryształów oraz termicznego dyfuzyjnego rozpraszania [27,29]. Pokazano, że rozkłady natężenia rozpraszania dyfuzyjnego wokół danego węzła sieci odwrotnej w obydwu ww. przypadkach mają symetrię kołową i w głównych zarysach nie wykazują różnic. Charakterystyczną cechą tego rozkładu natężeń jest zgodna z teorią zależność  $I_{dyf} \sim q^{-2}$ , gdzie  $q$  określa odległość od węzła sieci odwrotnej.

Trójkryształiczny dyfraktometr (+n,-n,+n) jest także używany do badań struktury warstw przypowierzchniowych po procesach implantacji. Pokazano, że rozpraszanie w warstwie uszkodzonej implantacją zależy od procesu formowania warstwy i różni się zasadniczo co do charakteru, od czysto koherentnego rozpraszania (bezpośrednio po implantacji) do dyfuzyjnego w dużej mierze (po termicznej obróbce). Obecność znacznego poziomu rozpraszania dyfuzyjnego pochodzi od skupisk defektów punktowych (z rozkładem statystycznym) powstałych w warstwie po termicznej obróbce.

Monochromatory do układów TCD wykonuje się z monokryształów o dużej doskonałości strukturalnej i powszechnie do tego celu jest stosowany krzem lub german.

Przy badaniu struktur warstwowych (warstwy epitaksjalne, supersieci) osadzanych na podłożach takich związków półprzewodnikowych jak np. GaAs lub InP mamy do czynienia z przypadkiem, gdy odległości międzypłaszczyznowe badanego monokryształu i monochromatorów są różne. Taki układ dyfraktometru nazywa się układem quasi-równoległym lub dyspersyjnym. W celu zminimalizowania wpływu dyspersji spektralnej  $\Delta\lambda/\lambda$  na zdolność rozdzielczą układu pomiarowego stosuje się układ Bartelsa Ge 220 złożony z dwóch odrębnych monochromatorów kanałowych (Rys. 11), który zapewnia małą dyspersję spektralną  $\Delta\lambda/\lambda = 1,43 \times 10^{-4}$  przy rozbieżności wiązki  $\leq 12$  arc sec. W szczególnych przypadkach jest także używany układ Ge 440 z bardzo małą dyspersją spektralną  $\Delta\lambda/\lambda = 2,4 \times 10^{-5}$  i rozbieżnością wiązki  $\leq 5$  arc sec. Jednak w zastosowaniach, w których jest niezbędne duże natężenie wiązki pierwotnej należy szukać innego rozwiązania.





**Rys. 11.** Schemat dyfraktometru wysokorozdzielczego z monochromatorem Bartelsa; I - monochromator Bartelsa ( $d_{hkl}^I$ ), II - badany kryształ ( $d_{hkl}^{II}$ ), III - analizator dwuodbiciowy ( $d_{hkl}^{III}$ ); a - lampa rentgenowska, b - licznik;  $d_{hkl}^I = d_{hkl}^{III} \# d_{hkl}^{II}$ .

**Fig. 11.** Scheme of high-resolution X-ray diffractometer with Bartels' monochromator; I - Bartels' monochromator ( $d_{hkl}^I$ ), II - investigated crystal ( $d_{hkl}^{II}$ ), III - double-reflection analyzer ( $d_{hkl}^{III}$ ); a - X-ray lamp, b - counter;  $d_{hkl}^I = d_{hkl}^{III} \# d_{hkl}^{II}$ .

## 8. UKŁAD DYFRAKTOMETRU TRÓJKRYSTALICZNEGO DO CHARAKTERYZACJI WARSTW EPITAKSJALNYCH ZWIĄZKÓW PÓŁPRZEWODNIKOWYCH $A^{III}B^V$

Opracowano i wykonano modyfikację dyfraktometru trójkrystalicznego do pomiarów warstw epitaksjalnych i supersieci osadzanych na monokrystalicznych podłożach różnych związków półprzewodnikowych  $A^{III}B^V$  z orientacją [001], który oprócz niezbędnej zdolności rozdzielczej zapewnia dużą wartość natężenia wiązki pierwotnej. Do charakteryzacji warstw epitaksjalnych i supersieci jest niezbędna nie tylko określona kątowa zdolność rozdzielcza, lecz także duży zakres dynamiczny pomiarów natężeń (5 dekad).

Zilustrują to niżej podane przykłady :

1. Wyznaczenie składu chemicznego warstwy epitaksjalnej  $In_xGa_{1-x}As$  (z dokładnością 1%) osadzonej na podłożu GaAs [001] wymaga dokładności pomiaru różnicy kątów Bragga dla warstwy epitaksjalnej i podłoża  $\Delta\theta \leq 0,027^\circ$  (odbicie 004,  $CuK_\alpha$ ).



2. Do pomiaru warstwy epitaksjalnej o grubości  $1 \mu\text{m}$  potrzebne jest rozdzielanie dwóch sąsiednich maksimów pobocznych z odległością kątową  $\Delta\theta = 0,005^\circ$  (odbicie  $004$ ,  $\text{CuK}\alpha$ ) - (Rys.8).

3. Przy pomiarze warstwy epitaksjalnej o grubości  $0,1 \mu\text{m}$  stosunek maksymalnych wartości natężeń  $I_w^{\text{max}}/I_p^{\text{max}}$  (dla warstwy i podłoża odpowiednio) wynosi  $1 \times 10^{-2}$ , natomiast dla grubości warstwy  $0,01 \mu\text{m}$  maleje do wartości  $1 \times 10^{-4}$ .

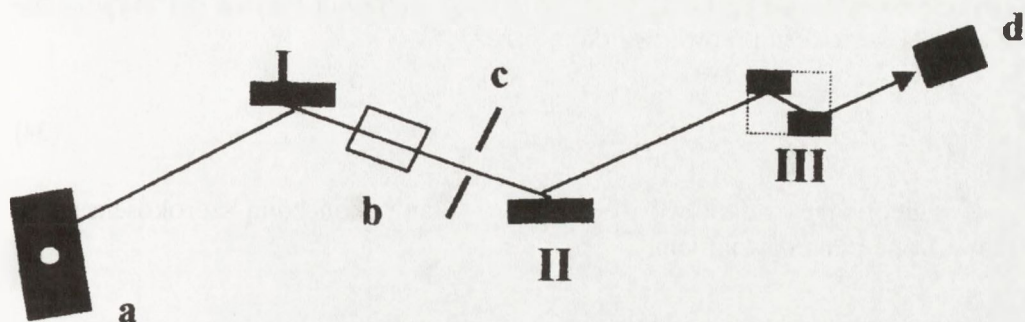
4. Natężenie rozpraszania dyfuzyjnego od defektów sieciowych, np. dyslokacji niedopasowania w heterozłączach, lub defektów pochodzących od mechanicznej obróbki powierzchni kryształu zależy od gęstości tych defektów i jest na ogół małe (poniżej 1%  $I^{\text{max}}$  danego węzła sieci odwrotnej) i jest skoncentrowane w bardzo bliskim sąsiedztwie węzła.

Przedstawione wymagania co do kątowej zdolności rozdzielczej, dużą dynamikę w pomiarach natężeń promieniowania oraz rozdzielenie efektów kinematycznej i dynamicznej dyfrakcji w dwuwymiarowym obrazie dyfrakcyjnym może zapewnić quasi-równoległy układ *TCD*, w którym dyspersję spektralną ogranicza się za pomocą monochromatora jednoodbiciowego i wąskiej szczeliny.

W omawianym układzie dyfraktometru (Rys.12) zastosowano monochromatory wykonane z monokryształu Ge o odpowiedniej doskonałości strukturalnej. W pozycji kryształu I został ustawiony płaski jednoodbiciowy monochromator Ge 004, a w charakterze analizatora (kryształ III) zastosowano dwuodbiciowy, kanałkowy kryształ Ge 004. Obiektem badanym w niniejszej pracy jest oczywiście warstwa epitaksjalna  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  osadzona na podłożu InP 004. Liniowe ognisko o wymiarach  $0,1 \text{ mm}$  w płaszczyźnie dyfrakcji znajduje się w odległości  $150 \text{ mm}$  przed kryształem I i jest ustawione prostopadle do płaszczyzny dyfrakcji. W takiej samej odległości, z tyłu za kryształem I jest umieszczona regulowana szczelina. Przy otworze szczeliny  $< 50 \mu\text{m}$  rozbieżność wiązki pierwotnej jest mniejsza od  $35 \text{ arc sec}$ . Pionowa rozbieżność wiązki pierwotnej jest zależna od szczeliny Sollera umieszczonej między kryształami I i II.

Uwzględniając rozbieżność wiązki tylko w płaszczyźnie dyfrakcji można łatwo wyznaczyć szerokość spektralną w takim układzie, która wynosi  $\Delta\lambda_{\text{CuK}\alpha} = 2d \cos \theta \Delta\theta \cong 4 \times 10^{-4} \text{ \AA}$  gdzie:  $d$  - odległość międzypłaszczyznowa kryształu I,  $\theta$  - kąt Bragga,  $\Delta\theta$  - rozbieżność wiązki pierwotnej. Szerokość spektralna jest w przybliżeniu 10-krotnie mniejsza od różnicy długości fal dubletu  $\text{K}\alpha$  ( $\Delta\lambda_{\text{K}\alpha 1 \text{ K}\alpha 2} = 3,8 \times 10^{-3} \text{ \AA}$ ) promieniowania Cu. Omawiany układ zapewnia pełne wyeliminowanie składowej  $\text{K}\alpha 2$ . Kosztem większej szerokości spektralnej w porównaniu z układem *TCD* wyposażonym w monochromator Bartelsa gwarantuje większe natężenie w wiązce pierwotnej, wystarczające do realizacji eksperymentalnych zadań niniejszej pracy. Dwuodbiciowy kanałkowy analizator Ge 004 eliminuje praktycznie całkowicie pseudoodbicie od kryształu III. W symetrycznych odbiciach nie można jednak wyeliminować pseudoodbicia od kryształu I w dwuwymiarowej mapie sieci odwrotnej, i to jest wadą omawianego układu. Jedynie w

asymetrycznych odbiciach z dużym współczynnikiem asymetrii pseudoodbicie od kryształu I przestaje odgrywać rolę.



**Rys. 12.** Schemat dyfraktometru trójkryształowego stosowanego w pracy do charakteryzacji podłoży i warstw epitaksjalnych; I - monochromator jednoodbiciowy ( $d_{hkl}^I$ ), II - badany kryształ ( $d_{hkl}^{II}$ ), III - analizator dwuodbiciowy ( $d_{hkl}^{III}$ ); a - lampa rentgenowska z liniowym ogniskiem prostopadłym do płaszczyzny dyfrakcji, b - szczelina Sollera, c - szczelina pionowa, d - licznik,  $d_{hkl}^I = d_{hkl}^{III} \neq d_{hkl}^{II}$ .

**Fig. 12.** Schematic of triple-crystal X-ray diffractometer used in this work for characterisation of substrates and epitaxial layers; I - single-reflection monochromator ( $d_{hkl}^I$ ), II - investigated crystal ( $d_{hkl}^{II}$ ), III - double-reflection analyser ( $d_{hkl}^{III}$ ); a - X-ray lamp with linear focus perpendicular to the diffraction plane, b - Soller's aperture, c - vertical aperture, d - counter;  $d_{hkl}^I = d_{hkl}^{III} \neq d_{hkl}^{II}$ .

Poniżej przeanalizowano zdolność rozdzielczą omawianego układu zakładając, że: badano odbicie symetryczne, badany kryształ jest doskonały i nie uwzględniono rozbieżności wiązki w płaszczyźnie prostopadłej do płaszczyzny dyfrakcji i porównano ją ze zdolnością rozdzielczą dyfraktometrów wyposażonych w 4-odbiciowy monochromator kanałkowy Ge 220 lub Ge 440. Składowa zdolności rozdzielczej prostopadła do wektora dyfrakcji  $\vec{h}_{004}$  zależy od różniczkowej krzywej dyfrakcji zmierzonej przy skanowaniu kryształu II (gdy analizator - kryształ III stoi w pozycji spełniającej warunek Bragga). W quasi-równoległym wariancie TCD szerokość krzywej dyfrakcyjnej zależy od rozkładu kąтового natężenia  $C(\theta)$  i od dyspersji spowodowanej szerokością spektralną  $\Delta\lambda$ . Jeśli  $\Delta\lambda = 0$  to rozkład kątowy natężenia jest splotem funkcji rozkładów kątowych promieniowania:

$$I(\theta) = \int_{-\infty}^{+\infty} C_1^A(\theta) C_2^E(\theta - \alpha) d\alpha \quad (33)$$



gdzie:  $C_1^A(\theta)$  - krzywa dyfrakcyjna po stronie wyjściowej kryształu I,  
 $C_2^E(\theta)$  - krzywa dyfrakcyjna po stronie wejściowej (badanego) kryształu II.

Gdy funkcje rozkładu  $C_1$  i  $C_2$  można przybliżyć krzywymi Gaussa z szerokościami połówkowymi  $\beta_I^{hkl}$  i  $\beta_{II}^{hkl}$  odpowiednio, mierzona krzywa dyfrakcyjna będzie miała szerokość połówkową daną przez:

$$\beta = \sqrt{\beta_I^2 + \beta_{II}^2} \quad (34)$$

Uwzględniając dodatkowo dyspersję wywołaną skończoną szerokością spektralną  $\Delta\lambda$ ; a daną równaniem:

$$\gamma = \frac{\Delta\lambda}{\lambda} |tg(\theta_1) - tg(\theta_2)| \quad (35)$$

gdzie:  $\theta_1$  i  $\theta_2$  - kąty Bragga odpowiednio dla kryształów I i II, wówczas całkowita szerokość połówkowa krzywej dyfrakcji z uwzględnieniem funkcji aparaturowej (a tym samym zdolność rozdzielcza układu) wynosi:

$$\beta_{00l} = \sqrt{\beta_I^2 + \beta_{II}^2 + \gamma^2} \quad (36)$$

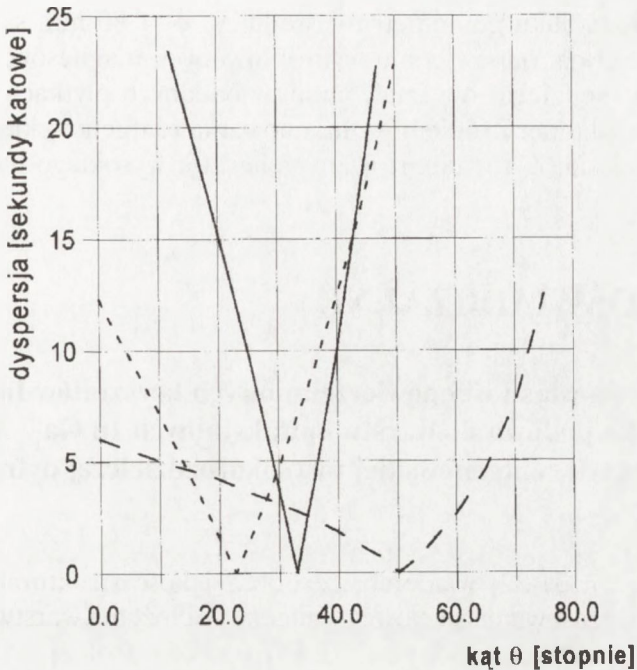
Wartości szerokości połówkowych  $\beta_{hkl}$  dla monokryształów różnych związków półprzewodnikowych  $A^{III}B^V$  zamieszczono w Tab. 2.

Podobnie składowa zdolności rozdzielczej równoległa do wektora dyfrakcji  $h_{00l}$  zależy od szerokości krzywej dyfrakcji zmierzonej przy skanowaniu kryształu III, przy czym kryształy I i II stoją w pozycji spełniającej warunek Bragga. Jak wynika z Rys.7 (rozdz.5), podczas skanowania kryształu III sieć odwrotna jest badana w kierunku stycznym do sfery Ewalda. Ze względu na małą aperturę kątową licznika, dyspersja spowodowana skończoną szerokością spektralną jest porównywalna do dyspersji określonej równaniem (35). Ostatecznie z symetrii omawianego układu  $TCD$  wynika, że wartości zdolności rozdzielczych w kierunku prostopadłym i równoległym do wektora dyfrakcji są porównywalne.

Wyżej przedstawiona uproszczona analiza zdolności rozdzielczej pokazuje, że w quasi-równoległych układach  $TCD$  trzeba zapewnić małą szerokość spektralną  $\Delta\lambda$ . Im mniejsza szerokość spektralna układu, tym bardziej mogą być zróżnicowane odległości międzypłaszczyznowe monochromatorów i badanego kryształu.

Na Rys.13 przedstawiono zależność dyspersji  $\gamma$  w funkcji kąta  $\theta$  ( $\theta$ -kąt Bragga dla badanego kryształu) dla omawianego układu  $TCD$  oraz układów wyposażonych w monochromator Bartelsa Ge 220 lub Ge 440 (promieniowanie  $CuK_{\alpha}$ ).





**Rys.13.** Dyspersja w quasi-równoległych układach dyfraktometrycznych:  
 — układ zastosowany w tej pracy  
 ..... układ z monochromatorem Bartelsa Ge 220  
 ----- układ z monochromatorem Bartelsa Ge 440.

**Fig. 13.** Dispersion in quasi-parallel X-ray diffractometric systems:  
 — system used in this work,  
 ..... system with Bartels' monochromator Ge 220,  
 ----- system with Bartels' monochromator Ge 440.

Jeśli przyjmiemy, że dyspersja  $\gamma$  nie może przekraczać 10 arc sec, to w omawianym układzie kąt Bragga badanego kryształu nie może wykraczać poza zakres  $\Delta\theta = 24^\circ - 40^\circ$ . W przypadku układu *TCD* z monochromatorem Bartelsa Ge 220, przy założeniu tej samej granicznej dyspersji  $\gamma \leq 10$  arc sec dopuszczalne kąty Bragga leżą w zakresie  $\Delta\theta = 5^\circ - 37^\circ$ . Tylko układ *TCD* z monochromatorem Bartelsa Ge 440 pozwala na pomiar w szerokim zakresie kątów  $\theta$ .

Podstawową część wysokorozdzielczego dyfraktometru stanowi goniometr (GUR-8), w którym koła  $\theta$  i  $2\theta$  mają niezależny, precyzyjny napęd wyposażony w silniki krokowe. Sterowanie silników krokowych, zbieranie danych pomiarowych oraz ich obróbka są realizowane komputerowo. Minimalny krok skanowania kołem  $\theta < 1$  arc sec. Pozostałe dwa koła (obrót próbki względem osi prostopadłej do powierzchni próbki) i tzw. koło  $\chi$  są obsługiwane ręcznie z dokładnością

$\leq 0,05^\circ$ . Na płaskim stoliku goniometru o średnicy  $\phi = 80$  mm są mocowane płytki za pomocą małych, odpowiednio wyprofilowanych magnesów. Oryginalny sposób mocowania zapobiega odkształceniom w badanych płytkach w przypadkach, gdy nie są one płaskie. Źródłem promieniowania rentgenowskiego jest lampa rentgenowska z anodą Cu i stabilizowany generator wysokiego napięcia f-m Philips PW-1830.

## 9. WYNIKI DOŚWIADCZALNE

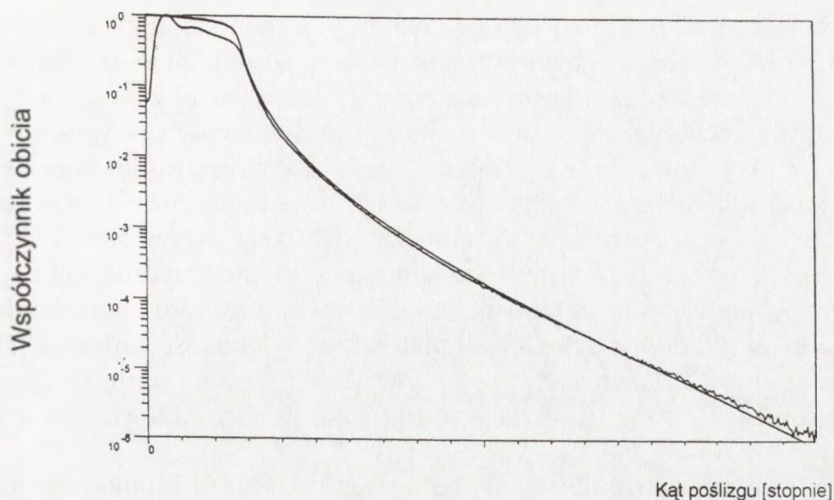
### 9.1. Charakteryzacja własności powierzchniowych kryształów InP [001] zastosowanych jako podłoża do warstw epitaksjalnych $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ za pomocą reflektometrii rentgenowskiej i wysokorozdzielczej dyfrakcji rentgenowskiej

Z literatury [5, 27, 31-32] wiadomo, że dobra jakość strukturalna warstwy zależy nie tylko od dopasowania sieciowego między podłożem i warstwą, ale także od krystalograficznej doskonałości powierzchni podłoża, wolnej od naprężeń i uszkodzeń (rysy po obróbce mechanicznej) oraz czystej, bez śladów tlenków i zanieczyszczeń po zawiesinie polerującej. Oczywista jest także dokładność orientacji krystalograficznej podłoża, która nie powinna być gorsza od  $0,1 - 0,2^\circ$ .

Morfologiczne własności powierzchni podłoża przed osadzeniem warstwy epitaksjalnej badano za pomocą reflektometrii rentgenowskiej w celu określenia rozkładu gęstości elektronowej w kierunku normalnym do powierzchni próbki oraz nierówności powierzchni (szorstkości) w skali nanometrowej. Na Rys.14 przedstawiono typową krzywą reflektometryczną płytki podłożowej InP Nr 517 zakwalifikowanej do procesu epitaksji (*epi-ready*). Gładka krzywa jest krzywą symulacyjną otrzymaną z procedury dopasowania do wyników doświadczalnych za pomocą programu Refsim. Monotoniczny spadek natężenia zwierciadlanie odbitego promieniowania (*specular reflectivity*) w funkcji kąta poślizgu (bez oscylacji) oznacza, że powierzchnia podłoża jest czysta. Minimalna wykrywalna grubość zanieczyszczenia na powierzchni podłoża jest w tym przypadku równa  $\Delta t_w \geq 15 \text{ \AA}$  (patrz równanie 24 i 25). Należy podkreślić, że czułość przy określaniu zanieczyszczeń na powierzchni kryształu podłożowego zależy także od amplitudy oscylacji na krzywej reflektometrycznej, która jest tym większa, im większa jest różnica gęstości elektronowej w podłożu i warstwie zanieczyszczeń.

Głębokość wnikania w metodzie reflektometrycznej zależy od  $\omega/\theta_{kr}$  i w przypadku badania InP za pomocą promieniowania  $\text{CuK}_{\alpha}$  wynosi  $47 \text{ \AA}$  w zakresie kątów  $\omega$  poniżej  $\theta_{kr}$ , a po przekroczeniu wartości kąta krytycznego  $\theta_{kr}$  gwałtownie wzrasta do  $230 \text{ \AA}$  (równanie 27).





**Rys. 14.** Krzywe reflektometryczne doświadczalna i symulowana (gładka) dla próbki InP Nr 517; pomiar wykonany z zastosowaniem zwierciadła Göbela.

**Fig. 14.** Reflectometric curves: experimental and simulated (smooth) for InP sample Nr 517; measurement performed using Göbel's mirror.

Szorstkość powierzchni  $\sigma$ , definiowana jako średnie kwadratowe odchylenie od płaskości ma wartość  $\sigma = 0,65$  nm. Zgodnie z pracą [26] parametr  $\sigma$  opisuje dostatecznie dobrze własności morfologiczne powierzchni pod warunkiem, że w odbitej wiązce nie ma niekoherentnych składowych pochodzących od dyfuzyjnego rozpraszania. Obecność dyfuzyjnego rozpraszania można wykryć mierząc krzywą odbicia przy ustalonej pozycji licznika. Jeśli krzywa odbicia jest symetryczna, wąska i nie ma "rozwinętych ogonów" oznacza to, że w wiązce odbitej nie ma składowych niekoherentnych.

Opisany pomiar reflektometryczny był wykonany w Laboratorium Aplikacyjnym f-my Siemens w Karlsruhe na firmowym reflektrometrze wyposażonym w zwierciadło Göbela (Rys.9). Służy ono do monochromatyzacji promieniowania oraz przekształcenia wiązki pierwotnej z rozbieżnej w równoległą. Zastosowano promieniowanie  $\text{CuK}_\alpha$  przy mocy lampy 40 kV x 40 mA, a pomiar wykonano metodą sprzężonego  $\theta/2\theta$  skanu z krokiem  $\Delta\theta = 0,005^\circ$ . Czas zliczeń na jeden krok był zróżnicowany od 1-7 sek w celu objęcia możliwie szerokiego zakresu natężeń (powyżej 5 dekad) przy zapewnieniu wystarczającej statystyki dla procesu zliczania impulsów. Rutynowe badania podłoży InP przed procesem epitaksji przeprowadzono w Forschungszentrum Rossendorf w Niemczech na identycznym reflektrometrze przy warunkach pomiaru opisanych wyżej. Wartości szorstkości podłoży InP 004 nie przekraczały  $\sigma = 0,8$  nm.



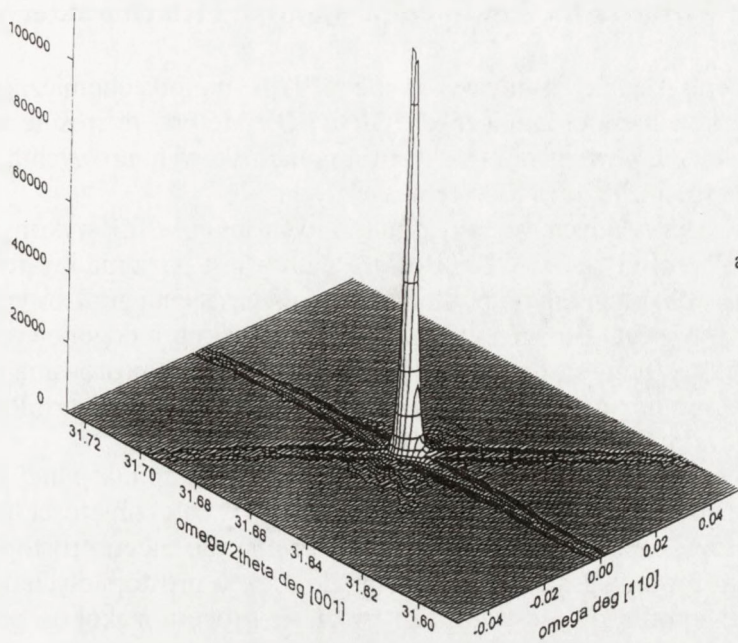
Doskonałość strukturalną podłoży badano za pomocą mapowania sieci odwrotnej InP w otoczeniu odbicia 004 stosując do tego celu quasi-równoległy układ TCD opisany w rozdziale 8. Dwuwymiarowa wysokorozdzielcza analiza dyfrakcyjna umożliwia zbadanie zarówno dynamicznych efektów dyfrakcyjnych w prawie doskonałych kryształach, jak i kinematycznej dyfrakcji spowodowanej defektami sieciowymi. Dynamiczna i kinematyczna dyfrakcja daje różne formy konturów izo-nateżeń w sieci odwrotnej. Dynamiczna dyfrakcja tworzy charakterystyczne pasma rozkładów nateżeń (rozd.7), podczas gdy kinematyczna dyfrakcja daje określone rozkłady nateżeń, których kształt zależy od rodzaju i gęstości defektów sieciowych. W metodach dyfrakcji wysokokątowej głębokość wnikania jest określona przez długość ekstynkcji (16) (w przypadku spełnienia warunku Bragga) lub przez absorpcję (19) i w rozważanym przypadku wynosi odpowiednio  $\tau_{004} = 0,78 \mu\text{m}$  lub  $t_{abs} = 2,6 \mu\text{m}$  (Tab. 2).

Mapę sieci odwrotnej dla płytki podłożowej InP (Nr 517) pokazano na Rys.15 we współrzędnych goniometrycznych  $\omega/2\theta$ ,  $\Delta\omega$ .

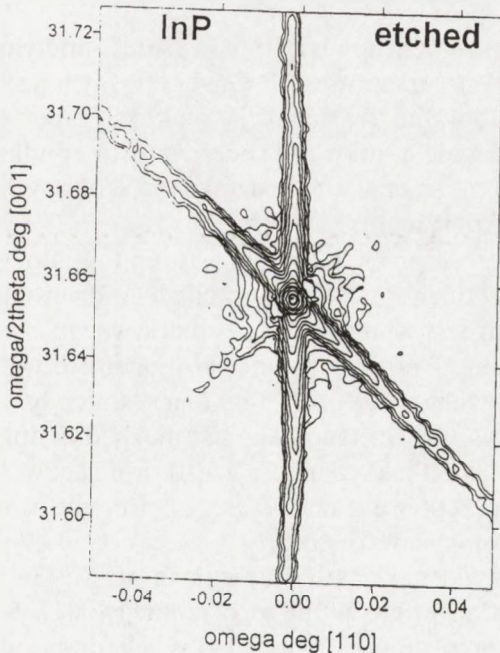
Rozkład nateżenia promieniowania wokół węzła sieci odwrotnej 004 przedstawiono w postaci konturów izo-nateżeń. Stosunek nateżeń dla kolejnych konturów wynosi 1:2. Ostatni kontur reprezentuje nateżenie 1 imp/sek. Pogrubiony kontur odpowiada wartości nateżenia  $= 1/2 I_{max}$  i ma kształt zbliżony do okręgu ze średnicą  $\cong 14$  arc sec. Mapę konturową i trójwymiarową wykonano za pomocą programu komputerowego Surfer. Teoretyczna wartość szerokości połówkowej z uwzględnieniem funkcji aparaturowej obliczona z równania (36) wynosi 12 arc sec i zgadza się dobrze z wynikiem doświadczalnym.

Na Rys.15 oprócz dynamicznego pasma głównego i dynamicznego pseudopasma można wyróżnić słabe nateżenie dyfuzyjne rozłożone centrycznie. Z literatury [27] wiadomo, że rozkład nateżeń o kształcie kołowym może być spowodowany niedostatecznie dobrą obróbką powierzchni lub w ostatecznym przypadku, także termicznym rozpraszaniem dyfuzyjnym. Stwierdzono doświadczalnie, że słabe rozpraszanie dyfuzyjne jest niezależne od wybranego azymutu.

Przedstawione dane morfologiczno-strukturalne dla płytek InP 004 o grubości  $t = 450 \mu\text{m}$  otrzymano po procesie krótkiego (7 min) trawienia chemicznego w roztworze o składzie  $\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{H}_2\text{O}_2 : \text{H}_2\text{O} = 5:1:1$  i uznano za optymalne. Dalsze trawienie chemiczne nie wpływało ani na obniżenie szorstkości powierzchni ani na dalsze zmniejszenie poziomu rozpraszania dyfuzyjnego. Przedstawione kompleksowe metody badania umożliwiają wykonanie poprawnej charakteryzacji własności powierzchniowych płytek podłożowych InP.



a



**Rys 15.** Trójwymiarowa (a) i konturowa (b) mapa sieci odwrotnej płytki podłożowej InP Nr 517, odbicie 004; promieniowanie  $\text{CuK}\alpha_1$ .

**Fig.15.** Three-dimensional (a) and contour (b) maps of reciprocal lattice for substrate InP crystal Nr 517 ; reflection 004, X-ray radiation  $\text{CuK}\alpha_1$ .

<http://rcin.org.pl>



## 9.2 Metody wytwarzania warstw epitaksjalnych i ich charakteryzacja

Warstwy epitaksjalne zostały wykonane w ITME metodą chemicznego osadzania par związków metaloorganicznych *MOCVD*. Metodę tę stosuje się w ostatnim dziesięcioleciu powszechnie do wytwarzania niskowymiarowych heterostruktur o parametrach zbliżonych do teoretycznych.

Osadzanie omawianych warstw epitaksjalnych InGaAs/InP wykonano w urządzeniu f-my Aixtron typu AIX 200 R&D. Reaktor jest poziomą kwarcową rurą o przekroju prostokątnym. Płytki podłożowe umieszcza się na grafitowym grzejniku pokrytym warstwą SiC i rozgrzewanym za pomocą lamp halogenowych sterowanych tyrystorami. Temperatura płytki podłożowej jest monitorowana przez dwie niezależne termopary umieszczone pod środkiem i brzegiem płytki. Proces wzrostu jest sterowany automatycznie.

Najważniejszym problemem przy osadzaniu warstwy epitaksjalnej jest uzyskanie pożądanego jednorodnego składu chemicznego w całej objętości heterostruktury (zarówno w kierunku wzrostu, jak i w kierunku do niego prostopadłym). W celu zminimalizowania gradientów stężenia domieszki prostopadłych do kierunku wzrostu, płytka podłożowa jest obracana w czasie procesu wokół osi prostopadłej do powierzchni.

Źródłami pierwiastków z grupy III (In, Ga) są: trójmetyloind i trójmetylogal, natomiast z grupy V (As) - arsenowodór. Gazem nośnym jest wodór oczyszczony w oczyszczalniku palladowym. Konstrukcja reaktora zapewnia laminarny przepływ gazów z dużą prędkością liniową. Proces wzrostu epitaksjalnego odbywa się w warunkach obniżonego ciśnienia w celu uzyskania "skokowych" gradientów składu chemicznego w kierunku wzrostu.

Jednym z trudniejszych problemów wzrostu epitaksjalnego jest zapewnienie warunków dla niezakłóconego mechanizmu ciągłego dwuwymiarowego zarodkowania. Taki mechanizm jest wymagany do sukcesywnego osadzania poszczególnych warstw atomowych. Chodzi m.in. o to, aby zaadsorbowane atomy osiągnęły stopnie atomowe na powierzchni podłoża i nie uczestniczyły w kreacji przypadkowych wysp trójwymiarowych. Do tego celu jest niezbędna optymalizacja parametrów procesu wzrostu takich jak: ciśnienie cząstkowe gazów, temperatura podłoża, prędkość liniowa przepływu gazu nośnego, ciśnienie w reaktorze, oraz ich utrzymanie w trakcie procesu wzrostu.

Przedmiotem badań są warstwy epitaksjalne  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  ze stężeniem In  $x = 47\%$  osadzone na podłożu InP o orientacji [001]. Grubość osadzanych warstw zmienia się w zakresie od 1000 - 9000 Å. Niedopasowanie sieciowe obliczone z liniowej interpolacji stałych sieciowych InAs i GaAs wynosi  $\Delta a/a = 4,20 \cdot 10^{-3}$ , przy czym stała sieciowa warstwy jest mniejsza od stałej sieciowej podłoża. Należy podkreślić, że trójskładnikowy związek półprzewodnikowy  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  ma tę ciekawą własność, że dla stężenia In  $x = 53,18\%$  występuje



dopasowanie sieciowe do sieci krystalicznej InP (Rys.1), a dla stężenia indu  $x \geq 53,18\%$  stała sieciowa  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  jest większa od stałej sieciowej InP.

### 9.3 Wyniki badań warstw epitaksjalnych w symetrycznym odbiciu 004

W rozdziale przedstawiono wyniki transmisyjnych rentgenowskich badań topograficznych oraz badań sieci odwrotnej w odbiciu symetrycznym 004 dla warstw epitaksjalnych  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  osadzonych na podłożu InP (001). Stężenie indu, jak wspomniano w poprzednim rozdziale, jest stałe we wszystkich badanych warstwach i wynosi  $x = 47 \pm 0,3\%$ . Stąd wynika niedopasowanie sieciowe pomiędzy podłożem i warstwą  $\Delta a/a = (42,0 \pm 2) \cdot 10^{-4}$ . Grubość krytyczna obliczona z równania (5) Matthews-Blaqueslee równa się  $t_c = 380 \text{ \AA}$ . Zbadano warstwy epitaksjalne o czterech różnych grubościach:  $1000 \text{ \AA}$ ,  $2000 \text{ \AA}$ ,  $4000 \text{ \AA}$  i  $9000 \text{ \AA}$ . Jak widać, zakres badanych grubości wyraźnie przekracza grubość krytyczną  $t_c$ .

Za pomocą transmisyjnej topografii rentgenowskiej (metoda Langa) wykonanej w promieniowaniu  $\text{MoK}_\alpha$  przy zastosowaniu symetrycznego odbicia 220 stwierdzono, że liniowe segmenty dyslokacji niedopasowania pojawiają się dla warstw o grubości  $t_w > 10 t_c$  i są rozłożone w dwóch wzajemnie prostopadłych kierunkach  $\langle 110 \rangle$  leżących w płaszczyźnie płytki (001). Na Rys. 16 a i b przedstawiono zdjęcia topograficzne wykonane dla warstwy epitaksjalnej o grubości  $t_w = 4000 \text{ \AA}$  w dwóch różnych kierunkach azymutalnych  $\langle 110 \rangle$ . Rozkład dyslokacji niedopasowania jest niejednorodny. Szacowana średnia gęstość liniowa dyslokacji w dwóch różnych kierunkach azymutalnych próbki niewiele się różni.

Zdjęcia topograficzne wykonane dla warstwy epitaksjalnej o grubości  $t_w = 9000 \text{ \AA}$  pokazano na Rys. 17 a i b. Liniowa gęstość dyslokacji niedopasowania jest wyraźnie większa w porównaniu z Rys. 16 i nie widać różnic w gęstości dyslokacji zarejestrowanych w dwóch różnych kierunkach azymutalnych  $\langle 110 \rangle$ . Na Rys. 17 pola odkształceń od sąsiednich linii dyslokacyjnych nakładają się wzajemnie i stąd można oszacować, że gęstość liniowa dyslokacji niedopasowania  $> 5 \cdot 10^3 \text{ cm}^{-1}$ . Kontrast dyslokacyjny jest ogólnie dość mały ze względu na warunek  $\mu t \cong 4,5$ , gdzie  $\mu$  - liniowy współczynnik absorpcji.

W celu zlokalizowania właściwego zakresu kąтового odbicia od podłoża i warstwy epitaksjalnej wykonano wstępnie dla każdej grubości warstwy jednowymiarowy pomiar w modzie sprzężonym  $\omega/2\theta$ . Dwuwymiarowe badania, ze względu na czasochłonność pomiaru, ograniczono następnie wyłącznie do obszarów sieci odwrotnej w których występuje odbicie od podłoża i warstwy. W ten sposób czas niezbędny do wykonania jednego badania dwuwymiarowego nie przekraczał 10 godzin. Wszystkie dwuwymiarowe badania w symetrycznym odbiciu 004 wykonano za pomocą skanu  $\omega$  (z pozycją detektora  $2\theta = \text{const.}$ ). Wartość kroku skanowania  $\Delta\omega$  jest równa  $0,0008^\circ$ . Przy zmianie pozycji detektora ( $2\theta$ ) stosowano krok  $0,0016^\circ$ . Pomiary natężenia promieniowania przeprowadzono ze stałym czasem na

krok  $t = 3$  sek. Do badań zastosowano dyfraktometr trójkryształiczny opisany w rozdziale 8.

Na Rys. 18-25 przedstawiono mapy sieci odwrotnej we współrzędnych goniometrycznych  $2\theta/2$ ,  $\omega$  dla grubości warstwy epitaksjalnej odpowiednio 1000 Å, 2000 Å, 4000 Å i 9000 Å wykonane w bliskim otoczeniu węzła sieci odwrotnej 004 dla warstwy i podłoża. Pogrubiony kontur odpowiada wartości natężenia =  $0,5 I_{\max}$ . Każdą warstwę epitaksjalną zbadano w dwu różnych azymutach  $\langle 110 \rangle$  próbki, tzn. płaszczyzna dyfrakcji była wyznaczona albo przez kierunki krystalograficzne [001] i [110], albo odpowiednio [001] i [-110]. Taki wybór azymutalnych kierunków wynika z faktu, że w tych kierunkach leżą prostoliniowe segmenty dyslokacji niedopasowania.

W przypadku warstw epitaksjalnych o grubościach  $t_w = 1000$  Å i  $t_w = 2000$  Å nie zauważa się istotnych różnic między mapami sieci odwrotnej wykonanymi dla dwóch wzajemnie ortogonalnych azymutów [110] i [-110]. Dotyczy to zarówno odbicia od warstwy, jak i od podłoża. Rozpraszanie dyfuzyjne przy odbiciu od warstwy jest bardzo małe i ograniczone do zakresu  $\Delta\omega \leq 0,02^\circ$ .

Wyraźne różnice w mapach sieci odwrotnej wykonanych w różnych azymutach  $\langle 110 \rangle$  są zauważalne dla warstw epitaksjalnych o grubości  $t_w > 2000$  Å. Poziom rozpraszania dyfuzyjnego wzrasta i rozciąga się w zakresie  $\Delta\omega = 0,04^\circ$  (Rys.22 i 23). W otoczeniu węzła 004 od podłoża pojawia się także dyfuzyjne rozpraszanie, przy czym rozkład natężenia promieniowania wokół węzła ma kształt zbliżony do symbolu  $\nabla$ .  $\nabla$  - podobne kontury izo-natężenia w przypadku rozpraszania dyfuzyjnego wokół odbicia od podłoża były także obserwowane w pracy [6].

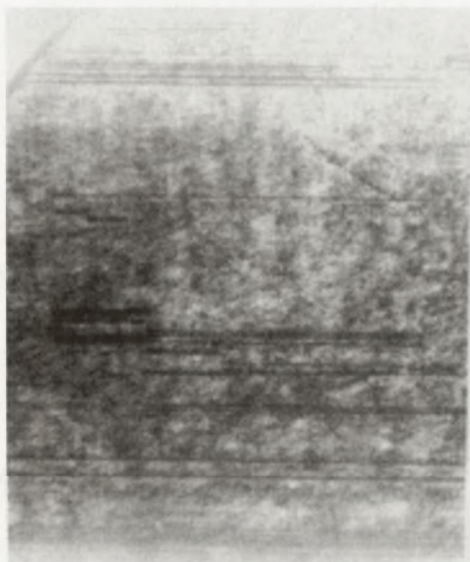
W rozdz. 6 pokazano, że własności dyfrakcyjne idealnej warstwy epitaksjalnej można opisać za pomocą kinematycznej teorii dyfrakcji pod warunkiem, że grubość warstwy  $t_w$  jest mniejsza od długości ekstynkcyjnej  $\tau_w^{hkl}$  warstwy. Poniżej przedstawiono wyniki analizy symulacyjnej obrazu warstwy epitaksjalnej dla grubości warstwy odpowiednio : 1000 Å, 2000 Å, 4000 Å i 9000 Å stosując do obliczeń symulacyjnych równanie :

$$I(\bar{q}_x, \bar{q}_z) \cong \frac{\sin^2(\pi N_x \bar{q}_x)}{(\pi N_x \bar{q}_x)^2} \frac{\sin^2(\pi N_z \bar{q}_z)}{(\pi N_z \bar{q}_z)^2} \quad (37)$$

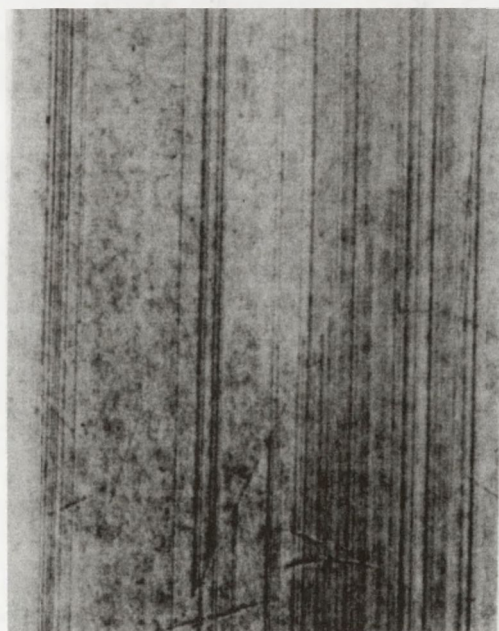
gdzie:  $\bar{q}_x, \bar{q}_z$  - składowe wektora dewiacji  $\bar{q}$ ,

$N_z$  - długość koherencji sieciowej w kierunku normalnym do płytki.





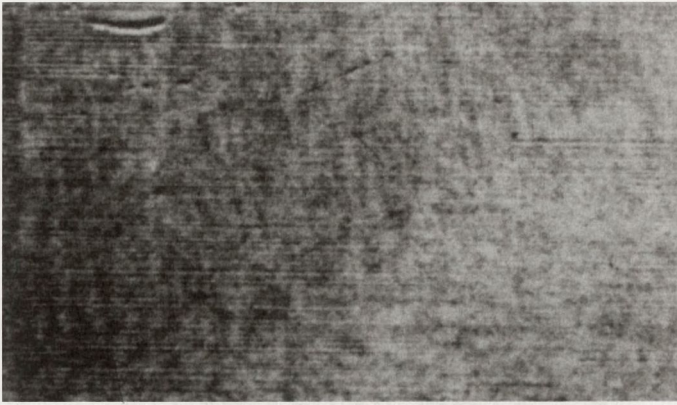
Powiększenie 10x



**Rys. 16.** Transmisyjny topogram Langa próbki z warstwą epitaksjalną o grubości 4000 Å w równoważnych krystalograficznie odbiciach 220; promieniowanie  $\text{MoK}_\alpha$ .

**Fig. 16.** Lang transmission topogram in equivalent crystallographic reflections 220 for a sample with epitaxial layer of 4000 Å-thickness; X-ray radiation  $\text{MoK}_\alpha$ .



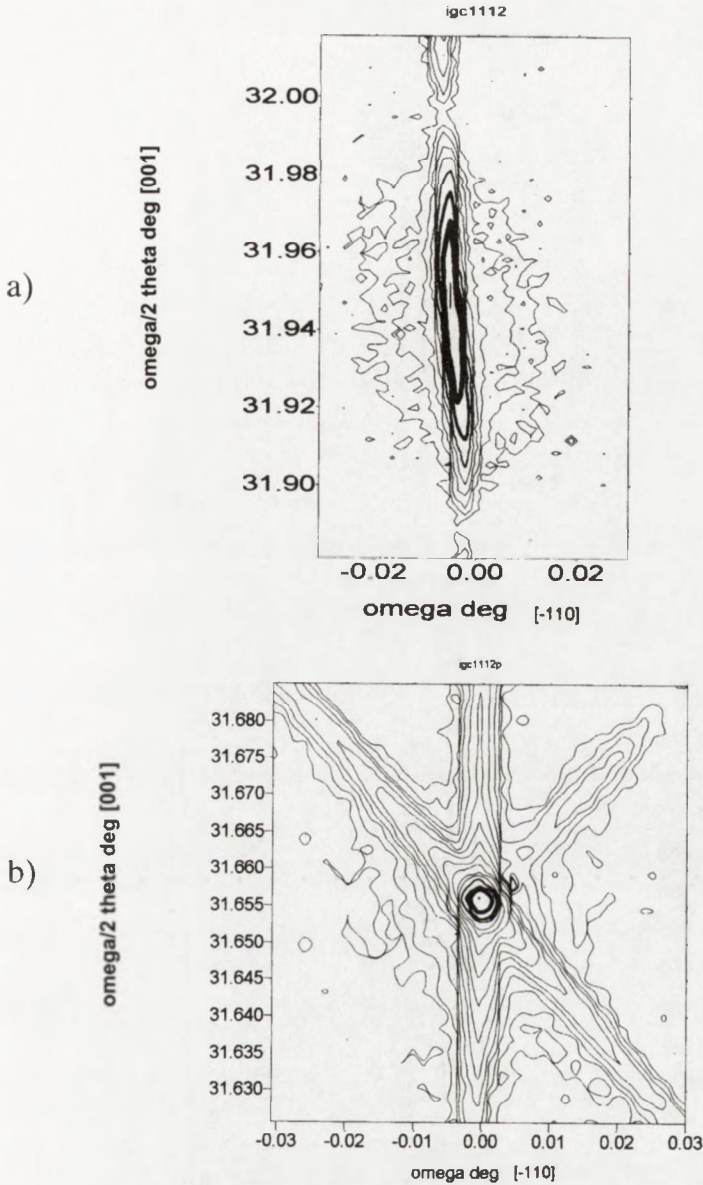


Powiększenie 10x



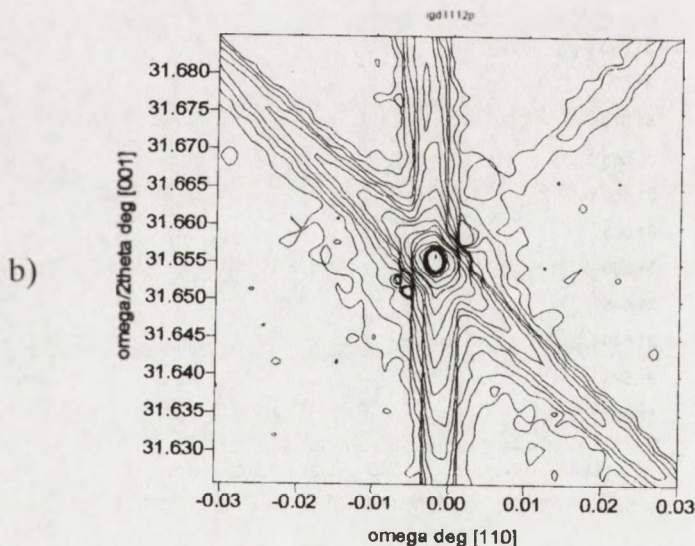
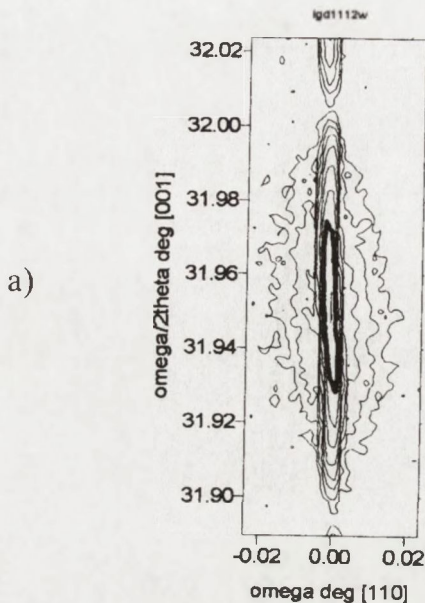
**Rys. 17.** Transmisyjny topogram Langa próbki z warstwą epitaksjalną o grubości 9000 Å w równoważnych krystalograficznie odbiciach 220; promieniowanie  $\text{MoK}_\alpha$ .

**Fig. 17.** Lang transmission topogram in equivalent crystallographic reflections 220 for a sample with epitaxial layer of 9000 Å-thickness; X-ray radiation  $\text{MoK}_\alpha$ .



**Rys.18.** Mapa sieci odwrotnej warstwy epitaksjalnej (a) i podłoża (b) we współrzędnych goniometrycznych;  $t_w = 1000 \text{ \AA}$ ; odbicie 004; azymut [-110];  $\text{CuK}_\alpha$ ; sąsiednie kontury izonażeń odpowiadają stosunkowi natężeń 1:2.

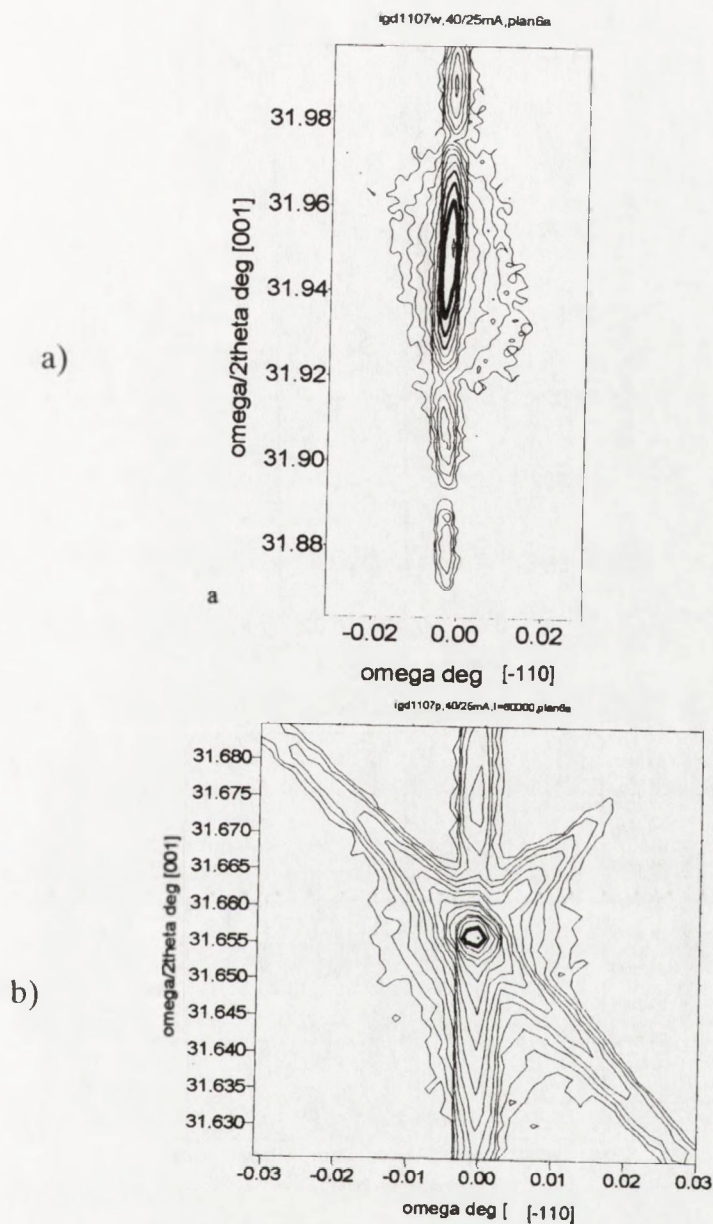
**Fig. 18.** Reciprocal lattice map of epitaxial layer (a) and substrate (b) in goniometric coordinates;  $t_w = 1000 \text{ \AA}$ ; reflection 004; direction [-110];  $\text{CuK}_\alpha$ ; the neighbour contours correspond to an intensity ratio 1:2.



**Rys. 19.** Mapa sieci odwrotnej warstwy epitaksjalnej (a) i podłoża (b) we współrzędnych goniometrycznych;  $t_w = 1000 \text{ \AA}$ ; odbicie 004; azymut [110];  $\text{CuK}_\alpha$ ; sąsiednie kontury izonateżeń odpowiadają stosunkowi natężeń 1:2.

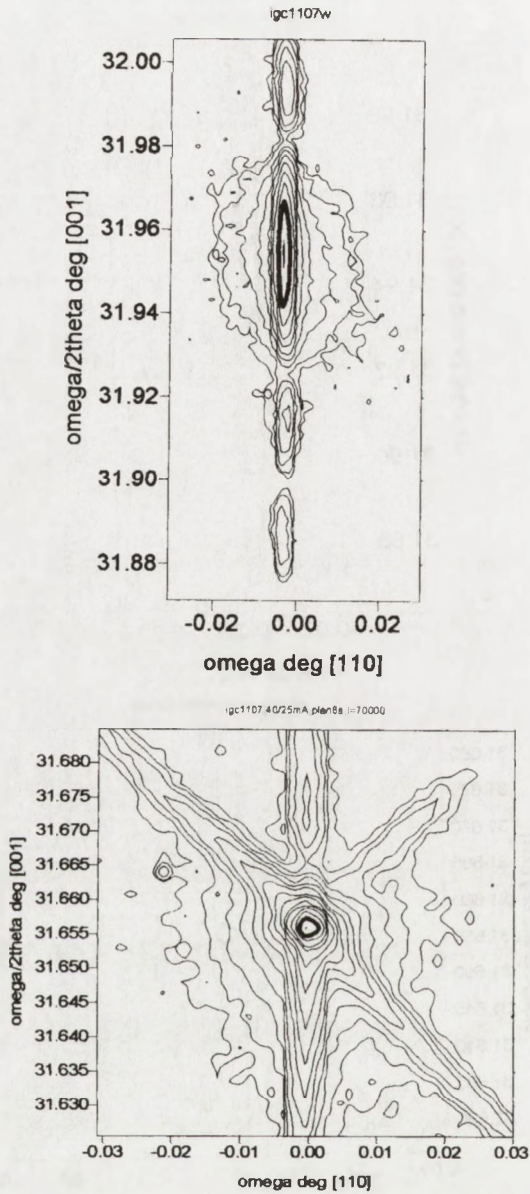
**Fig. 19.** Reciprocal lattice map of epitaxial layer (a) and substrate (b) in goniometric coordinates;  $t_w = 1000 \text{ \AA}$ ; reflection 004; direction [110];  $\text{CuK}_\alpha$ ; the neighbour contours correspond to an intensity ratio 1:2.





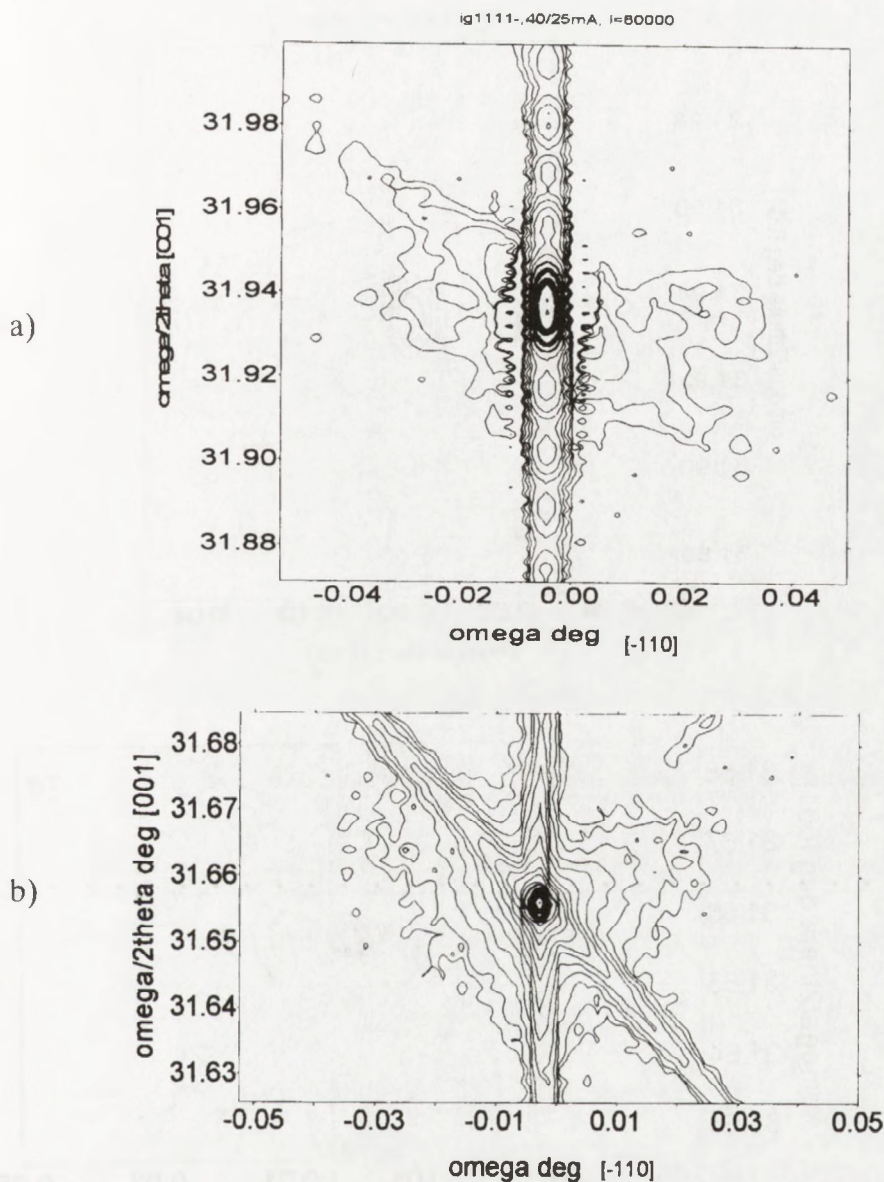
**Rys. 20.** Mapa sieci odwrotnej warstwy epitaksjalnej (a) i podłoża (b) we współrzędnych goniometrycznych;  $t_w = 2000 \text{ \AA}$ ; odbicie 004; azymut [-110];  $\text{CuK}_\alpha$ ; sąsiednie kontury izonateżeń odpowiadają stosunkowi natężeń 1:2.

**Fig. 20.** Reciprocal lattice map of epitaxial layer (a) and substrate (b) in goniometric coordinates;  $t_w = 2000 \text{ \AA}$ ; reflection 004; direction [-110];  $\text{CuK}_\alpha$ ; the neighbour contours correspond to an intensity ratio 1:2.



**Rys. 21.** Mapa sieci odwrotnej warstwy epitaksjalnej (a) i podłoża (b) we współrzędnych goniometrycznych;  $t_w = 2000 \text{ \AA}$ ; odbicie 004; azymut [110];  $\text{CuK}_\alpha$ ; sąsiednie kontury izonateżeń odpowiadają stosunkowi natężeń 1:2.

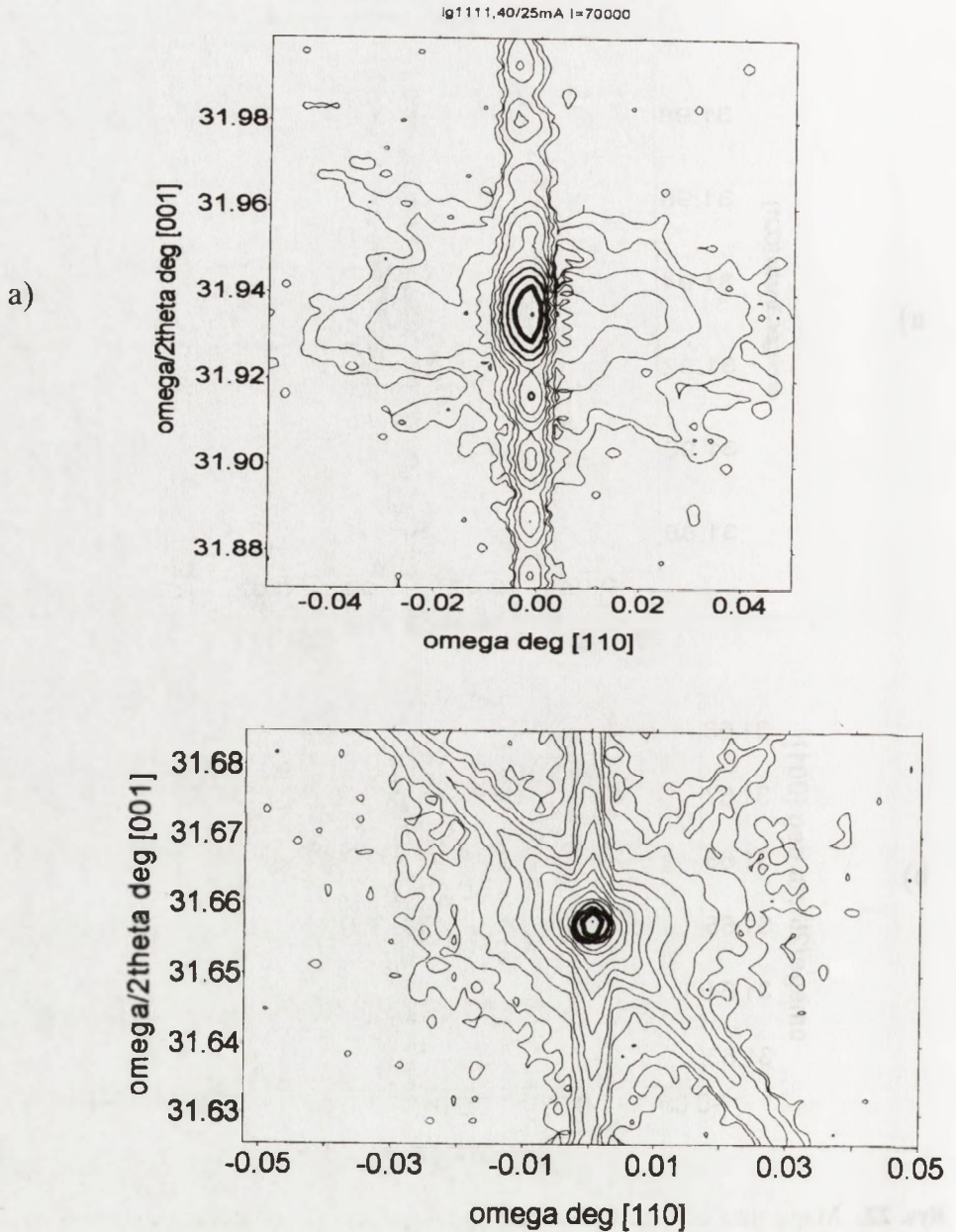
**Fig. 21.** Reciprocal lattice map of epitaxial layer (a) and substrate (b) in goniometric coordinates;  $t_w = 2000 \text{ \AA}$ ; reflection 004; direction [110];  $\text{CuK}_\alpha$ ; the neighbour contours correspond to an intensity ratio 1:2.



**Rys. 22.** Mapa sieci odwrotnej warstwy epitaksjalnej (a) i podłoża (b) we współrzędnych goniometrycznych;  $t_w = 4000 \text{ \AA}$ ; odbicie 004; azymut [-110];  $\text{CuK}_\alpha$ ; sąsiednie kontury izo-natężeń odpowiadają stosunkowi natężeń 1:2.

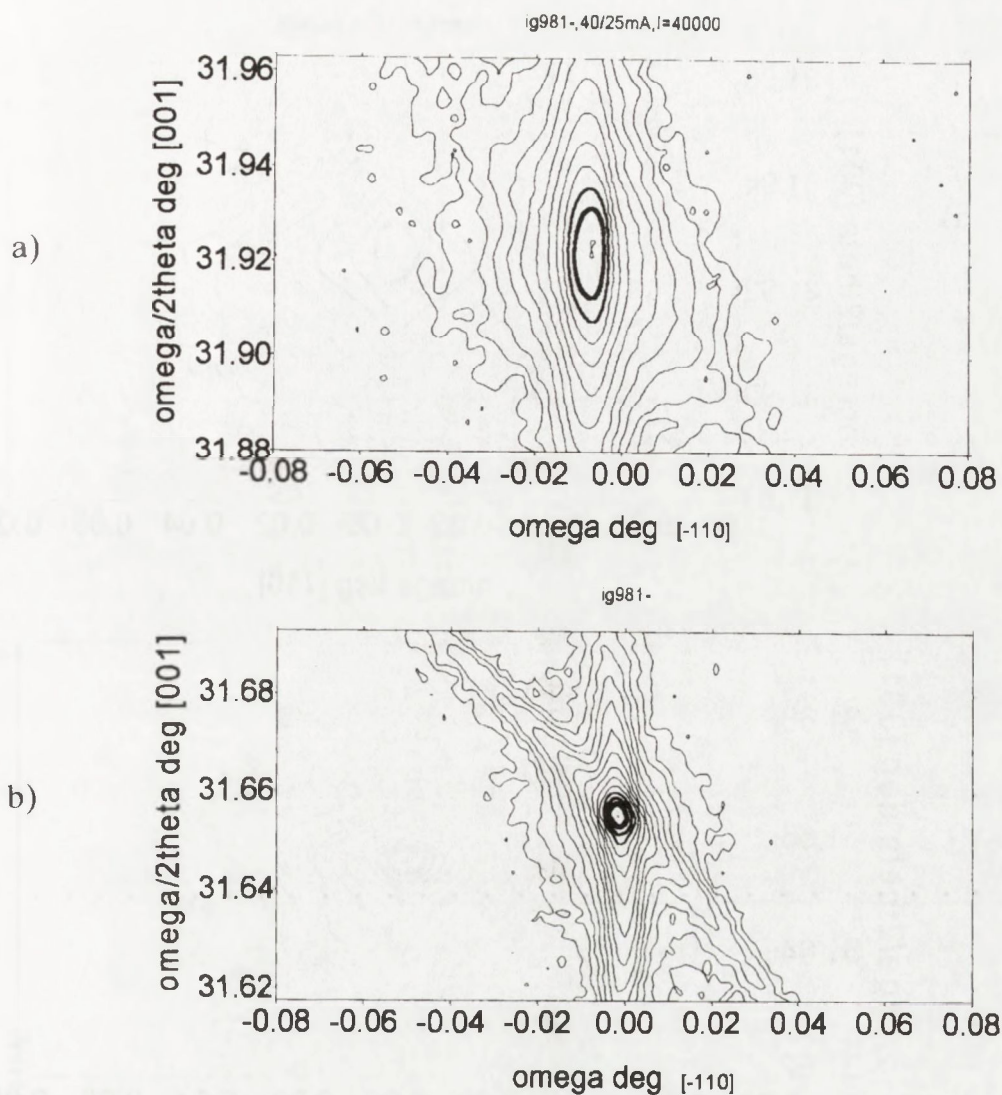
**Fig. 22.** Reciprocal lattice map of epitaxial layer (a) and substrate (b) in goniometric co-ordinates;  $t_w = 4000 \text{ \AA}$ ; reflection 004; direction [-110];  $\text{CuK}_\alpha$ ; the neighbour contours correspond to an intensity ratio 1:2.





**Rys. 23.** Mapa sieci odwrotnej warstwy epitaksjalnej (a) i podłoża (b) we współrzędnych goniometrycznych ;  $t_w = 4000 \text{ \AA}$ ; odbicie 004; azymut [110];  $\text{CuK}_\alpha$ ; sąsiednie kontury izonażeń odpowiadają stosunkowi natężeń 1:2.

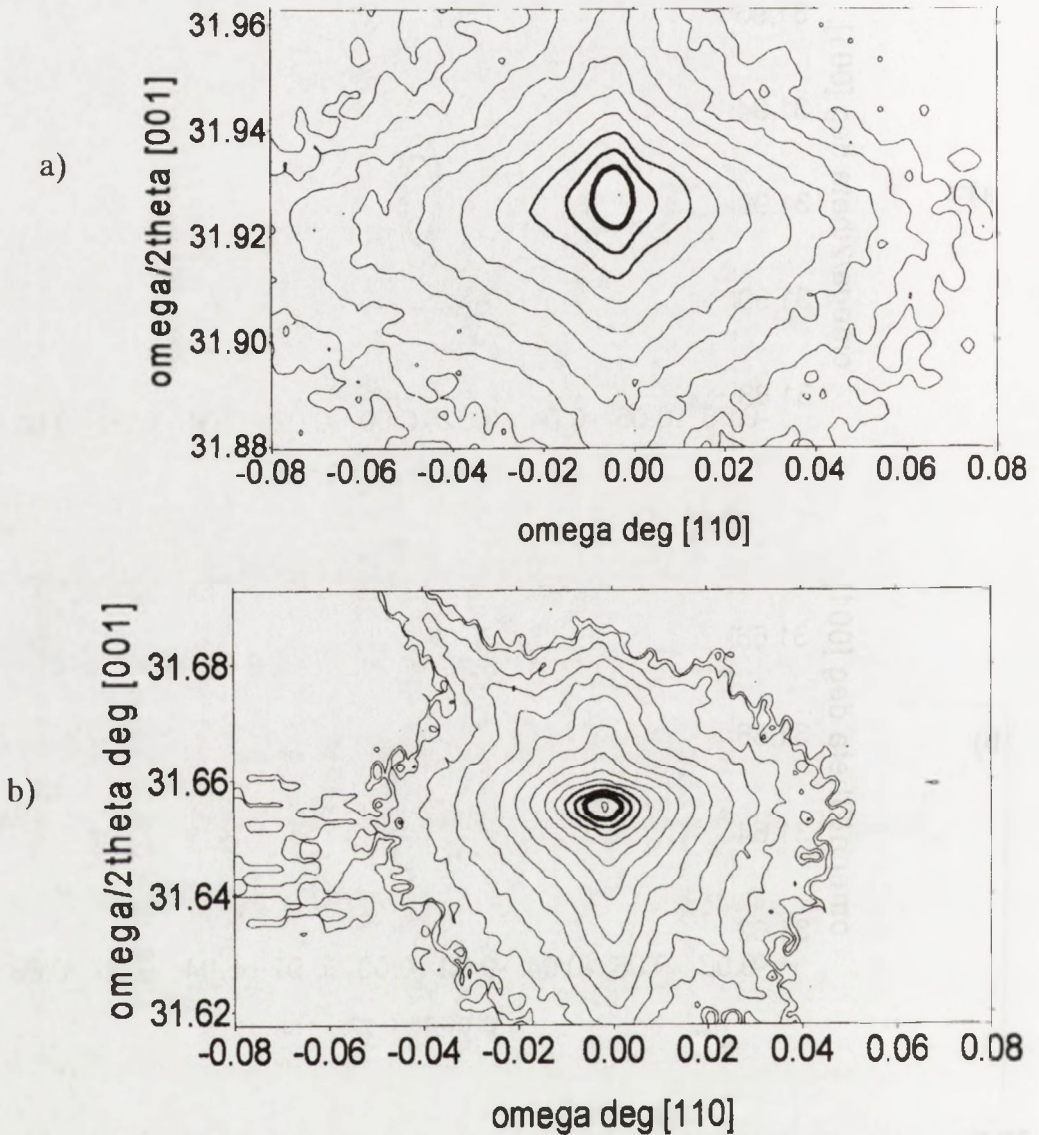
**Fig. 23.** Reciprocal lattice map of epitaxial layer (a) and substrate (b) in goniometric coordinates;  $t_w = 4000 \text{ \AA}$ ; reflection 004; direction [110];  $\text{CuK}_\alpha$ ; the neighbour contours correspond to an intensity ratio 1:2.



**Rys. 24.** Mapa sieci odwrotnej warstwy epitaksjalnej (a) i podłoża (b) we współrzędnych goniometrycznych;  $t_w = 9000 \text{ \AA}$ ; odbicie 004; azymut [-110];  $\text{CuK}_\alpha$ ; sąsiednie kontury izo-natężeń odpowiadają stosunkowi natężeń 1:2.

**Fig. 24.** Reciprocal lattice map of epitaxial layer (a) and substrate (b) in goniometric coordinates;  $t_w = 9000 \text{ \AA}$ ; reflection 004; direction [-110];  $\text{CuK}_\alpha$ ; the neighbour contours correspond to an intensity ratio 1:2.

ig981,40/25mA,I=20000



**Fig. 25.** Mapa sieci odwrotnej warstwy epitaksjalnej (a) i podłoża (b) we współrzędnych goniometrycznych;  $t_w = 9000 \text{ \AA}$ ; odbicie 004; azymut [110];  $\text{CuK}_\alpha$ ; sąsiednie kontury izonażeń odpowiadają stosunkowi natężeń 1:2.

**Fig. 25.** Reciprocal lattice map of epitaxial layer (a) and substrate (b) in goniometric coordinates;  $t_w = 9000 \text{ \AA}$ ; reflection 004; direction [110];  $\text{CuK}_\alpha$ ; the neighbour contours correspond to an intensity ratio 1:2.



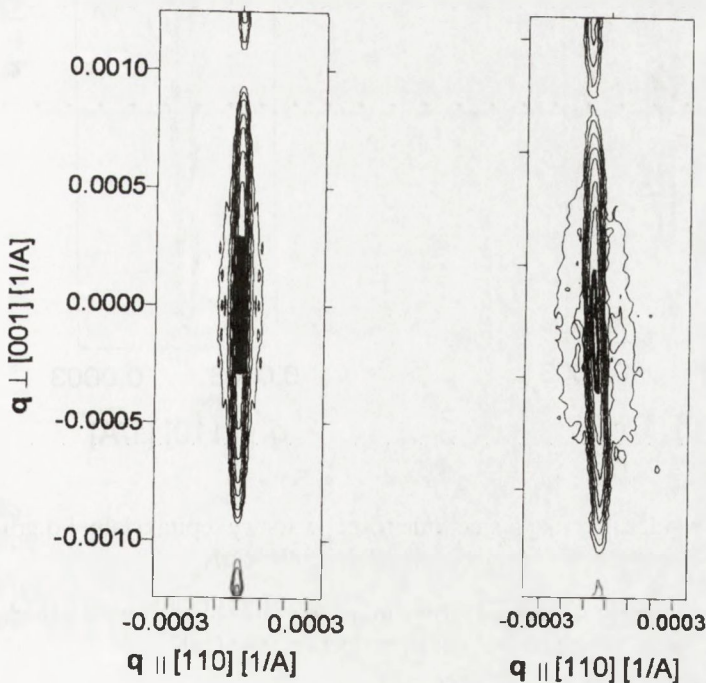
$N_x$  wyznaczono z szerokości połówkowej różniczkowej krzywej odbicia od idealnej warstwy epitaksjalnej. W rozważanym przypadku dla odbicia 004 i promieniowania  $\text{CuK}_\alpha$  szerokość połówkowa wynosi  $\omega = 10$  arc sec i stąd  $N_x = 1,5 \times 10^4 \text{ \AA}$ . Wektor dewiacji  $\bar{q}$  można przedstawić w postaci:

$$\bar{q} = \bar{D} - \bar{h}_{hkl} \quad (38)$$

gdzie:  $\bar{D}$  - wektor dyfrakcji,

$\bar{h}_{hkl}$  - wektor sieci odwrotnej.

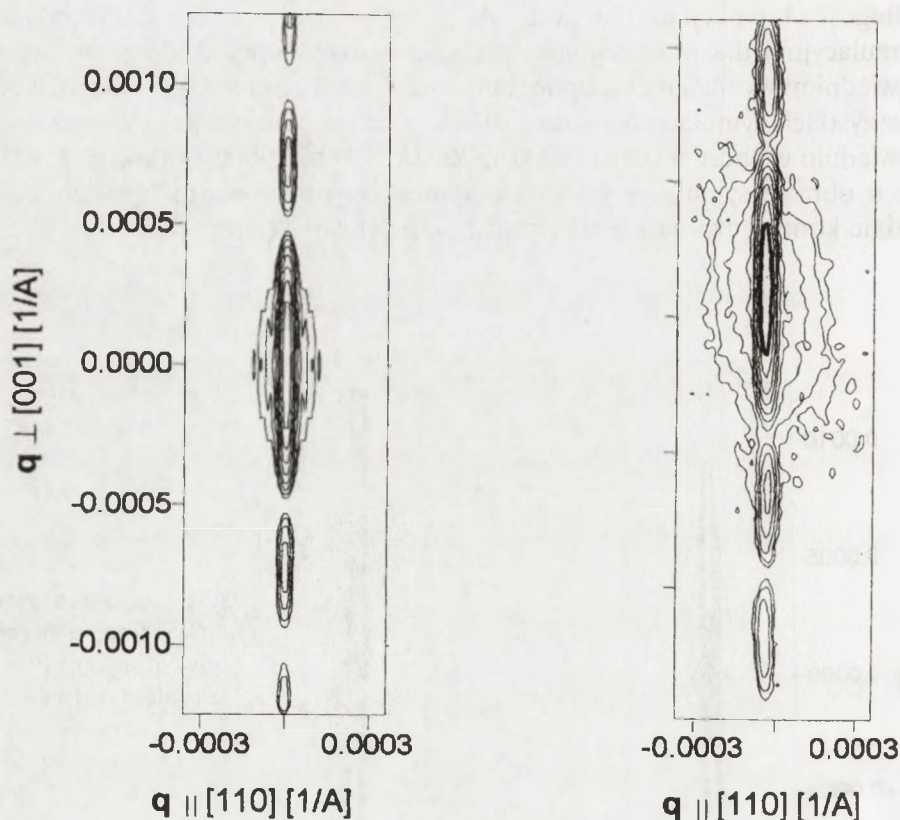
Długość ekstynkcji dla  $\text{In}_{0,47}\text{Ga}_{0,53}\text{As}$   $\tau_{004}^{\text{CuK}\alpha} = 0,68 \mu\text{m}$  (Tab. 2). Wyniki analizy symulacyjnej dla poszczególnej grubości warstwy epitaksjalnej zestawiono z odpowiednimi wynikami eksperymentalnymi i przedstawiono na rysunkach 26-29. Dla wszystkich symulacji  $N_x = 1,5 \times 10^4 \text{ \AA} = \text{const}$ , a w miejscu  $N_z$  podstawiono odpowiednio grubość warstwy: 1000  $\text{\AA}$ , 2000  $\text{\AA}$ , 4000  $\text{\AA}$  i 9000  $\text{\AA}$ . Maksymalne natężenie w obrazie symulacyjnym i eksperymentalnym jest normalizowane do 1, a sąsiednie kontury izo-natężenia przedstawiają stosunek natężenia 1:2.



**Rys. 26.** Symulowana i doświadczalna mapa sieci odwrotnej warstwy epitaksjalnej o grubości  $t_w = 1000 \text{ \AA}$  we współrzędnych sieci odwrotnej; odbicie 004;  $\text{CuK}_\alpha$ .

**Fig. 26.** Simulated and experimental reciprocal lattice maps of epitaxial layer with a thickness of  $t_w = 1000 \text{ \AA}$  in reciprocal lattice co-ordinates; reflection 004;  $\text{CuK}_\alpha$ .

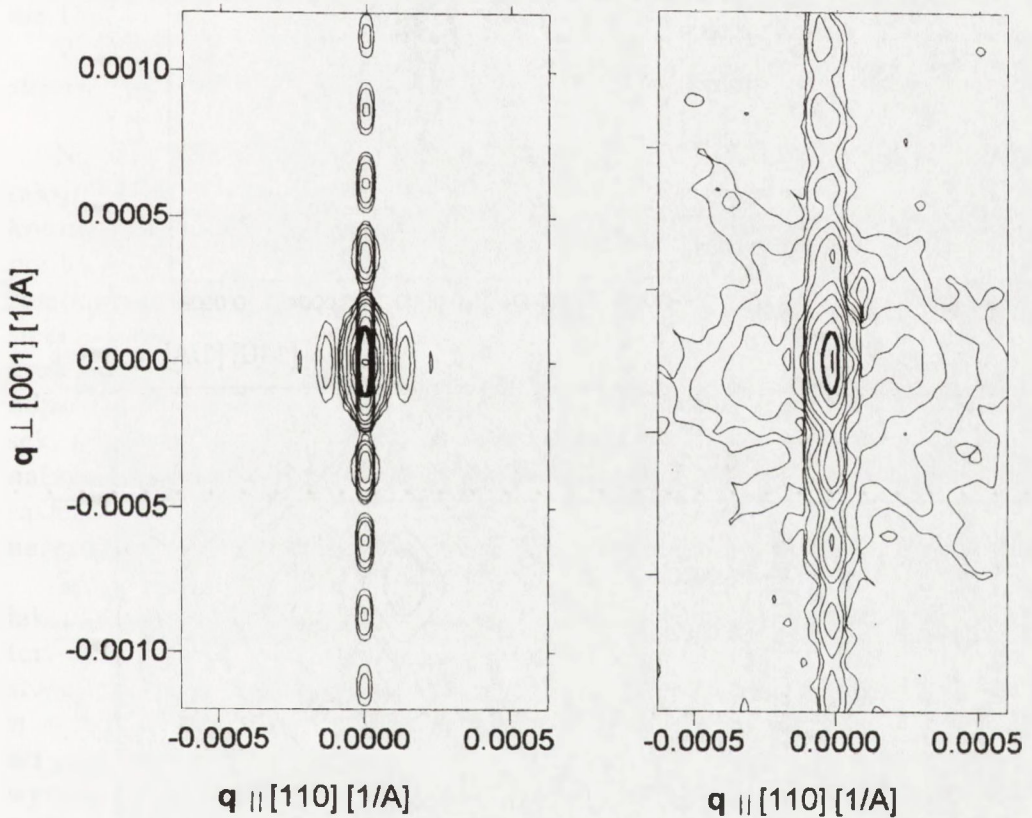
Jak wynika z Rys. 26 i 27 do grubości warstwy  $t_w = 2000 \text{ \AA}$  istnieje dobra zgodność między wynikami analizy symulacyjnej i wynikami doświadczalnymi, tzn. rozkład konturów izonateżeń jest praktycznie identyczny, a badania symulacyjne potwierdzają grubości warstw zamierzone technologicznie (Rys.8). Począwszy od grubości warstwy  $t_w = 4000 \text{ \AA}$  są zauważalne różnice między wynikami symulacyjnymi i doświadczalnymi, zwłaszcza w odniesieniu do poziomu rozpraszania dyfuzyjnego. W przypadku warstwy epitaksjalnej o grubości  $t_w = 4000 \text{ \AA}$  są jeszcze widoczne poboczne maksima interferencyjne, które zanikają całkowicie w doświadczalnym obrazie dyfrakcyjnym warstwy epitaksjalnej o grubości  $t_w = 9000 \text{ \AA}$ .



**Rys. 27.** Symulowana i doświadczalna mapa sieci odwrotnej warstwy epitaksjalnej o grubości  $t_w = 2000 \text{ \AA}$  we współrzędnych sieci odwrotnej; odbicie 004;  $\text{CuK}\alpha$ .

**Fig. 27.** Simulated and experimental reciprocal lattice maps of epitaxial layer with a thickness of  $t_w = 2000 \text{ \AA}$  in reciprocal lattice co-ordinates; reflection 004;  $\text{CuK}\alpha$ .

Przy badaniu warstwy o grubości  $t_w = 9000 \text{ \AA}$  widać także wyraźne anomalie w odbiciu od podłoża dla azymutu  $[110]$  Rys.25b. Obserwuje się mianowicie zanik obydwu dynamicznych pasm, a kontury izonateżeń mają kształt trójkątny. Jednocześnie w obrazie dyfrakcyjnym warstwy występuje największy zasięg rozpraszania dyfuzyjnego  $\Delta\omega = 0,14^\circ$ . Stała sieciowa warstwy  $a_w^\perp$  wyznaczona z map odpowiadających grubościom warstwy  $1000 \text{ \AA}$  i  $2000 \text{ \AA}$  (Rys.18-21) jest stała i wynosi  $a_w^\perp = 5,8203 \text{ \AA}$ . Począwszy od grubości warstwy  $t_w = 4000 \text{ \AA}$  stała sieciowa  $a_w^\perp$  rośnie i w przypadku warstwy o grubości  $t_w = 9000 \text{ \AA}$  wynosi  $a_w^\perp = 5,8246 \text{ \AA}$  (dla kierunku azymutalnego  $[-110]$ ).

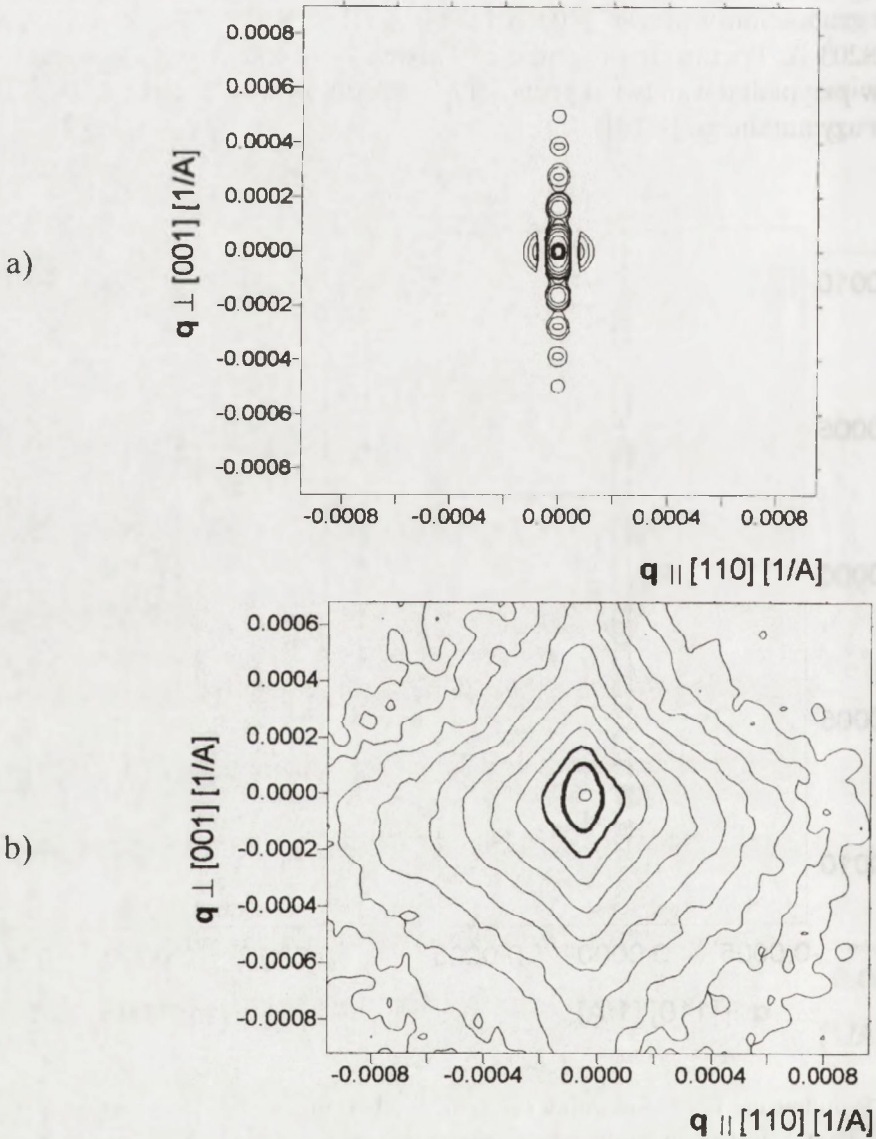


**Rys. 28.** Symulowana i doświadczalna mapa sieci odwrotnej warstwy epitaksjalnej o grubości  $t_w = 4000 \text{ \AA}$  we współrzędnych sieci odwrotnej; odbicie 004;  $\text{CuK}_\alpha$ .

**Fig. 28.** Simulated and experimental reciprocal lattice maps of epitaxial layer with a thickness of  $t_w = 4000 \text{ \AA}$  in reciprocal lattice co-ordinates; reflection 004;  $\text{CuK}_\alpha$ .



Dwuwymiarowe mapy wykonane w odbiciu symetrycznym 004 dla podłoża i warstwy nie dają żadnych informacji o stałej sieciowej warstwy  $a_w''$  niezbędnej do wyznaczenia stopnia relaksacji. Zbadanie stałej sieciowej warstwy  $a_w''$  jest możliwe przy zastosowaniu odbicia asymetrycznego.



Rys. 29. Symulowana (a) i doświadczalna (b) mapa sieci odwrotnej warstwy epitaksjalnej o grubości  $t_w = 9000 \text{ \AA}$  we współrzędnych sieci odwrotnej;  $\text{CuK}_{\alpha}$ .

Fig. 29. Simulated (a) and experimental (b) reciprocal lattice maps of epitaxial layer with a thickness of  $t_w = 9000 \text{ \AA}$  in reciprocal lattice co-ordinates;  $\text{CuK}_{\alpha}$ .

#### 9.4. Wyniki badania warstw epitaksjalnych w asymetrycznym odbiciu 224

Na przekroju sieci odwrotnej [001] [hh0] Rys.4 i 5 zaznaczono węzły sieci odwrotnej odpowiadające odbiciom symetrycznym (002 i 004) oraz odbiciom asymetrycznym (113, 224 i 115), które można zastosować do zbadania struktur epitaksjalnych osadzonych na podłożu InP 001 w przypadku odbiciowym Bragga w promieniowaniu  $\text{CuK}_\alpha$ . Spośród wymienionych odbić asymetrycznych najwłaściwszym do naszych badań jest odbicie 224 ze względu na:

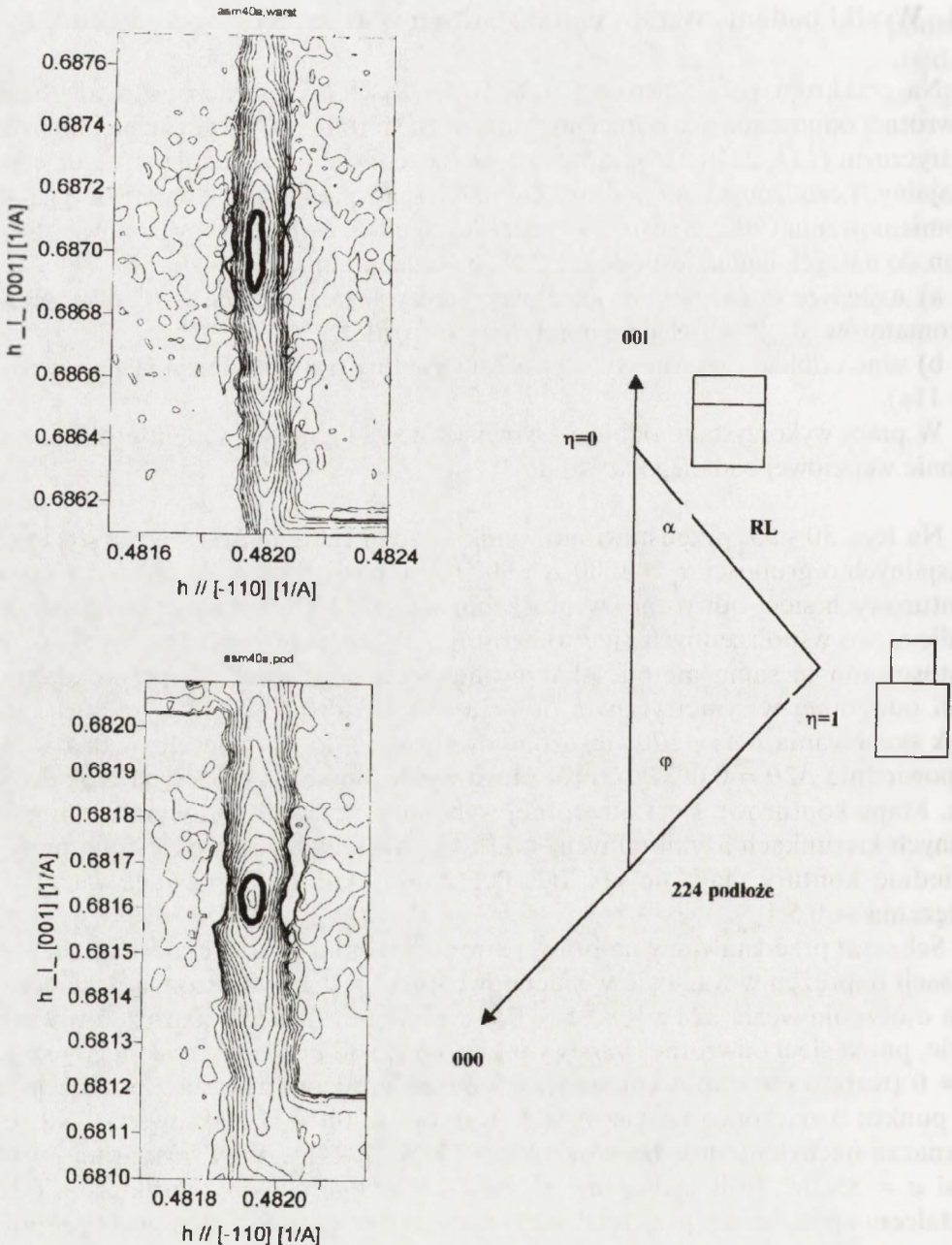
a) najlepsze dopasowanie odległości międzypłaszczyznowej  $d_{224}^{\text{InP}}$  do monochromatorów  $d_{004}^{\text{Ge}}$  w układzie pomiarowym (rozdz.8)

b) silne odbicie - ten sam typ czynnika struktury jak dla odbicia 004 (równanie 11a).

W pracy wykorzystano odbicie asymetryczne 224 z małym kątem poślizgu po stronie wejściowej badanego kryształu.

Na Rys. 30 - 33 przedstawiono wyniki badań rentgenowskich warstw epitaksjalnych o grubości  $t_w = 4000 \text{ \AA}$  i  $9000 \text{ \AA}$  w postaci dwuwymiarowych map konturowych sieci odwrotnej w otoczeniu węzła 224 warstwy epitaksjalnej i podłoża we współrzędnych sieci odwrotnej. W badaniu otoczenia węzła 224 zastosowano tę samą metodę skanowania sieci odwrotnej jak przy badaniu sieci odwrotnej w symetrycznym odbiciu 004 (rozdział 9.3), z tą różnicą, że krok skanowania  $\Delta\omega$  i  $\Delta 2\theta$  zwiększono dwukrotnie do wartości  $\Delta\omega = 0,0016^\circ$  i odpowiednio  $\Delta 2\theta = 0,0032^\circ$ . Oprócz tego wydłużono czas zliczeń na krok do 5 sek. Mapy konturowe sieci odwrotnej wykonano w dwóch wzajemnie ortogonalnych kierunkach azymutalnych  $\langle 110 \rangle$  płytki. Natężenia określone przez sąsiednie kontury mają się jak 1:2. Pogrubiony kontur odpowiada wartości natężenia  $= 0,5 I_{\text{max}}$ .

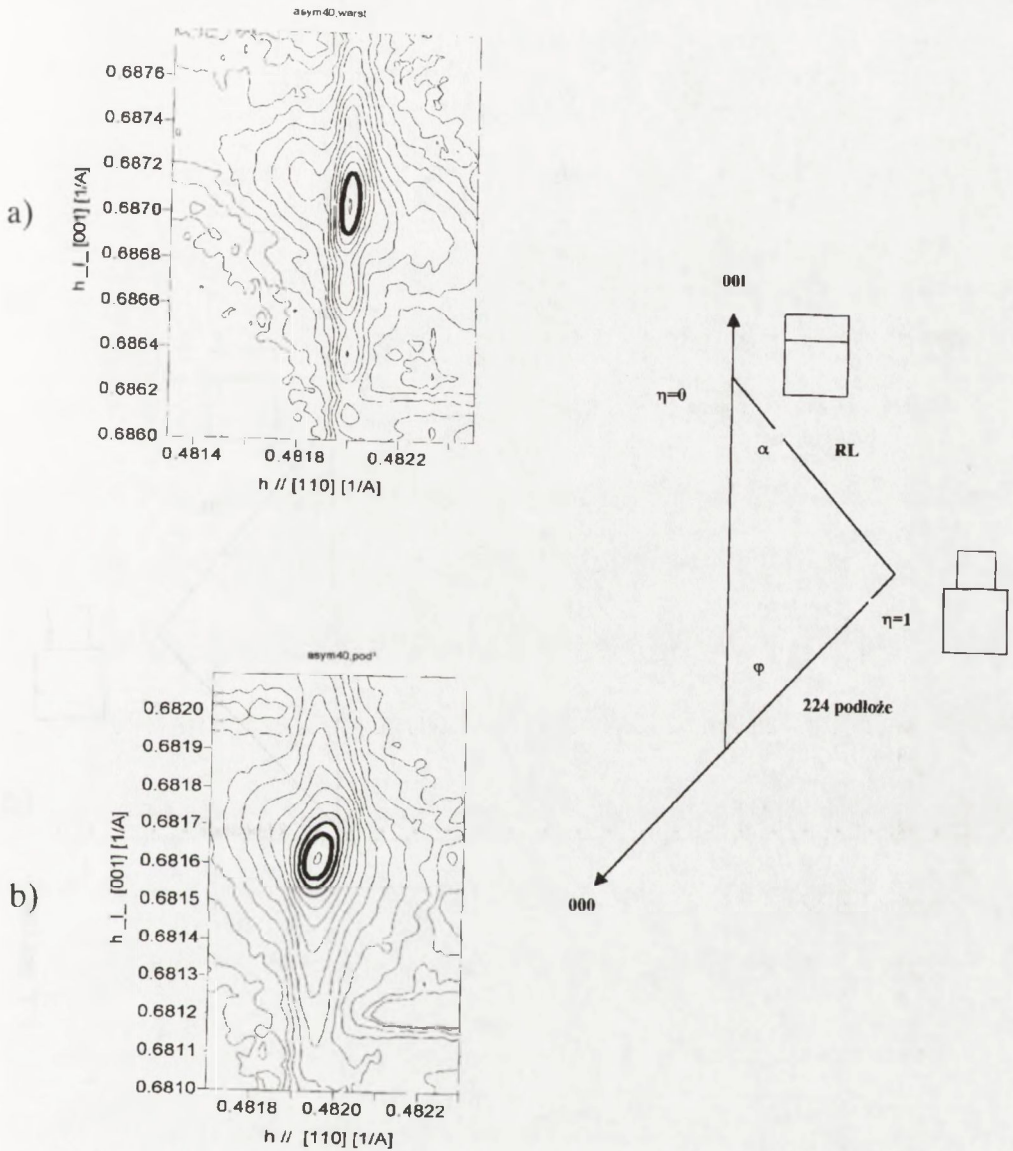
Schemat przedstawiony na prawej stronie rysunku ilustruje mechanizm relaksacji naprężeń w warstwie w sieci odwrotnej i jest powiększonym fragmentem otoczenia węzła 224 z Rys. 4-5. Pod wpływem relaksacji naprężeń w warstwie, punkt sieci odwrotnej warstwy przesuwa się od punktu określonego przez  $\eta = 0$  (warstwa w stanie koherentnych naprężeń, izomorficzna z podłożem), do punktu oznaczonego przez  $\eta = 1$  (warstwa w 100% zrelaksowana). Kąt  $\varphi$  wyznacza nachylenie między kierunkiem [001] i [224] w sieci regularnej i wynosi  $\varphi = 35,26^\circ$ . Jeśli założymy, że model z ortogonalnym charakterem odkształcenia jest słuszny przy relaksacji naprężeń w warstwie (tzn. jest spełnione prawo Hooke'a) to zależność między niedopasowaniami sieciowymi  $\Delta a^{\parallel}/a$  i  $\Delta a^{\perp}/a$  jest liniowa. Węzeł sieci odwrotnej warstwy porusza się w takim przypadku po linii prostej (RL) nachylonej do kierunku 00l pod kątem  $\alpha$ , który można obliczyć z zależności [34] :



**Rys. 30.** Mapa sieci odwrotnej warstwy epitaksjalnej (a) i podłoża (b) we współrzędnych sieci odwrotnej;  $t_w = 4000 \text{ \AA}$ ; odbicie 224; azymut  $[-110]$ ;  $\text{CuK}_\alpha$ ; RL - linia relaksacji.

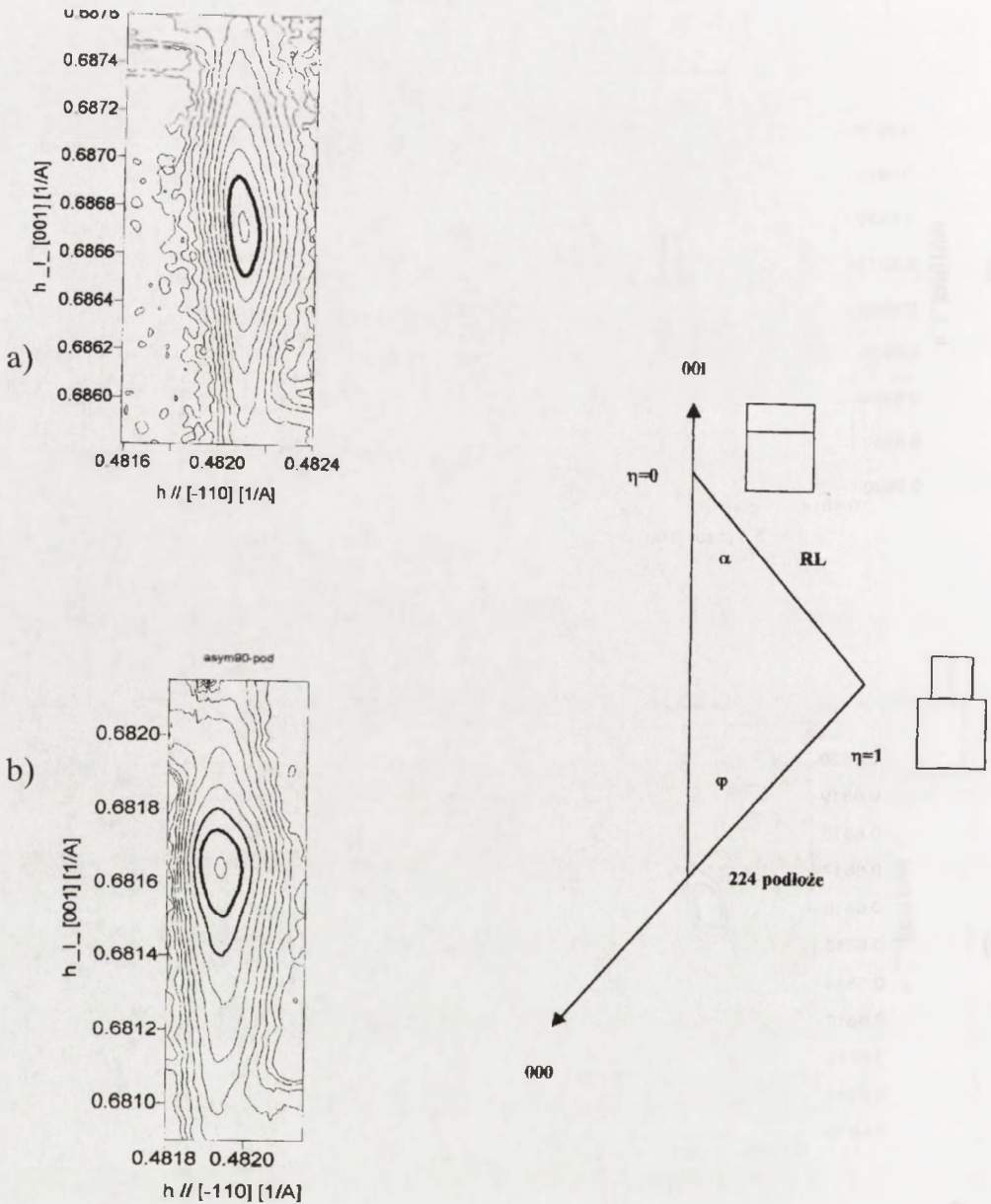
**Fig. 30.** Reciprocal lattice map of epitaxial layer (a) and substrate (b) in reciprocal lattice co-ordinates;  $t_w = 4000 \text{ \AA}$ ; reflection 224; direction  $[-110]$ ;  $\text{CuK}_\alpha$ ; RL - relaxation line.





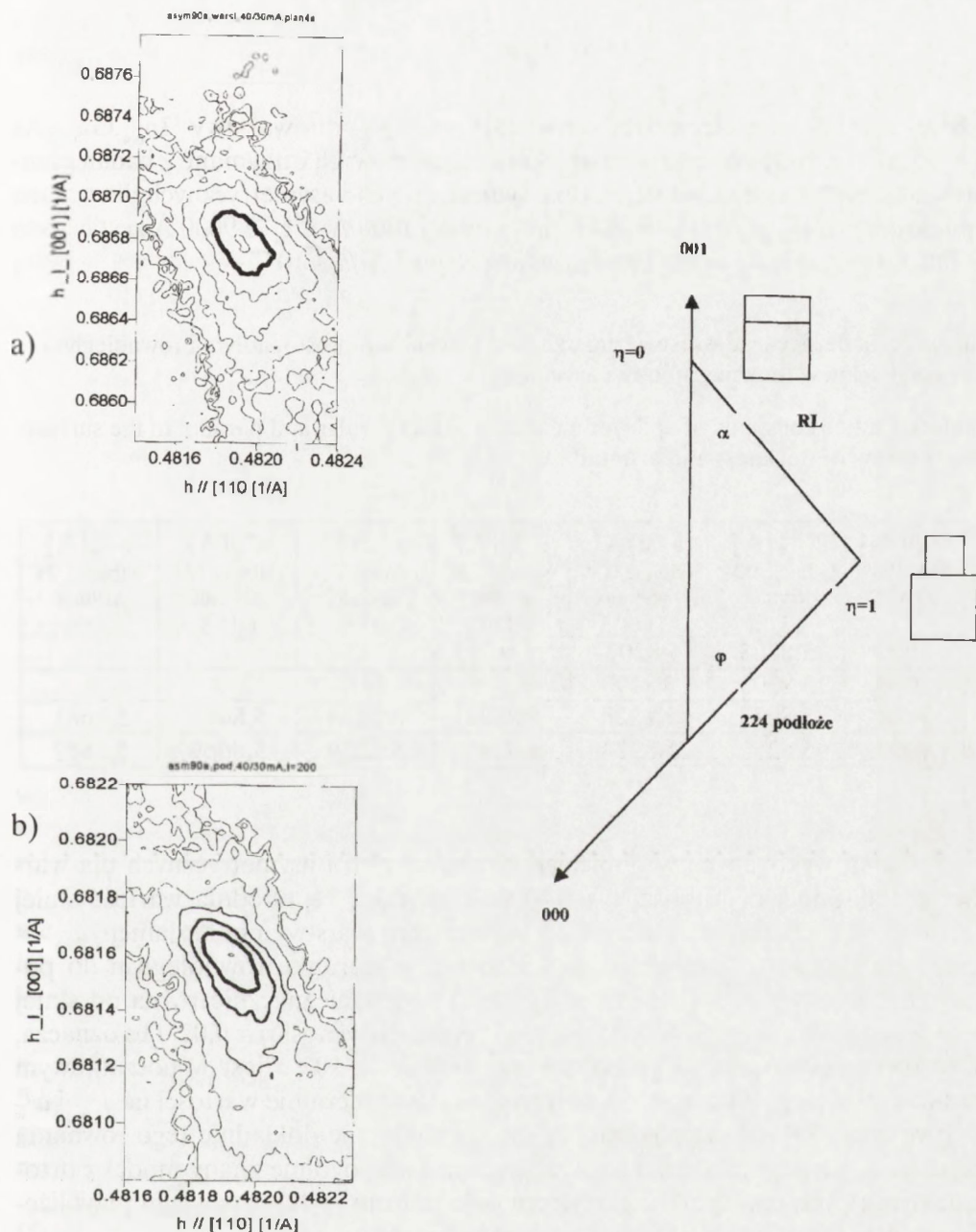
**Rys. 31.** Mapa sieci odwrotnej warstwy epitaksjalnej (a) i podłoża (b) we współrzędnych sieci odwrotnej;  $t_w = 4000 \text{ \AA}$ ; odbicie 224; azymut  $[110]$ ;  $\text{CuK}_\alpha$ ; RL - linia relaksacji.

**Fig. 31.** Reciprocal lattice map of epitaxial layer (a) and substrate (b) in reciprocal lattice co-ordinates;  $t_w = 4000 \text{ \AA}$ ; reflection 224; direction  $[110]$ ;  $\text{CuK}_\alpha$ ; RL - relaxation line.



**Rys. 32.** Mapa sieci odwrotnej warstwy epitaksjalnej (a) i podłoża (b) we współrzędnych sieci odwrotnej;  $t_w = 9000 \text{ \AA}$ ; odbicie 224; azymut  $[-110]$ ;  $\text{CuK}_\alpha$ ; RL - linia relaksacji.

**Fig. 32.** Reciprocal lattice map of epitaxial layer (a) and substrate (b) in reciprocal lattice co-ordinates;  $t_w = 9000 \text{ \AA}$ ; reflection 224; direction  $[-110]$ ;  $\text{CuK}_\alpha$ ; RL - relaxation line.



**Rys. 33.** Mapa sieci odwrotnej warstwy epitaksjalnej (a) i podłoża (b) we współrzędnych sieci odwrotnej;  $t_w = 9000 \text{ \AA}$ ; odbicie 224; azymut  $[110]$ ;  $\text{CuK}_\alpha$ ; RL - linia relaksacji.

**Fig. 33.** Reciprocal lattice map of epitaxial layer (a) and substrate (b) in reciprocal lattice co-ordinates;  $t_w = 9000 \text{ \AA}$ ; reflection 224; direction  $[110]$ ;  $\text{CuK}_\alpha$ ; RL - relaxation line.



$$\operatorname{tg}(\alpha) = \operatorname{tg}(\varphi) \frac{c_{11}}{2c_{12}} \quad (39)$$

gdzie:  $c_{11}$ ,  $c_{12}$  - współczynniki sztywności warstwy; dla warstwy  $\text{In}_{0,47}\text{Ga}_{0,53}\text{As}$   $a = 35,53^\circ$  (Tab. 1). Wyniki pomiarów stałych sieciowych otrzymane z badań przeprowadzonych z zastosowaniem odbić symetrycznych i asymetrycznych dla warstw epitaksjalnych  $\text{In}_{0,47}\text{Ga}_{0,53}\text{As}$  w zakresie grubości  $1000 \text{ \AA} \leq t_w \leq 9000 \text{ \AA}$  zestawiono w Tab.3. Oszacowana dokładność pomiaru wynosi  $\Delta a/a \leq 10^{-4}$ .

**Tabela 3.** Stałe sieciowe warstwy zmierzone w kierunkach prostopadłym i równoległym do powierzchni w funkcji grubości i azymutu.

**Table 3.** Lattice constants of epilayer measured perpendicular and parallel to the surface as a function of thickness and azimuth.

Grubość Warstwy [Å]	$a_w^\perp$ [Å] odbicie 004 azymut [-110]	$a_w^\perp$ [Å] odbicie 004 azymut [110]	$a_w^\perp$ [Å] odbicie 224 azymut [-110]	$a_w^\perp$ [Å] odbicie 224 azymut [110]	$a_w^{\parallel}$ [Å] odbicie 224 azymut [-110]	$a_w^{\parallel}$ [Å] odbicie 224 azymut [110]
1000	5,8203	5,8203-	-	-	-	-
2000	5,8203	5,8198	-	-	-	-
4000	5,8228	5,8228	5,8224	5,8224	5,8681	5,8681
9000	5,8252	5,8224	5,8246	5,8239	5,8669	5,8687

Z badań wykonanych w odbiciach symetrycznych i asymetrycznych dla warstwy epitaksjalnej o grubości  $t_w = 4000 \text{ \AA}$  wynika, że średnia wartość stałej sieciowej w kierunku normalnym do powierzchni warstwy epitaksjalnej  $a_w^\perp = 5,8226 \pm 0,0004 \text{ \AA}$ , natomiast stała sieciowa w kierunku równoległym do powierzchni warstwy  $a_w^{\parallel} = 5,8681 \pm 0,0006 \text{ \AA}$  i jest nieznacznie różna od stałej sieciowej podłoża  $a_p = 5,8687 \text{ \AA}$ . Stopień relaksacji wynosi  $\eta \approx 0,02$  i to oznacza, że warstwa epitaksjalna o grubości  $t_w = 4000 \text{ \AA} \geq 10 t_c$  jest w początkowym stadium relaksacji. Wykorzystując otrzymane doświadczalnie wartości na  $a_w^\perp$  i  $a_w^{\parallel}$  do równania (39) można pokazać, że nie spełniają one dokładnie tego równania co oznacza, że przy relaksacji naprężeń w warstwie, ogólnie znany model z ortogonalnym (tetragonalnym) charakterem odkształcenia tylko z pewnym przybliżeniem opisuje rzeczywisty stan odkształceń w heterozłączu.

Mając wartość niedopasowania sieciowego  $\Delta a^{\parallel}/a$  można także oszacować liniową gęstość dyslokacji niedopasowania  $s^{-1}$  (przy założeniu ich jednorodnego rozkładu w kierunku  $\langle 110 \rangle$ ). W kompensowaniu ww. niedopasowania sieciowego bierze udział składowa krawędziowa  $b_p$ , wektora Burgersa  $60^\circ$  dyslokacji

niedopasowania (rozdział 3). Liniową gęstość dyslokacji niedopasowania można obliczyć ze wzoru:

$$\frac{l}{s} = \frac{\Delta a''}{a} \frac{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}{a_w \cos(\Phi) \cos(\Omega)} \quad (40)$$

gdzie:  $\Delta a''/a$  - niedopasowanie sieciowe w kierunku równoległym do warstwy,  
 $a_w$  - stała sieciowa warstwy epitaksjalnej w stanie nie naprężonym,

$\Phi$  - kąt między kierunkiem wektora Burgersa  $\bar{b}$  dyslokacji niedopasowania i powierzchnią warstwy,

$\Omega$  - kąt między rzutem wektora Burgersa  $\bar{b}$  dyslokacji niedopasowania na płaszczyznę powierzchni warstwy i kierunkiem  $\langle 110 \rangle$  leżącym w płaszczyźnie płytki, hkl - indeks Millera.

W związkach półprzewodnikowych izomorficznych ze strukturą sfalerytu płaszczyzną poślizgu jest płaszczyzna krystalograficzna 111. W przypadku  $60^\circ$  dyslokacji niedopasowania i orientacji płytek [001] kąty  $\Phi$  i  $\Omega$  wynoszą  $45^\circ$ . Wyznaczona z równania (40) liniowa gęstość dyslokacji niedopasowania dla warstwy epitaksjalnej o grubości  $t_w = 4000 \text{ \AA}$  wynosi  $s^{-1} = 9620/\text{cm}$ , czyli średnia odległość między sąsiednimi dyslokacjami jest równa  $\underline{s} \approx 1,0 \text{ \mu m}$ . Z topogramu przedstawionego na Rys.16 wynika znacznie mniejsza średnia liniowa gęstość dyslokacji niedopasowania.

Z danych doświadczalnych dla warstwy epitaksjalnej o grubości  $t_w = 9000 \text{ \AA}$  widać wyraźną zależność  $a''_w$  i  $a^+_w$  od orientacji azymutalnej płytki względem wiązki pierwotnej. Za pomocą równania (7) można pokazać, że do opisu procesu relaksacji naprężeń w warstwie o grubości  $9000 \text{ \AA}$  model z tetragonalnym (lub ortorombowym) odkształceniem jest niewystarczający. Liniowa gęstość dyslokacji niedopasowania wyliczona z równania (40) jest równa  $s^{-1} = 29700/\text{cm}$ , a średnia ich wzajemna odległość  $s = 0,33 \text{ \mu m}$ . Wynik jest zgodny z liniową gęstością dyslokacji niedopasowania zarejestrowaną na topogramie z Rys. 17.

Z badań wykonanych w kierunku azymutalnym [110], okazało się, że stała sieciowa warstwy mierzona w kierunku równoległym do powierzchni próbki  $a''_w = 5,8687 \text{ \AA}$ . Wynika stąd, że stopień relaksacji  $\eta$  [110] = 0. Jednak badania topograficzne pokazały, że gęstość liniowa dyslokacji niedopasowania dla obydwu kierunków azymutalnych jest praktycznie porównywalna.

Wyróżniającą się cechą warstwy o grubości  $t_w = 9000 \text{ \AA}$  badanej w odbiciu 004 i azymucie [110] (Rys.25) jest duży poziom rozpraszania dyfuzyjnego w otoczeniu węzła sieci odwrotnej warstwy oraz  $\nabla$ -podobny kształt konturów izo-natężenia na mapie sieci odwrotnej podłoża. Podobny rozkład natężenia wokół węzła sieci odwrotnej podłoża był analizowany w pracy [6], a wyczerpującą interpretację takiego rozkładu natężenia można znaleźć w pracy [34]. Według tej ostatniej



$\nabla$ -podobny kształt konturów izo-natężenia wynika z gradientu odkształceń w kierunku normalnym do powierzchni płytki oraz struktury mozaikowej kryształu.

W celu wyjaśnienia niezwykłego rozkładu natężenia promieniowania wokół węzła 004 podłoża i warstwy epitaksjalnej o grubości 9000 Å (Rys.25) posłużono się rozważaniem Kavanagha [35] dotyczącym wpływu rozkładu wektorów Burgersa w 60° dyslokacjach niedopasowania na rozkład odkształceń w warstwie. Z tetraedru Thompsona wynika, że dana linia dyslokacji ma wektor Burgersa skierowany w jednym spośród 4 możliwych kierunków  $\langle 101 \rangle$ , który akomoduje niedopasowanie sieciowe między podłożem i warstwą za pomocą składowej krawędziowej  $\bar{b}_r$  (patrz rozdz.3). Jeśli ograniczymy liczbę kierunków wektora Burgersa do dwóch to rośnie odpowiednio prawdopodobieństwo wystąpienia jednakowych kierunków dla składowych  $\bar{b}_n$  w dwóch różnych liniach dyslokacyjnych. W końcu gdy w danym kierunku azymutalnym wystąpią tylko linie dyslokacyjne z jednym kierunkiem wektora Burgersa powstaną rozległe naprężenia ze składową normalną do heterozłącza. Wynika to z własności 60° dyslokacji dla której składowa krawędziowa wektora Burgersa  $\bar{b}_n = \bar{b} \cdot 2^{1/2}$ .

Taki układ 60° dyslokacji niedopasowania wytwarza lokalną krzywiznę płaszczyzn sieciowych 00l. Lokalna krzywizna płaszczyzn sieciowych wytwarza gradient odkształceń w kierunku promienia krzywizny (który praktycznie jest kolinearny z kierunkiem normalnym do powierzchni próbki) i przyczynia się do powstania rozpraszania dyfuzyjnego z rozkładem wydłużonym w kierunku  $[110]$ . Wydłużony kształt konturów izo-natężenia w kierunku  $\langle 110 \rangle$  w odbiciu od podłoża (Rys.25b) świadczy o wygięciu podłoża i dzięki wygięciu jest możliwe dopasowanie stałej sieciowej równoległej do granicy w podłożu  $a''_p$  i warstwie  $a''_w$  częściowo także przez wygięcie.

Jeśli natomiast w danym kierunku azymutalnym  $\langle 110 \rangle$  pojawią się linie dyslokacyjne z różnymi kierunkami wektora Burgersa tzn. z taką samą składową krawędziową  $\bar{b}_r$ , ale różną co do znaku składową krawędziową  $\bar{b}_n$ , jest możliwe zminimalizowanie naprężenia działającego prostopadle do granicy i utworzenie granicy płaskiej. Taki układ dyslokacji charakteryzuje się małym poziomem rozpraszania dyfuzyjnego w otoczeniu odbicia od warstwy epitaksjalnej (Rys.24a) oraz typowym dla nie odkształconego podłoża rozkładem konturów izo-natężenia (porównaj 24b i 15b). Wyżej opisane granice mogą być utworzone tylko w obecności kilku aktywnych źródeł dyslokacji, ponieważ jedno źródło dyslokacji jest w stanie wygenerować wyłącznie dyslokacje z takim samym wektorem Burgersa.

Analizując całokształt wyników przedstawionych w rozdziale 9.3 i 9.4 można stwierdzić, że zbadane warstwy epitaksjalne  $\text{In}_{0.47}\text{Ga}_{0.53}\text{As}$  osadzone na podłożu  $\text{InP}$   $[001]$  są koherentne sieciowo z podłożem (izomorficzne) do grubości  $t_w = 2000$  Å. Stała sieciowa warstwy zmierzona w kierunku prostopadłym do granicy dla warstw o grubości  $t_w = 1000$  Å i 2000 Å jest stała i równa się  $a^L_w = 5,8203$  Å. Wyznaczona z równania (3a) stała sieciowa warstwy w stanie nie



odkształconym ma wartość  $a = 5,844 \text{ \AA}$  i na tej podstawie można (przy zastosowaniu reguły Vegarda) wyznaczyć stężenie indu w warstwie, które wynosi  $x = 47\%$  i z dokładnością do  $1\%$  zgadza się ze stężeniem zamierzonym technologicznie.

Za pomocą topograficznych badań stwierdzono, że dyslokacje niedopasowania w kierunkach  $\langle 110 \rangle$  pojawiają się w warstwach o grubości  $t_w \geq 10 t_c$ , a ich liniowa gęstość wzrasta ze wzrostem grubości warstwy epitaksjalnej. Jednocześnie stwierdzono, że na mapach sieci odwrotnej pojawia się rozpraszanie dyfuzyjne z wydłużonym rozkładem wzdłuż kierunków  $\langle 110 \rangle$ . Z porównań stałych sieciowych warstw  $a_w^\perp$  i  $a_w^{\parallel}$  zamieszczonych w Tab.3. wynika, że proces relaksacji naprężeń zaczyna się począwszy od grubości  $t_w = 4000 \text{ \AA}$  oraz, że model ortogonalnego (tetragonalnego) odkształcenia w warstwie przy relaksacji naprężeń jest nie do przyjęcia (równanie 39). Potwierdzają to także pomiary wykonane dla warstwy o grubości  $t_w = 9000 \text{ \AA}$  z których widać, że podłoże z warstwą się wygina. O wygięciu świadczą  $\nabla$  podobne kontury izo-natężenia obserwowane w otoczeniu węzła 004 podłoża. Takiemu wygięciu mogą sprzyjać  $60^\circ$  dyslokacje niedopasowania z jednym rodzajem wektora Burgersa. Wygięcie płaszczyzn sieciowych 001 (lub ich lokalne nachylenie) względem osi równoległej do linii dyslokacyjnej przyczynia się do powstania rozpraszania dyfuzyjnego. Pomimo takiej samej liniowej gęstości dyslokacji niedopasowania w dwóch ortogonalnych kierunkach  $\langle 110 \rangle$  jest możliwe różne natężenie rozpraszania dyfuzyjnego.

## 10. PODSUMOWANIE I WNIOSKI

W pracy zbadano własności strukturalne trójskładnikowej warstwy epitaksjalnej  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  osadzonej na podłożu InP 001 przy stałym stężeniu indu  $x = 47\%$  w funkcji jej grubości. Niedopasowanie sieciowe między podłożem i warstwą przy danym stężeniu In jest równe  $\Delta a/a = 4,20 \cdot 10^{-3}$ . Badany zakres grubości warstwy od  $1000 - 9000 \text{ \AA}$  leży powyżej grubości krytycznej, która dla badanej heterostruktury zgodnie z równaniem (5) wynosi  $t_c = 380 \text{ \AA}$ . Przyjęte warunki eksperymentalne pozwoliły na zbadanie własności strukturalnych warstw epitaksjalnych z pełnym odkształceniem koherentnym oraz stanu heterostruktury typowego dla relaksacji naprężeń w warstwach.

Za pomocą transmisyjnych badań topograficznych stwierdzono, że liniowe segmenty dyslokacji niedopasowania pojawiają się dla grubości warstw  $t_w > 10 t_c$ . Pokazano, że w relaksacji biorą udział dyslokacje niedopasowania z kierunkami linii dyslokacji wzdłuż dwóch ortogonalnych kierunków  $\langle 110 \rangle$  leżących w płaszczyźnie (001) równoległej do powierzchni próbki. Liniowa gęstość dyslokacji niedopasowania wzrasta ze wzrostem grubości warstwy. Nie stwierdzono większych

różnic w liniowej gęstości dyslokacji niedopasowania dla różnych kierunków azymutalnych.

Zastosowanie trójkrystalicznego dyfraktometru *TCD* umożliwiło uzyskanie szerokiej informacji o realnej strukturze badanych warstw epitaksjalnych  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  w zakresie grubości  $1000 \text{ \AA} \leq t_w \leq 9000 \text{ \AA}$ . Zmierzono przede wszystkim dwuwymiarowy rozkład natężenia promieniowania wokół punktów sieci odwrotnej 004 i 224 dla warstwy i podłoża z dużą zdolnością rozdzielczą  $10^{-4} \text{ \AA}^{-1}$  i małym poziomem tła 1-3 imp/sek. Dzięki temu był możliwy pomiar stałych sieciowych warstwy  $a_w^\perp$  i  $a_w^{\parallel}$  oraz podłoża  $a_p$  i rozpraszania dyfuzyjnego pochodzący od dyslokacji niedopasowania w warstwach epitaksjalnych.

Zarówno rentgenowskie badania topograficzne, jak i dyfraktometryczne pomiary stałych sieciowych warstwy w kierunku prostopadłym  $a_w^\perp$  i równoległym  $a_w^{\parallel}$  do powierzchni płytki oraz symulacje dwuwymiarowych rozkładów natężenia promieniowania w otoczeniu węzła 004 warstwy potwierdzają, że relaksacja naprężeń w warstwach rozpoczyna się od grubości  $t_w \geq 10 \cdot t_c$ . Obliczono średnią liniową gęstość dyslokacji niedopasowania dla warstwy epitaksjalnej o grubości  $t_w = 4000 \text{ \AA}$  oraz  $t_w = 9000 \text{ \AA}$  i otrzymano odpowiednio  $s^{-1} = 9620 \text{ cm}^{-1}$  i  $s^{-1} = 29700 \text{ cm}^{-1}$ . Ostatnia wartość zgadza się z szacowaną liniową gęstością dyslokacji z badań topograficznych. Rozkłady rozpraszania dyfuzyjnego na mapach sieci odwrotnej 004 w otoczeniu węzła sieci odwrotnej warstwy i podłoża, odpowiadające dwóm różnym kierunkom azymutalnym  $\langle 110 \rangle$  są dla warstwy epitaksjalnej o grubości  $t_w = 9000 \text{ \AA}$  wyraźnie różne, natomiast liniowa gęstość dyslokacji niedopasowania wyznaczona z badań topograficznych wykonanych dla dwóch różnych kierunków azymutalnych jest praktycznie porównywalna. Wynika stąd wniosek, że natężenie rozpraszania dyfuzyjnego nie jest bezpośrednią miarą liniowej gęstości dyslokacji.

W celu wyjaśnienia anizotropii w rozkładzie rozpraszania dyfuzyjnego przyjęto hipotezę Kavanagha [35] o rozkładzie różnych wektorów Burgersa w  $60^\circ$  dyslokacjach niedopasowania. Przyjęte założenie wyjaśnia, także powstanie lokalnych krzywizn płaszczyzn sieciowych 001 oraz gradientu odkształceń w podłożu.

Znana z literatury definicja stopnia relaksacji warstwy  $\eta = (\Delta a_w^\perp/a) / (\Delta a/a)$  zawodzi i jest poprawna tylko przy założeniu, że proces relaksacji może być opisywany za pomocą tetragonalnego (ortorombowego) odkształcenia.

Zgodnie z doniesieniami literaturowymi [18] potwierdzono fakt, że proces relaksacji w trójskładnikowych warstwach epitaksjalnych  $\text{InGaAs}$  startuje znacznie powyżej grubości krytycznej  $t_c$  (obliczonej z równań Matthews-Blaqueslee). Opór hamujący ruch dyslokacji w omawianych warstwach wynika z ich dużego potencjału Peierlsa oraz umocnienia sieci  $\text{GaAs}$  przez domieszkę indu.

Przed osadzeniem warstwy epitaksjalnej zbadano morfologiczne i strukturalne własności płytek podłożowych  $\text{InP}$  [001]. Pokazano, że kinematyczna dyfrakcja na mapie sieci odwrotnej  $\text{InP}$  004 jest czułą miarą defektów (odkształceń) siecio-



wych w pobliżu powierzchni podłoża powstałych podczas obróbki mechanicznej kryształu podłożowego. Za pomocą reflektometrii rentgenowskiej zbadano szorstkość podłoża oraz obecność zanieczyszczeń powierzchni w skali nanometrowej.

Zastosowany w pracy układ dyfraktometru trójkryształicznego zapewnił realizację eksperymentalnych zadań niniejszej pracy.

## BIBLIOGRAFIA

- [1] Fang S.F., Adoni K., Iyer S., Morkoc H., Zabel H., Choi C., Otsuka N.: Gallium arsenide and other component semiconductor on silicon. *J.Appl.Phys.* 68, 1990, R31
- [2] Riglet P., Sauvage M., Petroff J.F., Epelboin Y.: Synchrotron-radiation plane-wave topography. II.Comparison between experiments and computer simulations for misfit dislocations images. *Phil.Mag.* A42, 1980, 3393
- [3] Wierzchowski W.: Double-crystal topographic investigation of misfit dislocations in silicon epitaxial layers. *Phys.Stat.Sol.* A57, 1985, 77
- [4] Charniy L.A., Morozov A.N., Bublik V.T., Scherbachev K.D., Stepantsova I.V., Kaganer V.M.: Study of microdefects and their distribution in dislocation free Si-doped HB GaAs by x-ray diffuse scattering on triple-crystal diffractometer. *J.Crystal Growth* 118, 1992, 163-175
- [5] Lomov A.A., Zaumseil P., Winter U.: Characterization of process-induced defects in silicon with triple-crystal diffractometry. *Acta Cryst.* A41, 1985, 223-227
- [6] Goorsky M.S., Meshkinpour M., Streit D.C., Block T.R.: Diffuse x-ray scattering from misfit dislocations at semiconductor hetero-interfaces. *J.Phys.D:Appl.Phys.* 28, 1995, A92-A96
- [7] Koppensteiner E., Schuh A., Bauer G., Holy V., Watson G.P., Fitzgerald E.A.: Determination of threading dislocation density in hetero-epitaxial layers by diffuse x-ray scattering. *J.Phys.D: Appl.Phys.* 28, 1995, A114-A119
- [8] Holy V., Li J.H., Bauer G., Schaffler F., Herrzog H.J.: Diffuse x-ray scattering from misfit dislocations in SiGe epitaxial layers with graded Ge content. *J.Appl.Phys.* 78, 1995, 5013-5021
- [9] Kaganer V.M., Opitz R., Schmidbauer M., Köhler R., Jenichen B.: X-ray diffraction peak profiles from heteroepitaxial structures with misfit dislocations. *Il Nuovo Cimento* 19, 1997, 285-292
- [10] Holy V., Wolf K., Kastner M., Stanzl H., Gebhardt W.: X-ray triple-crystal diffractometry of defects in epitaxial layers. *J.Appl.Cryst.* 27, 1994, 551-557
- [11] Bennet B.R., del Alamo J.A.: Orthorhombic distortion of mismatched  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{InP}$  heterostructures. *J.of Electr. Mat.* 20, 1991, 1075-1079
- [12] Bartels W.J., Nijman W.: X-ray double-crystal diffractometry of  $\text{Ga}_{1-x}\text{Al}_x\text{As}$  epitaxial layers. *J.Cryst.Growth* 44, 1978, 518-525



- [13] Kidd P., Fewster P.F., Andrew N.L.: Interpretation of the diffraction profile resulting from strain relaxation in epilayers. *J.Phys. D: Appl. Phys.* 28, 1995, A133-138
- [14] Matthews J.W., Blakeslee A.E.: Defects in epitaxial multilayers. *J.Cryst.Growth* 27, 1974, 118-125
- [17] Hornstra J., Bartels W.J.: Determination of the lattice constant of epitaxial layers of III-V compounds. *J.Cryst.Growth* 44, 1978, 513-517
- [18] Mitchell T.E., Unal O.: Dislocations arrangements in GaAs/Ga<sub>1-x</sub>In<sub>x</sub>As multilayers grown on (001), (111) and (112) substrates. *J.of Electr.Mat.* 20, 1991, 723-733
- [19] Matthews J.W., Blakeslee A.E., Mader S.: Use of misfit strain to remove dislocations from epitaxial thin films. *Thin Sol. Films* 33, 1976, 253-266
- [20] Teng D., Lo Y.H.: *Appl.Phys.Lett.* 62, 1993, 43
- [21] Gale R.P., Mc Clelland R.W., Fan J.C.C., Bozler C.O.: *Appl.Phys.Lett.* 4, 1, 1982, 545
- [22] Gaca J., Wójcik M.: X-ray diffractometric characterization of the GaAsP/GaAs and InGaAs/GaAsP superlattices grown of offcut GaAs(001) substrate by means of reciprocal space mapping. *Appl.Phys. Lett.* 65, 8, 1994, 977-979
- [23] Luger P.: *Rentgenografia strukturalna monokryształów.* Warszawa: PWN 1989
- [24] Pinsker E.G.: *Dinamičeskoe rassejanie rentgenovskich lučej v idealnykh kristallach.* Moskva: Nauka 1974
- [25] Stiepanov S.: Grazing incidence x-ray diffraction, III Autumn School on X-ray Scattering from Surfaces and Thin Films. Smolenice-Slovakia, 1-4.X.1997
- [26] Stanglmeier F., Lengeler B., Weber W. Gobel H., Schuster M.: Determination of dispersive correction  $f'''(E)$  to the atomic form factor from x-ray reflection. *Acta Cryst.* A48, 1992, 626-639
- [27] Iida A., Kohra K.: Separate measurements of dynamical and kinematical X-ray diffractions from silicon crystals with a triple crystal diffractometer. *Phys.Stat.Sol.* 51, 1979, 533-542
- [28] Bonse U., Hart M.: Tailless x-ray single crystal reflection curves obtained by multiple reflection. *Appl.Phys.Lett.* 7, 1965, 238-240
- [29] Zaumseil P., Winter U.: Triple crystal diffractometer investigations of silicon crystals with different collimator-analyzer arrangements. *Phys.Stat.Sol.* 70, 1982, 497-505
- [30] Sass J.: Analiza możliwości zastosowania wysokorozdzielczej dyfraktometrii rentgenowskiej do badań parametrów strukturalnych warstw epitaksjalnych i supersieci. *Materiały Elektroniczne* 22, 1994, 19-33
- [31] Mazur K., Sass J., Eichhorn F: X-ray high resolution diffraction and reflectivity studies of defects related to the mechanical treatment of NdGaO<sub>3</sub>. *J.Phys.: Condensed Matter* 10, 1998, 6065-6071
- [32] Sass J., Mazur K., Gładki A., Turos A., Eichhorn F.: Reciprocal space mapping and reflectivity investigations of epi-ready InP substrate. *Phys. Stat. Sol.* A171, 1999, 395-401
- [33] Sass J., Mazur K., Strupiński W. Jabłoński R.: Reciprocal space mapping of the dislocation related x-ray diffuse scattering in In<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>As/InP. *J. of Alloys & Comp.* (w druku)

- [34] Heinke H., Möller M.O., Hommel D., Landwehr G.: Relaxation and mosaicity profiles in epitaxial layers studied by high resolution x-ray diffraction. *J. Cryst.Growth* 135, 1994, 41-52
- [35] Kavanagh K.L., Capano M.A., Hobbs L.W., Barbour J.C., Maree P.M.J., Schaff W., Mayer J.W., Pettit D., Moodall J.M., Stroscio J.A., Feenstra R.M.: Asymmetries in dislocation densities, surface morphology, and strain of GaInAs/GaAs single heterolayers. *J. Appl. Phys.* 64, 1988, 4843-4852

## **X-RAY DIFFRACTION ANALYSIS OF THE COHERENCY STRAIN IN SEMICONDUCTOR A<sup>III</sup>B<sup>V</sup> LAYER STRUCTURES**

### **SUMMARY**

In this work a structural properties of the  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  epilayer grown on (001)InP substrate have been investigated as a function of its thickness, keeping all the time the concentration of In atoms on the same level ( $x = 0.47$ ). The investigated range of layer thickness (100-900 nm) is above the critical one, which is equal to  $t_c = 38$  nm in this case. In order to investigate the structural properties of the samples a triple crystal high resolution X-ray diffractometer and transmission Lang topography have been employed. It has been shown that relaxation starts with the thickness  $t \sim 10t_c$ , a linear density of the misfit dislocations in two different azimuthal directions  $\langle 110 \rangle$  is about the same. The values of the lattice constants (both in the layer and substrate crystals) in the directions perpendicular and parallel to the sample surface have been obtained from the diffraction profiles measured in the vicinity of 004 and 224 reciprocal lattice points. It has been shown also that there exists a possibility to measure a linear density of misfit dislocations using to this end the intensity distribution of diffuse x-ray scattering. The employed triple crystal diffractometer has ensured the realization of all tasks necessary to fulfil this work.

## WYKAZ STOSOWANYCH SKRÓTÓW I OZNACZEŃ

CL	- cathodoluminescence - katodoluminescencja
EBIC	- electron beam induced current - prąd indukowany strumieniem elektronów
ELO	- epitaxial lateral overgrowth - wzrost epitaksjalny w kierunku poziomym
MD	- misfit dislocation - dyslokacja niedopasowania
MOCVD	- metal-organic chemical vapour deposition - metoda chemicznego osadzania z par związków metaloorganicznych
RLP	- reciprocal lattice point - węzeł sieci odwrotnej
RSM	- reciprocal space mapping - dwuwymiarowe badania sieci odwrotnej
TCD	- triple crystal diffractometer - dyfraktometr trójkryształiczny
TD	- threading dislocation - dyslokacja przenikająca
TEM	- transmission electron microscopy - transmisyjna mikroskopia elektronowa
$a_w$	- stała sieciowa warstwy epitaksjalnej w stanie nieodkształconym
$a_w''$	- stała sieciowa warstwy epitaksjalnej w płaszczyźnie złącza
$a_p$	- stała sieciowa podłoża
$a_w^\perp$	- stała sieciowa warstwy mierzona w kierunku prostopadłym do złącza
$\vec{b}$	- wektor Burgersa dyslokacji
C	- współczynnik polaryzacji
$C_i^{AE}$ (i=1,2,3)	- krzywa dyfrakcji i-tego kryształu ze strony wyjściowej A i wejściowej E
$c_{ij}$	- współczynniki sztywności materiału



$\bar{D}$	- wektor dyfrakcji
$d_{hkl}$	- odległość między płaszczyznowa
$F_{hkl}$	- czynnik struktury
$f_A^i$ i $f_B^i$	- płaszczyznowe czynniki strukturalne
$f_j$	- czynnik atomowy j-tego atomu
$\bar{h}_{hkl}$	- wektor sieci odwrotnej
$hkl$	- wskaźniki Millera
$I$	- natężenie promieniowania
$m$	- numer kolejnego maksimum interferencyjnego lub maksimum pobocznego
$N_x$	- długość koherencji sieciowej w kierunku równoległym do płytki
$N_z$	- długość koherencji sieciowej w kierunku normalnym do płytki
$n_1, n_3$	- krotność odbicia odpowiednio w kolimatorze i analizatorze
$q$	- wektor dewiacji
$r$	- współczynnik odbicia od gładkiej powierzchni
$s$	- średnia odległość między sąsiednimi dyslokacjami niedopasowania
$\bar{s}$	- wektor falowy wiązki odbitej
$\bar{s}_o$	- wektor falowy wiązki pierwotnej
$t_{abs}$	- głębokość wnikania
$t_c$	- grubość krytyczna warstwy
$t_w$	- grubość warstwy
$V$	- objętość komórki elementarnej
$\beta_{hkl}$	- szerokość połówkowa krzywej dyfrakcji
$\gamma$	- dyspersja wiązki
$\Delta a/a$	- niedopasowanie sieciowe
$\Delta a''/a$	- niedopasowanie sieciowe w kierunku równoległym do złącza
$\Delta \zeta$	- odległość kątowa między sąsiednimi maksimumami pobocznymi
$\eta$	- stopień relaksacji warstwy
$\Theta$	- kąt Bragga
$\Theta_{kr}$	- kąt krytyczny dla odbicia zupełnego
$2\Theta$	- współrzędna goniometryczna detektora
$\lambda$	- długość fali promieniowania rentgenowskiego
$\mu$	- liniowy współczynnik absorpcji materiału
$\mu_{ai}$	- atomowy współczynnik pochłaniania i-tego atomu
$\nu$	- stała Poissona
$\sigma$	- średnie kwadratowe odchylenie od płaskości powierzchni kryształu
$\tau_{hkl}$	- długość ekstynkcji

- $\Phi$  - kąt między kierunkiem wektora Burgersa  $\vec{b}$  dyslokacji niedopasowania i powierzchnią warstwy
- $\chi_{hkl}$  - polaryzowalność
- $\psi$  - wyjściowy kąt poślizgu
- $\omega$  - współrzędna goniometryczna próbki, wejściowy kąt poślizgu
- $\omega_m$  - pozycja kątowna m-tego maksimum
- $\Omega$  - kąt między rzutem wektora Burgersa  $\vec{b}$  dyslokacji niedopasowania na płaszczyznę powierzchni warstwy i kierunkiem  $\langle 110 \rangle$  leżącym w płaszczyźnie płytki



*Składam serdeczne podziękowanie  
promotorowi prof. dr hab. Annie Pajączkowskiej  
za okazaną pomoc, cenne wskazówki, uwagi i dyskusje.*

*Dziękuję  
Dyrekcji Instytutu Technologii Materiałów Elektronicznych za  
stworzenie warunków do realizacji niniejszej pracy.*

*Dziękuję  
tym wszystkim, którzy przyczynili się do powstania tej pracy.*





## Wskazówki dla autora

Rozprawy naukowe przeznaczone do druku w wydawnictwie **Prace ITME** winny być przysłane e-mailem pod adresem **ointe@sp.itme.edu.pl** lub na nośniku magnetycznym w następujących formatach:

Tekst (edytory tekstu)

Grafika

**Word 6.0 lub 7.0**

**PCX, TIF, BMP, WFM, WPG**

1. Grafika (materiały ilustracyjne) powinny być zapisane w oddzielnych plikach. Każdy materiał ilustracyjny (rysunek, tabela, fotografia itp.) w innym. Pliki mogą być poddane kompresji: **ZIP, ARJ**.

2. **Objętość** do 60 str.

3. **Tekst powinien być pisany w sposób ciągły. Materiały ilustracyjne** (rysunki, tabele, fotografie itp.) powinny być umieszczone poza tekstem. Podpisy do rysunków... itp. w języku polskim i angielskim, również winny być zapisane w oddzielnym pliku.

4. **Na pierwszej stronie rozprawy** powinny znajdować się następujące elementy: tytuł naukowy, imię i nazwisko autora, nazwa miejsca pracy, adres pocztowy, e-mail. Na środku stronicy tytuł artykułu, również w języku angielskim.

5. **Streszczenie, bibliografia, wzory:**

– Do rozprawy należy dołączyć streszczenie nie przekraczające 200 słów w języku polskim i angielskim.

– W przypadku wzorów i materiałów ilustracyjnych nie będących oryginalnym dorobkiem autora należy zacytować ich źródło, umieszczając je w bibliografii.

– **Wzory** należy numerować kolejno cyframi arabskimi.

– **Pozycje bibliograficzne** należy podawać w nawiasach kwadratowych w kolejności ich występowania.

**Przykład opisu bibliograficznego artykułu z czasopisma:**

[1] Tomaszewski H., Strzeszewski J., Gębicki W.: The role of residual stresses in layered composites of Y-ZrO<sub>2</sub> and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. J.Europ.Ceram.Soc. vol. 19, 1990, no. 67, 255-262

**Przykład opisu bibliograficznego książki:**

Raabe J., Bobryk E.: Ceramika funkcjonalna. Warszawa: Politechnika Warszawska 1997, 152 s.

6. Autora obowiązuje **wykonanie korekty autorskiej**.



**INSTYTUT TECHNOLOGII  
MATERIAŁÓW ELEKTRONICZNYCH**  
ul. Wólczyńska 133, 01-919 Warszawa

tel./fax-dyrektor: (4822) 8359003

tel.: (4822) 8353041-9

e-mail: [itme@sp.itme.edu.pl](mailto:itme@sp.itme.edu.pl)

<http://sp.itme.edu.pl>

Główne kierunki działalności Instytutu Technologii Materiałów Elektronicznych – prowadzenie badań naukowych i prac badawczo-rozwojowych dotyczących: technologii otrzymywania i efektywnego wykorzystania materiałów elektronicznych.

Działania te dotyczą następujących materiałów i związków półprzewodnikowych: (Si, GaAs, GaP, InAs, InP); epitaksjalne warstwy półprzewodnikowe (Si, GaAs, GaP, InP, GaAsP, InGaAs, InGaAsP, InGaAlP, GaAlAs, InAlAs); materiały laserowe (YAP, YAG: Nd, Er, Pr, Ho, Tm, Cr); epitaksjalne warstwy YAG; materiały elektrooptyczne i piezoelektryczne (kwarc, LiNbO<sub>3</sub>, LiTaO<sub>3</sub>, Li<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>); materiały optoelektroniczne i nieliniowe (CaF<sub>2</sub>, BaF<sub>2</sub>, boran baru BBO); materiały podłożowe pod wysokotemperaturowe warstwy nadprzewodzące (SrLaGaO<sub>4</sub>, SrLaAlO<sub>4</sub>, CaNdAlO<sub>4</sub>, NdGaO<sub>3</sub>); materiały i kształtki ceramiczne (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZrO<sub>2</sub>, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>); szkła o zadanych charakterystykach spektralnych i aktywne włókna światłowodowe i obrazowody; kompozyty metalowo-ceramiczne; złącza zaawansowanych materiałów ceramicznych (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, AlN) i kompozytów z metalami; kompozyty metalowe i czyste metale (Ga, In, Al, Cu, Zn, Ag, Sb); pasty do układów hybrydowych; oraz zastosowania ich w podzespołach: diody Schottky'ego, tranzystory FET i HEMT; lasery, fotodetektory; filtry i rezonatory z akustyczną falą powierzchniową; maski chromowe do fotolitografii.

Instytut wykonuje usługi w zakresie technologii HI-TECH takich jak: fotolitografia, elektronolitografia, osadzanie cienkich warstw, obróbka termiczna oraz charakteryzacja materiałów (spektrometria mas i Mössbauera, FTIR, EPR, ICP, RBS, spektrometria IR i UV, absorpcja atomowa, wysokorozdzielcza dyfrakcja rentgenowska, fotoluminescencja, DLTS, PITS, mikroskopia optyczna i elektronowa; charakteryzacja podzespołów elektronicznych: pomiary impedancyjne i pomiary widm promieniowania i szumów).