

Instytut Fizyki
Polskiej Akademii Nauk

**Naprężenia i defekty
w półprzewodnikowych lateralnych
strukturach epitaksjalnych badane
technikami dyfrakcji i topografii
rentgenowskiej**

Aleksandra Wierzbicka

Rozprawa doktorska
wykonana w Oddziale Spektroskopii Ciała Stałego ON-4
pod kierunkiem
prof. dr hab. Zbigniewa R. Żytkiewicza



Warszawa 2010

Podziękowania

Pragnę serdecznie podziękować mojemu promotorowi **Panu prof. dr hab. Zbigniewowi Żytkiewiczowi** za opiekę naukową, zainteresowanie mnie tematyką badań podjętych w ramach tej pracy oraz wszechstronną pomoc okazaną w trakcie jej realizacji. Dziękuję za wyrozumiałość, cierpliwość oraz życzliwe podejście.

Dr Jarosławowi Domagale za udostępnienie dyfraktometru wysokorozdzielczego, za pomoc w realizacji badań rentgenowskich oraz konstruktywne dyskusje dotyczące analizy i interpretacji otrzymanych wyników.

Dr Danielowi Lübbertowi z Uniwersytetu Humboldt w Berlinie za pomoc w trakcie pomiarów synchrotronowych, za udostępnienie oprogramowania niezbędnego do obróbki danych eksperymentalnych oraz cenne uwagi dotyczące interpretacji otrzymanych topografii synchrotronowych.

Panu prof. dr hab. Zbigniewowi R. Żytkiewiczowi oraz **Pani dr Danucie Dobosz** za wyhodowanie struktur ELO.

Panu dr Tomaszowi Słupińskiemu z Uniwersytetu Warszawskiego za wytworzenie podłoży GaAs z warstwą buforową GaSb.

Panu dr Krzysztofowi Dybko za przeprowadzenie pomiarów transportowych planarnych warstw GaAs:Si.

Pani prof. dr hab. Marii Lefeld-Sosnowskiej z Uniwersytetu Warszawskiego za cenne uwagi oraz pomoc w interpretacji topografii synchrotronowych.

Dr Iwonie Sankowskiej z ITE za pomoc w realizacji badań warstw planarnych.

Dziękuję **wszystkim pracownikom** oraz **Koleżankom i Kolegom** z Oddziału Spektroskopii Ciała Stałego IFPAN oraz Środowiskowego Laboratorium Badań Rentgenowskich i Elektronomikroskopowych IFPAN za okazaną mi życzliwość oraz miłą atmosferę.

Dziękuję także **mojej rodzinie**, szczególnie **mojemu mężowi**, za wyrozumiałość, cierpliwość oraz wsparcie w trudnych chwilach.

Praca naukowa była współfinansowana ze środków Europejskiego Funduszu Rozwoju Regionalnego Unii Europejskiej, projekt Innowacyjna Gospodarka (POIG.01.01.02-00-008/08 "Nanobiom" oraz POIG.01.03.01-00-159/08 "InTechFun").

Przygotowanie rozprawy było również współfinansowane przez Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego poprzez grant promotorski numer N202 241337.

Praca naukowa była także współfinansowana ze środków Europejskiego Funduszu Społecznego i Budżetu Państwa przez Mazowieckie Stypendium Doktoranckie.

Spis treści

Spis treści	1
Spis skrótów i nazw używanych w pracy	3
I. Wstęp	5
1.1. Problem niedopasowania sieciowego w strukturach epitaksjalnych	5
1.2. Lateralne struktury epitaksjalne (ELO)	7
1.3. Zastosowanie struktur ELO	9
1.4. Cel pracy i struktura rozprawy	11
II. Opis próbek	15
III. Techniki pomiarowe	20
3.1. Wysokorozdzielcza dyfraktometria rentgenowska	20
3.1.1. Dyfraktometr wysokorozdzielczy – tryby pracy	21
3.1.2. Rodzaje pomiarów wykonywanych za pomocą dyfraktometru	24
3.1.3. Teoria dynamiczna dyfrakcji dla kryształów z małą deformacją	29
3.1.4. Pomiary warstw ELO przy użyciu dyfrakcji rentgenowskiej	32
3.2. Technika mikroobrazowania przy użyciu wąskiej wiązki rentgenowskiej – SRXRD	34
3.2.1. Idea metody SRXRD	34
3.2.2. Konstrukcja map RC modelowych struktur ELO	37
3.2.3. Pomiar rozkładu oraz promienia krzywizny płaszczyzn sieciowych	40
3.2.4. Justowanie położenia wiązki padającej	43
3.2.5. Skanowanie próbek w kierunku x i z	45
3.3. Obrazowanie deformacji sieci warstw ELO synchrotronową techniką RCI	47
3.3.1. RCI – interpretacja danych doświadczalnych w programie Visrock ...	49
IV. Wyniki doświadczalne i ich interpretacja	50
4.1. Charakterystyka naprężeń i defektów w pojedynczym pasku ELO GaAs	50
4.1.1. Pomiar podstawowych parametrów krystalograficznych dla pojedynczego paska ELO	51
4.1.2. Wykorzystanie techniki SRXRD do analizy rozkładu naprężeń w pojedynczym pasku ELO	55
4.1.3. Zastosowanie synchrotronowej techniki mikroobrazowania do pomiaru rozkładu naprężeń w strukturach ELO GaAs/GaAs	59

4.2. Charakterystyka homoepitaksjalnych warstw ELO GaAs z selektywnie wytrawioną maską SiO ₂	63
4.2.1. Analiza SRXRD homoepitaksjalnych warstw ELO GaAs z selektywnie wytrawioną maską SiO ₂	67
4.3. Rozkład naprężeń w homoepitaksjalnej strukturze ELO złożonej z kilku pasków	72
4.3.1. Podstawowe parametry struktury krystalograficznej uzyskane standardowymi technikami rentgenowskimi	73
4.3.2. Lokalny rozkład naprężeń w strukturze złożonej z wielu pojedynczych pasków ELO uzyskany techniką SRXRD	74
4.4. Struktura krystalograficzna całkowicie zarośniętych struktur ELO	77
4.4.1. Parametry sieciowe próbki.....	77
4.4.2. Lokalny rozkład naprężeń w warstwie i podłożu.....	80
4.4.3. Mapowanie rozkładu parametrów sieciowych na froncie wzrostu sąsiednich pasków ELO.....	87
4.5. Rozkład naprężeń w strukturach ELO GaSb na podłożach GaAs.....	91
4.5.1. Analiza warstw ELO GaSb/GaAs przy użyciu standardowej techniki dyfrakcyjnej	92
4.5.2. Analiza warstw ELO GaSb/GaAs przy użyciu techniki SRXRD.....	94
4.5.3. Analiza struktur ELO GaSb/GaAs przy pomocy techniki RCI.....	99
V. Podsumowanie.....	101
Aneks A. Procedura wyznaczania parametrów sieciowych $a_{\perp}$ oraz $a_{\parallel}$.....	109
Bibliografia.....	111

Spis skrótów i nazw używanych w pracy:

1. technika ELO (ang. *Epitaxial Lateral Overgrowth*) – technika lateralnego wzrostu warstw epitaksjalnych;
2. struktura ELO – lateralna warstwa epitaksjalna na podłożu otrzymana techniką ELO;
3. pasek ELO – część warstwy ELO, która wyrosła z pojedynczego okna wzrostowego i nie ma styczności z pasekami wyrosłymi z sąsiednich okien;
4. LPE (ang. *Liquid Phase Epitaxy*) – technika wzrostu warstw epitaksjalnych z fazy ciekłej;
5. w – szerokość okna wzrostowego w strukturze ELO;
6. S – odległość pomiędzy oknami wzrostowymi w strukturze ELO;
7. L – szerokość skrzydła warstwy ELO;
8. $2L + w$ – szerokość pojedynczego paska ELO;
9. t – grubość epitaksjalnej warstwy ELO;
10. XRD (ang. *X-Ray Diffraction*) – dyfrakcja rentgenowska;
11. HRXRD (ang. *High Resolution X-Ray Diffraction*) – wysokorozdzielcza dyfrakcja rentgenowska;
12. geometria $\varphi = 0^\circ$ - próbkę ELO ustawia się tak, że płaszczyzna dyfrakcji jest prostopadła do kierunku okna wzrostowego, tzn. oś obrotu ω jest równoległa do kierunku okna.
13. geometria $\varphi = 90^\circ$ - próbkę ELO ustawia się tak, że płaszczyzna dyfrakcji jest równoległa do kierunku okna wzrostowego, tzn. oś obrotu ω jest prostopadła do kierunku okna.
14. skan ω , 2θ , $2\theta/\omega$ – zarejestrowany obraz dyfrakcyjny przy zmianie odpowiednio kątów ω , 2θ oraz $2\theta/\omega$ (dokładne omówienie w rozdziale 3.1);
15. RC (ang. *Rocking Curve*) – tzw. skan ω - krzywa dyfrakcyjna przedstawiająca zmianę natężenia promieniowania ugiętego na danych płaszczyznach sieciowych próbki w funkcji kąta padania promieniowania X na powierzchnię próbki;
16. standardowa technika pomiarowa – technika pomiarowa polegająca na rejestracji rentgenowskich krzywych dyfrakcyjnych wiązką promieniowania X o przekroju $1,2 \times 10 \text{ mm}^2$;
17. RSM (ang. *Reciprocal Space Map*) – mapa trójwymiarowa obrazująca rozkład sygnału dyfrakcyjnego ugiętego na badanej próbce, najczęściej będąca złożeniem skanów pomiarowych $I(\omega)$ oraz $I(2\theta/\omega)$;
18. SRXRD (ang. *Spatially Resolved X-Ray Diffraction*) – technika pomiarowa rentgenowskich krzywych dyfrakcyjnych o wysokiej rozdzielczości przestrzennej

polegająca na rejestrowaniu lokalnych krzywych dyfrakcyjnych z niewielkiego obszaru próbki wąską wiązką padającą (np. o przekroju $10\ \mu\text{m} \times 10\ \text{mm}$);

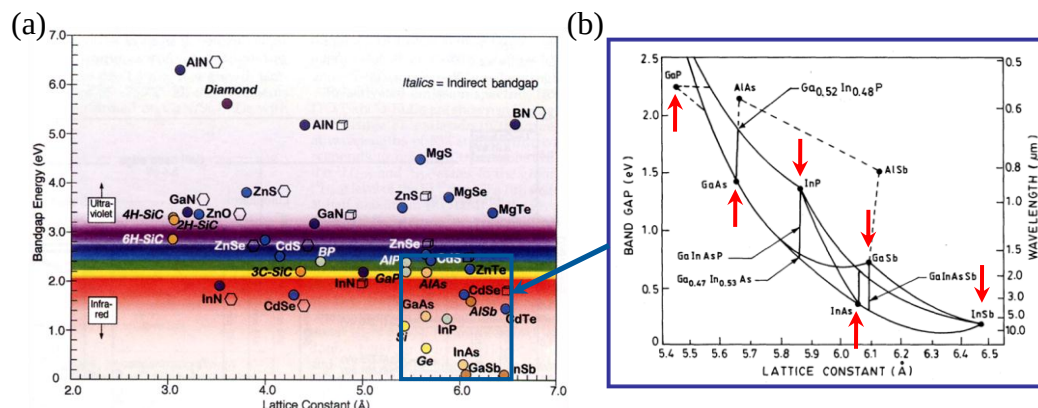
19. $h_k(x)$ – kształt płaszczyzn sieciowych - obliczony z pomiarów dyfrakcyjnych rozkład profilu płaszczyzn sieciowych;
20. RCI (ang. *Rocking Curve Imaging*) – synchrotronowa technika pomiarowa pozwalająca na lokalne obrazowanie parametrów sieciowych próbki przy pomocy lokalnych krzywych dyfrakcyjnych;
21. $a_{\perp}$ - prostopadła stała sieciowa – stała sieciowa wyznaczona z pomiarów refleksu symetrycznego, mierzona w kierunku wzrostu kryształu;
22. $a_{\parallel}$ - równoległa stała sieciowa – stała sieciowa wyznaczona z pomiarów refleksu asymetrycznego, mierzona w płaszczyźnie powierzchni kryształu;

I. Wstęp

1.1. Problem niedopasowania sieciowego w strukturach epitaksjalnych

Rozwój współczesnej mikro i optoelektroniki oparty jest na układach warstwowych. Wykorzystuje się je do produkcji najróżniejszych przyrządów półprzewodnikowych takich jak diody elektroluminescencyjne (LED), diody laserowe czy tranzystory (HEMT, MOS, FET). Struktury warstwowe nadają się do wytwarzania przyrządów półprzewodnikowych tylko wówczas, gdy spełniają kilka istotnych wymogów [1]. Przede wszystkim muszą charakteryzować się jak najmniejszą koncentracją defektów strukturalnych. Powinny również być wolne od naprężeń. Istnieje wiele technologii wytwarzania struktur warstwowych półprzewodników. Szeroko wykorzystywane są materiały wieloskładnikowe. Jako przykład, na rysunku 1.1a przedstawiono zależność przerwy energetycznej od wartości stałej sieciowej wybranych półprzewodników. W powiększonym obszarze wykresu (rys. 1.1b) widać, iż zmieniając skład materiału wieloskładnikowego można kontrolować wielkość jego przerwy energetycznej. Pozwala to otrzymywać struktury warstwowe o nowych własnościach elektrycznych i optycznych (tzw. inżynieria przerwy energetycznej [2, 3]) niedostępnych w materiałach objętościowych.

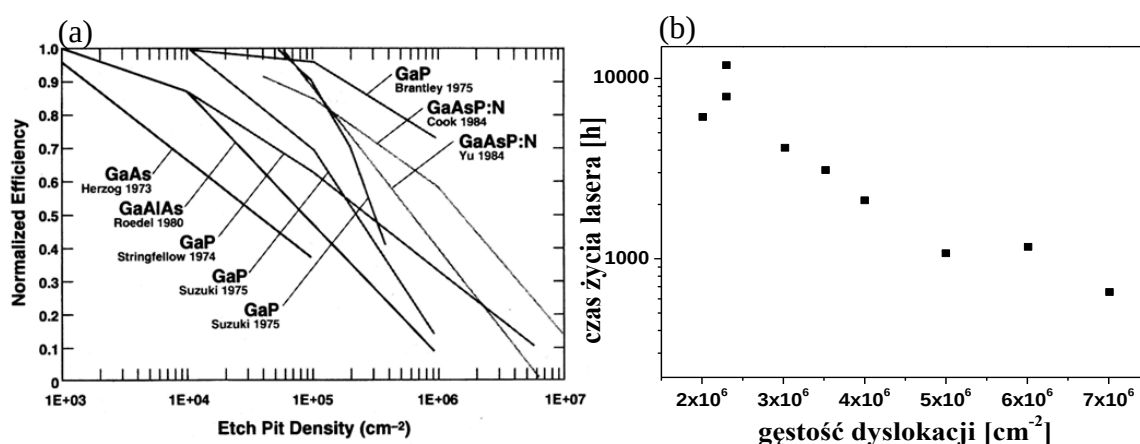
Istotną barierą w rozwoju nowych układów warstwowych wysokiej jakości jest jednak niewielka dostępność materiałów podłożowych. Przykładowo, dla związków pokazanych na rys. 1.1a tylko te zaznaczone czerwonymi strzałkami dostępne są komercyjnie jako krysztály podłożowe i mogą być wykorzystane w procesach epitaksji. Gdy istnieje potrzeba krystalizacji warstwy epitaksjalnej o innej wartości stałej sieciowej, wówczas otrzymuje się warstwy niedopasowane sieciowo z podłożem.



Rys. 1.1. Zależność wielkości przerwy energetycznej od wartości stałej sieci wybranych półprzewodników (a) oraz powiększony obszar tego wykresu. Czerwonymi strzałkami zaznaczono dostępne komercyjnie półprzewodniki podłożowe (b).

Niedopasowanie sieciowe elementów układu warstwowego prowadzi do generacji defektów. Gdy warstwa epitaksjalna jest wystarczająco cienka, tzn. gdy jej grubość nie przekracza tak zwanej grubości krytycznej, otrzymuje się warstwę całkowicie naprężoną (tzw. wzrost pseudomorficzny). Jednak, gdy podczas wzrostu zostaną przekroczone wartości grubości warstwy i/lub wielkości niedopasowania sieciowego ponad krytyczne, wówczas następuje relaksacja naprężeń poprzez wytworzenie w płaszczyźnie złącza podłoże/warstwa dyslokacji niedopasowania [1, 4]. Równocześnie pojawiają się segmenty dyslokacji propagujących się do powierzchni warstwy, tzw. *threading dislocations*.

Wpływ dyslokacji na właściwości elektryczne i optyczne półprzewodników jest dobrze znany. Dyslokacje są źródłem lokalnych naprężeń i rozpraszają nośniki prądu. Ponadto są wydajnymi centrami rekombinacji niepromienistej. Zatem ich obecność prowadzi do znaczącego spadku wydajności przyrządów optoelektronicznych. Jako przykład, rysunek 1.2a pokazuje silny spadek wydajności świecenia diod elektroluminescencyjnych wraz ze wzrostem gęstości dyslokacji w strukturach półprzewodników III-V [5]. Przez długi okres czasu wydawało się, że wyjątkiem od tej reguły są przyrządy na bazie GaN. W tym materiale, na skutek specyficznego mechanizmu lokalizacji nośników, pomimo dużej gęstości dyslokacji, emisja światła jest bardzo wydajna. Obecnie wiadomo jednak, że przy dużych gęstościach wstrzykiwanych nośników nawet w GaN dyslokacje silnie ograniczają wydajność procesów rekombinacji promienistej. Przykład na rys. 1.2b pokazuje jak drastycznie spada czas życia lasera InGaN/GaN wraz ze wzrostem gęstości dyslokacji w tej strukturze [6]. Warto jednak wspomnieć, że w strukturach epitaksjalnych relaksacja naprężeń może odbywać się nie tylko poprzez tworzenie dyslokacji, ale również poprzez mechanizmy wygięcia, pękanie czy przez relaksację elastyczną na ściankach pin-holi.



Rys. 1.2. Wykres zależności wydajności diod świecących [5] (a) oraz niebieskiej diody laserowej GaN/InGaN [6] (b) w zależności od gęstości dyslokacji.

Ze względu na wagę zagadnienia w ostatnich kilkunastu latach w najbardziej prestiżowych ośrodkach badawczych na świecie prowadzono, i prowadzi się nadal, bardzo intensywne prace nad nowymi metodami redukcji gęstości dyslokacji w niedopasowanych sieciowo strukturach epitaksjalnych. Opracowano techniki konstrukcji warstw buforowych i inżynierii defektów w takich strukturach. Jednak obniżenie gęstości dyslokacji w planarnych strukturach epitaksjalnych poniżej $\sim 10^7 \text{ cm}^{-2}$ okazało się być niezwykle trudne. Wieloletnie badania pokazały, że dopiero odejście od planarnej architektury warstw i wykorzystanie bardziej wyrafinowanych struktur trójwymiarowych pozwala skutecznie obniżyć gęstość dyslokacji w niedopasowanych sieciowo warstwach epitaksjalnych. W szczególności, znakomite rezultaty osiągnięto rozwijając **technikę lateralnego wzrostu epitaksjalnego ELO** (Epitaxial Lateral Overgrowth) [7]. Specyficzny mechanizm wzrostu struktur ELO powoduje, że warstwy takie charakteryzują się gęstością dyslokacji o 3 – 4 rzędy wielkości niższą od obserwowanej w planarnych warstwach wzrastających w podobnych warunkach.

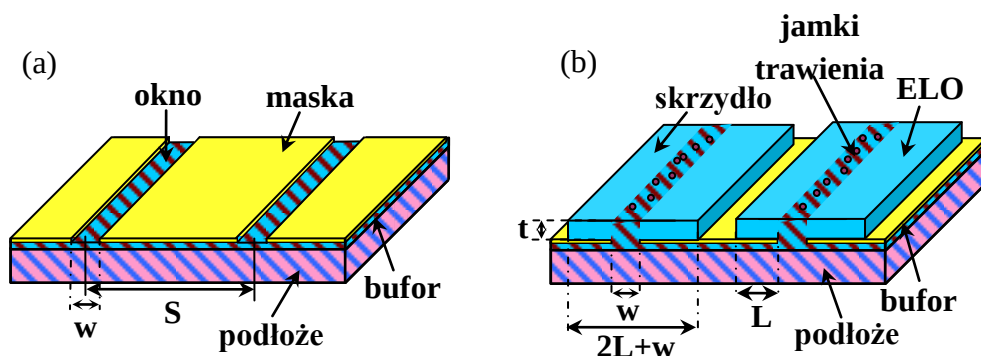
1.2. Lateralne struktury epitaksjalne (ELO)

Pierwsze raporty dotyczące wzrostu struktur ELO pojawiły się w roku 1980 [8, 9]. Prace te dotyczyły wzrostu warstw GaAs techniką MOVPE na podłożu GaAs pokrytym maską SiO_2 . Miały one na celu poszukiwanie metod wytwarzania złącz półprzewodnik/izolator. Technika ELO jako metoda filtrowania defektów podłożowych została zastosowana nieco później. Wykorzystano ją do krystalizacji wysokiej jakości warstw

Si, GaAs, InP, GaP, GaN [10, 11, 12, 13, 14, 15] na niedopasowanych sieciowo podłożach. Jednak prawdziwym przełomem w historii rozwoju techniki ELO był rok 1997, kiedy zastosowano ją do wytworzenia lasera działającego w modzie pracy ciągłej w niebieskiej części widma w temperaturze pokojowej [16]. Wytworzono strukturę lasera GaN/InGaN na podłożu szafirowym z warstwą ELO GaN z maską SiO₂, dzięki czemu uzyskano znaczną redukcję gęstości dyslokacji. Pozwoliło to obniżyć prąd progowy lasera i wydłużyć czas jego życia do ponad 1000h w konfiguracji pracy ciągłej. Olbrzymie komercyjne znaczenie tego wyniku spowodowało, że od tego czasu w wielu najważniejszych ośrodkach badawczych obserwuje się szybki postęp prac podstawowych jak i aplikacyjnych nad rozwojem techniki ELO.

Procedurę wzrostu warstw ELO przeprowadza się w dwóch etapach. Najpierw, jak pokazano na rys. 1.3a, na podłoże lub podłoże pokryte odpowiednią warstwą buforową nakłada się cienką warstwę materiału maskującego. Następnie metodą fotolitografii i chemicznego trawienia [17, 18] w masce otwiera się równomiernie rozłożone wąskie okna wzrostowe o szerokości w . W praktyce stosuje się maski z materiałów takich jak SiO₂, Si₃N₄, W, grafit, itp. Drugi etap procesu ELO polega na przeprowadzeniu krystalizacji homoepitaksjalnej warstwy epitaksjalnej na tak przygotowanej strukturze podłożowej. Parametry wzrostu dobiera się tak, aby uniknąć zarodkowania na powierzchni maski. Warstwa krystalizuje jedynie w obszarze okien wzrostowych, początkowo w kierunku normalnej do powierzchni podłoża (rys. 1.3b), a następnie, gdy rosnąca warstwa przekroczy grubość maski, rozrasta się również na boki, wzdłuż płaszczyzny podłoża czyli lateralnie. Proces wzrostu można prowadzić tak długo, aż sąsiednie paski ELO zrosną się ze sobą, co w konsekwencji prowadzi do uzyskania ciągłej warstwy epitaksjalnej całkowicie pokrywającej podłoże.

Wydajny proces ELO wymaga bardzo dobrej selektywności wzrostu i dużej anizotropii prędkości krystalizacji w kierunkach wzdłuż i normalnym do podłoża. W szczególności oznacza to, że przesycenie na froncie krystalizacji powinno być małe [13]. Wymóg ten preferuje metody równowagowe, jak epitaksja z fazy ciekłej (LPE – *Liquid Phase Epitaxy*) [19, 20]. Powszechnie stosuje się również epitaksję z fazy gazowej (VPE – *Vapour Phase Epitaxy*), wzrost z fazy pary z użyciem związków metaloorganicznych (MOVPE – *Metal Organic Vapour Phase Epitaxy*) [21] lub wodorkową metodę wzrostu z fazy pary (HVPE – *Hydride Vapour Phase Epitaxy*) [22, 23]. Dotyczy to w szczególności struktur ELO azotków metali grupy III, które nie mogą być łatwo krystalizowane z roztworów ze względu na bardzo małą rozpuszczalność azotu w ciekłych metalach.



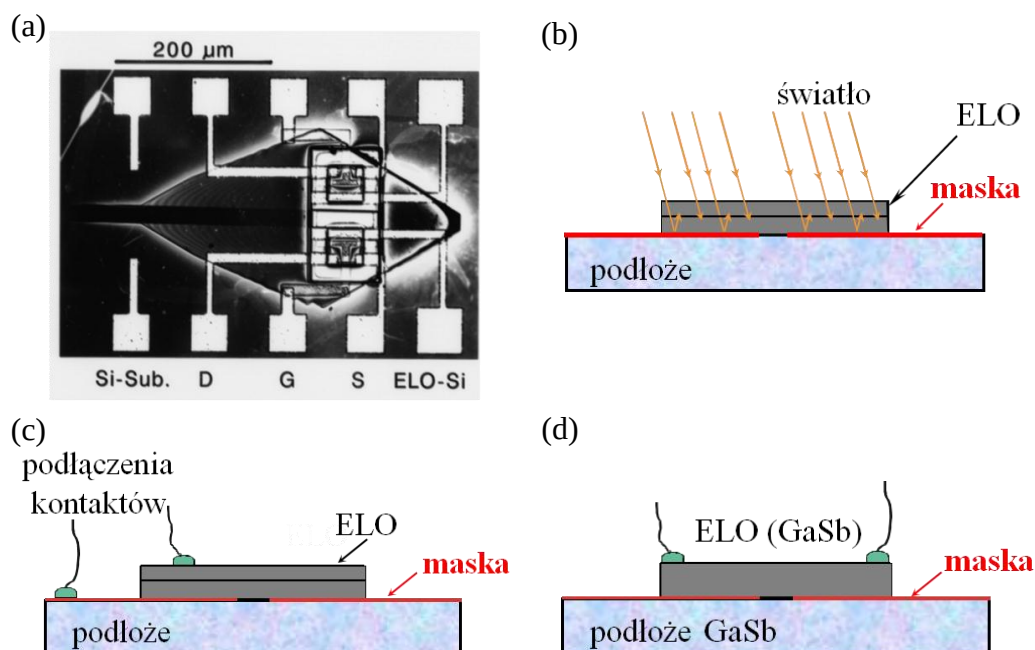
Rys. 1.3. Schemat podłoża, na którym wykonuje się wzrost warstw ELO (a) oraz idea filtrowania defektów podłożowych w tego typu strukturach (b). Na rysunku zaznaczono: szerokość okna wzrostowego – w , odległość pomiędzy oknami wzrostowymi – S , szerokość skrzydła paska ELO – L , szerokość pojedynczego paska – $2L+w$, grubość warstwy ELO – t .

Istotą technologii ELO, gdy stosuje się ją w niedopasowanych układach epitaksjalnych, jest wysoka wydajność filtrowania defektów strukturalnych. Dyslokacje przechodzące z podłoża lub z warstwy buforowej wydostają się do warstwy ELO tylko w obszarze wąskich okien wzrostowych, podczas gdy maska skutecznie blokuje przedostawanie się dyslokacji do lateralnych części warstwy (patrz rys. 1.3b). Wynika to z faktu, iż dyslokacje podłożowe docierające do powierzchni maski nie mogą przedostawać się dalej ze względu na brak ciągłości struktury krystalicznej na styku podłoże/maska – międzypowierzchnia ta traktowana jest przez dyslokacje jako swobodna ściana kryształu. W konsekwencji, skrzydła warstw ELO są niemal wolne od dyslokacji przechodzących. Jest to zachowanie obserwowane powszechnie we wszystkich półprzewodnikowych strukturach ELO [13, 24, 25, 26].

1.3. Zastosowanie struktur ELO

Struktury ELO są często wykorzystywane w urządzeniach mikro i optoelektronicznych. W szczególności, lateralny wzrost epitaksjalny okazał się wydajną techniką wytwarzania struktur półprzewodnikowych o trójwymiarowej architekturze. Przykładowo, w pracy [27] zaprezentowano tranzystor MOS (*Metal-Oxide-Semiconductor*) wykonany na strukturze SOI wytworzonej techniką epitaksji z fazy ciekłej jako warstwa ELO Si z maską SiO_2 (rys. 1.4a). Homoepitaksjalne struktury ELO GaAs z maską wolframową

krystalizowane techniką MOVPE wykorzystywane są w tranzystorach FET (*Field-Effect Transistor*) [28].



Rys. 1.4. Przykłady zastosowania struktur ELO w urządzeniach półprzewodnikowych: (a) tranzystor MOS [27]; (b) struktura z zagrzebanym zwierciadłem [29]; (c) struktura z zagrzebanym kontaktem elektrycznym [30, 31]; (d) separacja elektryczna warstwy od podłoża przy wykorzystaniu izolacyjnej maski.

W urządzeniach wykonywanych na homoepitaksjalnych strukturach ELO wykorzystuje się również specyficzne własności zastosowanej maski. Jako przykład na rys. 1.4b zaprezentowano wykorzystanie metalicznej maski jako zagrzebane zwierciadło odbijające fotony, które nie zostały zaabsorbowane w górnej części urządzenia (tzw. *photon recycling*). Tego typu struktury używane są do konstrukcji baterii słonecznych [29], urządzeń termofotowoltaicznych oraz fotodetektorów. Podobnie, maski wykonane z materiałów o wysokim przewodnictwie elektrycznym mogą być wykorzystane jako tylny kontakt elektryczny do struktury ELO (rys. 1.4c). Rozwiązania tego typu stosowane są w tranzystorach MOSFET [30]. Szkic na rysunku rys. 1.4d pokazuje w jaki sposób izolacyjna maska pozwala odseparować elektrycznie warstwę epitaksjalną od podłoża. Może być to szczególnie przydatne w przypadkach problemów z uzyskaniem wysokooporowych płytek podłożowych (np. GaSb). Te przykłady pokazują szerokie możliwości zastosowania homoepitaksjalnych struktur ELO w urządzeniach mikro- i optoelektronicznych.

Jednak nadal głównym atutem technologii wzrostu lateralnego jest znacząca redukcja gęstości dyslokacji w niedopasowanych sieciowo strukturach epitaksjalnych. Zmniejszenie koncentracji dyslokacji znacząco poprawia własności elektryczne i optyczne otrzymywanych materiałów. Jak wspomniano wcześniej najbardziej spektakularnym osiągnięciem technologii ELO było wykorzystanie warstw ELO GaN na szafirze jako podłoży do struktur niebieskiego lasera GaN/InGaN [16].

1.4. Cel pracy i struktura rozprawy

Mimo iż wskutek prac prowadzonych w wielu czołowych laboratoriach stan wiedzy na temat fizyki wzrostu warstw ELO i mechanizmów filtrowania defektów podłożowych w takich strukturach jest znacznie pełniejszy niż kilka lat temu, wciąż pojawiają się nowe ważne pytania wymagające odpowiedzi. W szczególności okazało się, że skomplikowana struktura warstw ELO prowadzi do pojawienia się w nich silnych, niejednorodnych pól naprężeń. Zatem trzeba zidentyfikować źródła naprężeń sieci krystalicznej, a następnie opracować techniki ich kontroli i redukcji, aby zapobiec generacji nowych defektów w warstwach ELO.

Celem niniejszej rozprawy doktorskiej jest analiza źródeł naprężeń sieci krystalicznej w strukturach ELO oraz mechanizmów ich relaksacji. W pracy wykorzystano opracowaną w IF PAN technikę dyfrakcji rentgenowskiej o wysokiej rozdzielczości przestrzennej SRXRD (ang. *Spatially Resolved X-Ray Diffraction*). Pozwoliło to przeprowadzić badania rozkładu naprężeń w homo- i heteroepitaksjalnych warstwach ELO, a następnie skorelować uzyskane wyniki z mechanizmami fizycznymi aktywnymi w trakcie krystalizacji warstw.

Pierwszym zadaniem jakie zrealizowano w trakcie prac było opracowanie metodologii precyzyjnego mapowania przestrzennego deformacji sieci krystalicznej w strukturach ELO wykorzystując wysokorozdzielczą dyfrakcję rentgenowską. Warto podkreślić, że publikowane dotąd wyniki badań rentgenowskich struktur ELO uzyskiwano zazwyczaj przy użyciu standardowej techniki dyfrakcyjnej. Jest to szybka i wydajna metoda analizy, jednak daje informacje uśrednione po dużej powierzchni próbki. Mapy uzyskiwane przy pomocy metody SRXRD zawierają informacje na temat przestrzennego rozkładu wartości parametrów sieciowych z rozdzielczością przestrzenną kilku- kilkunastu

mikrometrów. To zupełnie unikatowa możliwość pozwalająca określić lokalną deformację sieci krystalicznej w precyzyjnie określonych obszarach warstwy.

Podstawowym celem tej rozprawy doktorskiej była analiza natury i wielkości deformacji sieciowej homo- i heteroepitaksjalnych struktur ELO. Rozpoczęto od badań rozkładu pola naprężeń w najprostszych homoepitaksjalnych warstwach ELO GaAs na podłożach GaAs. Dodatkowo, ograniczono się do przeprowadzenia pomiarów na pojedynczym pasku ELO. Znacznie upraszcza to interpretację wyników i pozwala uniknąć ewentualnych zaburzeń linii dyfrakcyjnych związanych z rozrzutem parametrów pasków ELO na powierzchni próbki. Badania te doprowadziły do wyjaśnienia wpływu maski na strukturę pojedynczego paska ELO, a przede wszystkim do określenia kierunku oraz rozkładu kąta wygięcia warstwy. Zostanie pokazane, że standardowa technika dyfrakcji rentgenowskiej powszechnie używana w laboratoriach do charakteryzacji warstw ELO, nie pozwala na tak precyzyjne badania pola naprężeń w warstwach.

Następnie przeprowadzono analizę natury obserwowanej deformacji sieci. W tym celu w badanych strukturach selektywnie wytrawiono maskę SiO₂. W takich wolno stojących warstwach ELO rozkład pola naprężeń zmienia się zupełnie. W szczególności, pozwoliło to pokazać, że wygięcie lateralnych części warstw ELO związane jest z ich oddziaływaniem z maską. Ponadto, usunięcie silnego wygięcia skrzydeł ELO związanego z obecnością maski umożliwiło obserwację deformacji sieci wynikającej z niejednorodnego rozkładu domieszek w warstwach.

W kolejnym etapie przeprowadzono analizę dyfrakcji rentgenowskiej na próbkach ELO GaAs/GaAs zawierających gęste ułożenie pasków ELO oraz struktur, w których warstwa ELO całkowicie pokrywa powierzchnię podłoża. Badania te pozwoliły na analizę naprężeń i mechanizmów ich relaksacji w płaszczyźnie styku pasków ELO wyrastających z sąsiadujących ze sobą okien wzrostowych. Po przetestowaniu techniki SRXRD i uzyskaniu pełnego obrazu deformacji płaszczyzn sieciowych w homoepitaksjalnych strukturach ELO przystąpiono do próby identyfikacji źródeł i pomiaru naprężeń w warstwach ELO niedopasowanych sieciowo z podłożem. Jako układ modelowy wykorzystano silnie niedopasowane sieciowo heterostruktury ELO GaSb na podłożach GaAs.

Struktura prezentowanej rozprawy odpowiada przyjętej metodologii badań. Szczegółowo przedstawiono wyniki analizy od najprostszych do najbardziej skomplikowanych struktur ELO. Prezentowana rozprawa doktorska składa się z pięciu rozdziałów. We Wstępie (Rozdział I) uzasadniono wybór tematyki badań i zdefiniowano cel pracy, Rozdział II przedstawia opis badanych struktur, a Rozdział III zawiera opis

stosowanych metod pomiarowych. Podane są informacje techniczne dotyczące stosowanego wysokorozdzielczego dyfraktometru rentgenowskiego, konfiguracje pracy oraz typy możliwych skanów pomiarowych. W szczególności zaprezentowany jest opis opracowanej techniki precyzyjnego mapowania przestrzennego deformacji sieci krystalicznej (SRXRD). Przedstawiono również kształty map RC hipotetycznych struktur ELO. To ważny element pracy ułatwiający późniejszą analizę danych doświadczalnych uzyskanych przy badaniach realnych, bardziej skomplikowanych warstw ELO. Rozdział ten zawiera także opis zastosowanej komplementarnej synchrotronowej techniki pomiarowej oraz sposób interpretacji danych doświadczalnych uzyskanych w tych badaniach.

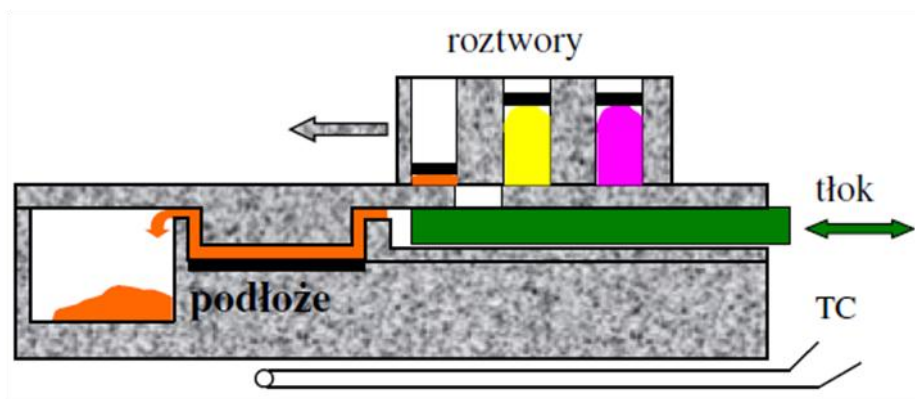
Główna część pracy to Rozdział IV. Składa się on z pięciu podrozdziałów zawierających analizę wyników eksperymentalnych struktur ELO GaAs:Si/GaAs oraz GaSb:Si/GaSb/GaAs. Przedstawia wyniki pomiarów dyfrakcyjnych zaczynając od struktury o najprostszym rozkładzie pola naprężeń – pojedynczego homoepitaksjalnego paska ELO. Przeprowadzone pomiary mają charakter badań podstawowych. Stosując technikę SRXRD określono kierunek wygięcia płaszczyzn sieciowych tych warstw oraz odwzorowano kształt płaszczyzn sieciowych struktury. Przedstawiono również wyniki komplementarnych badań przy pomocy synchrotronowej techniki topograficznej o bardzo wysokiej rozdzielczości przestrzennej. Następna część rozprawy opisuje wyniki uzyskane dla wolnostojącego, pojedynczego paska ELO po selektywnym wytrawieniu maski SiO₂ spod jego skrzydeł. Na podstawie tych badań zaproponowano mechanizm ewolucji wygięcia skrzydeł ELO podczas wzrostu warstw. Dodatkowo, zaobserwowano i wytłumaczono resztkowe wygięcia płaszczyzn sieciowych warstwy wynikające z niejednorodnego rozkładu domieszki w warstwie ELO. To pierwszy taki wynik raportowany w literaturze. Wyniki pomiarów pojedynczego paska ELO zostały użyte w dalszej kolejności do analizy danych eksperymentalnych próbek zawierających gęste ułożenie pasków ELO oraz struktur, w których warstwa ELO całkowicie pokrywa powierzchnię podłoża. W ostatnim z tych przypadków skupiono się na obszarze wzrostu sąsiednich pasków ELO, gdzie rozkład naprężeń ma nietypowy charakter. Po pełnej analizie rozkładu deformacji sieci homoepitaksjalnych struktur ELO zaprezentowano wyniki badań dla struktury o dużym niedopasowaniu sieciowym – paskach ELO GaSb domieszkowanych Si na podłożu GaAs pokrytym cienką warstwą bufora GaSb. Badania tych warstw techniką SRXRD pozwoliły pokazać obecność regularnej struktury blokowej. Przeprowadzono również badania tej samej próbki ELO przy pomocy synchrotronowej techniki RCI. Potwierdziły one wyniki uzyskane wcześniej techniką SRXRD i pokazały słuszność wyciągniętych wniosków.

Rozdział V zawiera podsumowanie prezentowanej rozprawy. W tej części zebrano główne wyniki otrzymane w trakcie prac i uzyskane wnioski dotyczące rozkładu pola naprężeń oraz defektów w badanych strukturach ELO. Zasygnalizowano konieczność kontynuacji badań, głównie numerycznych, celem pełnego zrozumienia niektórych właściwości pola naprężeń w całkowicie zarośniętych warstwach ELO. Przedstawiono również listę oryginalnych prac Autora rozprawy, w których opublikowano uzyskane wyniki. Na końcu w Aneksie A opisano procedurę wyznaczania parametrów sieciowych.

II. Opis próbek

Struktury ELO charakteryzowane w ramach tej rozprawy doktorskiej zostały wytworzone w Laboratorium Wzrostu Struktur Epitaksjalnych Oddziału ON4 IF PAN metodą epitaksji z fazy ciekłej (LPE). Metoda ta polega na wymuszeniu, najczęściej poprzez chłodzenie, wzrostu epitaksjalnego warstwy na podłożu będącym w kontakcie z nasyconym roztworem. Dla potrzeb niniejszej pracy techniką LPE wyhodowano homo i heteroepitaksjalne lateralne warstwy GaAs i GaSb domieszkowane krzemem, odpowiednio, na podłożach GaAs lub GaAs z warstwą buforową GaSb.

Istotnym etapem całej procedury było odpowiednie przygotowanie podłoży. Na odpowiednio oczyszczone podłoża nanoszono warstwę SiO_2 o grubości 100nm i warstwę fotorezystu. Następnie metodą fotolitografii naświetlano wzór równoległych pasków o szerokościach 6 lub 10 μm , oddalonych od siebie co 100 lub 500 μm . W końcu, metodą mokrego trawienia uzyskiwano na podłożu zestaw równoległych okien wzrostowych wolnych od maski SiO_2 . Te okna służyły jako miejsca zarodkowania krystalizowanych warstw ELO. Tak przygotowane podłoże umieszczano w tyglu wzrostowym, którego schemat pokazano na rysunku 2.1. Do otrzymania homoepitaksjalnych warstw GaAs stosowano roztwór Ga-As-Si, natomiast do wytworzenia heteroepitaksjalnych warstw GaSb używano roztworu Ga-Sb-Si. W obu przypadkach roztwory były bogate w gal. Tygiel grafitowy wraz z podłożem i roztworami umieszczano w komorze wzrostowej, którą odpompowywano do ciśnienia $\sim 10^{-5}$ mbar i podgrzewano do temperatury 100°C. Po wystudzeniu reaktora napełniano go czystym wodorem i w takiej atmosferze przeprowadzano wzrost. Wstępnie cały układ wygrzewano w temperaturze nieco wyższej od wzrostowej w celu dosycenia roztworu poprzez płytkę dosycającą GaAs lub GaSb. Następnie przerywano kontakt roztworu z płytką dosycającą i rozpoczynano chłodzenie komory do temperatury wzrostu. Potem przepychano roztwór przez wąską szczelinę nad podłoże i zaczynano programowane chłodzenie układu w celu wymuszenia krystalizacji warstwy. Proces trwał tak długo, aż osiągnięto temperaturę końcową. Wówczas wysuwano podłoże spod roztworu. Temperatury wzrostu dla struktur homoepitaksjalnych GaAs zmieniano w zakresie 500–750°C, zaś szybkości chłodzenia wynosiły 0,1–0,5°C/min. Natomiast dla warstw heteroepitaksjalnych GaSb temperatury wzrostu wynosiły 350–530°C przy szybkościach chłodzenia 0,1–0,3°C/min.



Rys. 2.1. Schemat układu grafitowego tygla do wzrostu warstw metodą LPE.

W homoepitaksjalnych warstwach ELO GaAs okna wzrostowe w masce SiO_2 zorientowano 15° od kierunku $\langle 110 \rangle$, w celu otrzymania dużego stosunku wielkości szerokości paska do jego grubości (tzw. aspect ratio). Dodatkowo, aby otrzymać warstwy ELO o możliwie szerokich skrzydłach okna wzrostu o szerokości $10 \mu\text{m}$ wytrawiono w masce co $500 \mu\text{m}$. W procesie wzrostu koncentracja domieszki w roztworze wynosiła $\sim 2,5 \%$. Otrzymano próbki z odseparowanymi od siebie paskami ELO o typowych szerokościach $\sim 250 - 300 \mu\text{m}$ i grubościach $\sim 15 \mu\text{m}$. Do badań wybierano pojedyncze paski ELO i przeprowadzono ich analizę strukturalną. Wytworzono również homoepitaksjalne próbki, w których okna w masce SiO_2 o szerokości $10 \mu\text{m}$ zorientowane 15° od kierunku $\langle 110 \rangle$ oddalone były od siebie o $100 \mu\text{m}$. W tych eksperymentach proces wzrostu przerywano w takim momencie, aby otrzymać matrycę równo rozłożonych pasków ELO oddalonych nieznacznie od siebie, co pozwoliło zbadać jednorodność takich warstw. Wówczas typowe szerokości tych pasków wynosiły $\sim 85 \mu\text{m}$, natomiast grubości $\sim 9,5 \mu\text{m}$. Poprzez wydłużenie czasu wzrostu, na podłożu z takim oddaleniem sąsiednich okien wzrostowych, było również możliwe wytworzenie próbek z warstwą całkowicie pokrywającą podłoże. Grubość otrzymanej warstwy wynosiła wówczas $12 \mu\text{m}$. W analizowanych próbkach koncentracja Si w roztworze wynosiła 2% .

Heteroepitaksjalne struktury ELO GaSb/GaAs analizowane w ramach tej rozprawy doktorskiej wytworzono na podłożu GaAs (001) pokrytym zrelaksowaną warstwą buforową GaSb o grubości $2 \mu\text{m}$. Warstwę buforową otrzymano metodą epitaksji z wiązek molekularnych (MBE - Molecular Beam Epitaxy). Warstwa ta charakteryzuje się bardzo dużą gęstością dyslokacji. Następnie, jak wspomniano wcześniej, nałożono na nią maskę SiO_2 o grubości 100 nm , w której metodą fotolitografii i chemicznego trawienia otwarto okna wzrostowe zdezorientowane 15° od kierunku $\langle 110 \rangle$ GaAs o szerokości $6 \mu\text{m}$ i rozmieszczone

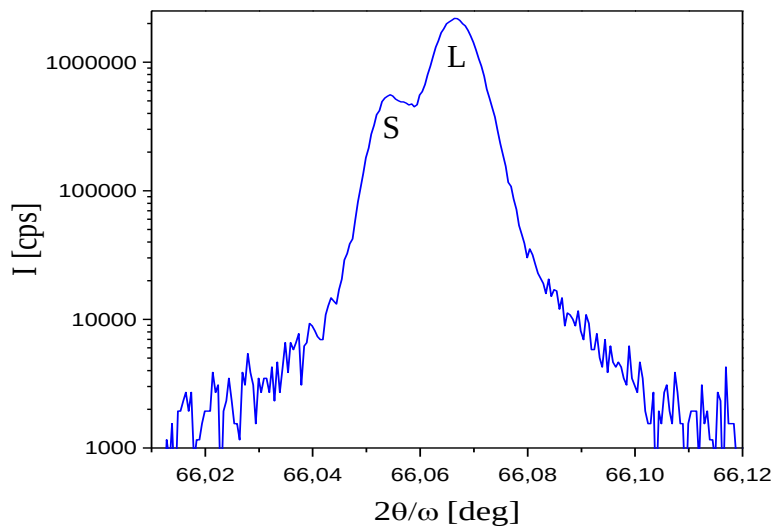
co 500 μm . Na tak przygotowanym podłożu przeprowadzono wzrost domieszkowanej Si warstwy GaSb przy użyciu techniki LPE. Otrzymano warstwy złożone z pasków ELO GaSb:Si o szerokościach $\sim 130 \mu\text{m}$ i grubościach $\sim 18 \mu\text{m}$. Przy dużej odległości okien wzrostowych paski ELO były za wąskie aby stykać się ze sobą. Dalsze szczegóły procedury wzrostowej można znaleźć w pracach [32, 33]. Informacje na temat badanych struktur ELO zebrano w tabeli 2.1.

Nazwa próbki / Próbka	Szerokość okna wzrostowego /Odległość okien wzrostowych	Obiekt badań
ZD72 GaAs:Si/GaAs	10 μm /500 μm	pojedynczy pasek ELO
ZD34 GaAs:Si/GaAs	10 μm /100 μm	kilka pojedynczych pasków ELO
ZD59 GaAs:Si/GaAs	10 μm /100 μm	całkowicie zarośnięta warstwa ELO
ZD174 GaSb:Si/GaSb/GaAs	6 μm /500 μm	kilka pojedynczych pasków ELO

Tabela 2.1. Zestawienie próbek badanych w ramach pracy.

Jak wspomniano, wszystkie badane struktury ELO były domieszkowane krzemem. Miało to na celu zwiększenie anizotropii prędkości wzrostu, tzn. przyspieszenie lateralnego a spowolnienie normalnego wzrostu warstw. W konsekwencji, otrzymano warstwy cieńsze i szersze niż w przypadku braku domieszkowania. Zjawisko to, związane ze spowolnieniem przez domieszki przepływu stopni powierzchniowych, jest wyczerpująco opisane w pracach [34, 35]. Dla celów niniejszej analizy było jednak ważne, że domieszkowanie jednocześnie zmienia właściwości otrzymywanych materiałów. Aby sprawdzić jak istotne są te zmiany przeprowadzono badania strukturalne i elektryczne planarnych warstw GaAs:Si wyhodowanych w tych samych procesach co warstwy ELO, ale na części podłoża pozbawionych maski. Pomiary efektu Halla pokazały dziurowe przewodnictwo elektryczne takich próbek. W zależności od koncentracji Si w roztworze otrzymano koncentracje dziur w zakresie $1 - 7 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$, zaś ich ruchliwości w zakresie $14 - 41 \text{ cm}^2/\text{Vs}$. Mogłoby się wydawać, że jest to wynik niespodziewany – zazwyczaj krzem stosowany jest jako wydajny donor w GaAs. Wiadomo jednak, że podczas wzrostu z roztworów wbudowywanie Si w miejscu Ga (donor) lub w miejscu As (akceptor) zależy od temperatury oraz koncentracji Si i Ga w roztworze. W warunkach wzrostu podobnych do stosowanej tutaj metody wzrostu LPE (niska temperatura, roztwór bogaty w krzem) otrzymuje się materiał typu p [36, 37, 38].

Obecność domieszki krzemu wpływa również na wartość parametru sieciowego GaAs. Jako przykład, na rysunku 2.2 przedstawiono skan $2\theta/\omega$ planarnej warstwy GaAs:Si krystalizowanej w temperaturze 750°C z roztworu zawierającego 2,5% Si. Sprawdzono przy pomocy techniki SIMS (*Secondary Ion Mass Spectrometry*), że koncentracja domieszki w warstwie wynosi kilka razy 10^{19} atomów/ cm^3 . Z rysunku 2.2 widać, że parametr sieciowy warstwy jest mniejszy od parametru sieciowego podłoża. Jest to konsekwencją faktu, iż atom Si ma mniejszy promień jonowy od atomów Ga i As. W konsekwencji, ze względu na efekt rozmiarowy, domieszkowanie powinno zmniejszać stałą sieci GaAs [36, 39]. Taki właśnie efekt zilustrowany jest na rysunku 2.2. Przy największych koncentracjach wbudowanego krzemu uzyskuje się wartości niedopasowania sieciowego warstwy i podłoża $\Delta a/a = 2 \times 10^{-5}$. Podobnie, stała sieci domieszkowanych krzemem warstw GaSb jest mniejsza od stałej sieci niedomieszkowanego GaSb. Wpływ tego efektu na właściwości fizyczne warstw ELO zostanie wyczerpująco przedyskutowany w części 4.2 niniejszej rozprawy.



Rys. 2.2. Krzywe dyfrakcyjne $I(2\theta/\omega)$ refleksu 004 planarnej warstwy GaAs domieszkowanej Si na niedomieszkowanym podłożu GaAs. Koncentracja Si w roztworze 2,5%, temperatura wzrostu 750°C . S – sygnał od podłoża GaAs; L – sygnał od domieszkowanej warstwy. Wartość niedopasowania sieciowego $\Delta a/a = 2 \times 10^{-5}$.

Zależność parametru sieciowego GaAs od koncentracji domieszki Si można oszacować wykorzystując podaną w pracy [40] zależność:

$$\frac{\Delta a}{a} = \beta_s N_d, \quad (2.1)$$

gdzie współczynnik $\beta_s = \frac{4}{\sqrt{3}} \frac{(R_d - R_s)}{aN}$ opisuje efekt rozmiarowy (dla struktury blendy cynkowej), $R_d = 0,117$ nm jest promieniem jonowym atomu domieszki (Si), $R_s = 0,125$ nm jest promieniem jonowym atomów macierzystych, za które podstawiana jest domieszka (As), a jest stałą sieci GaAs, N – jest liczbą atomów macierzystych w komórce elementarnej na cm^3 , N_d jest koncentracją domieszki. Przyjmując koncentrację atomów Si równą $1 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ otrzymuje się wielkość zmiany parametru sieci $\frac{\Delta a}{a} = 1,5 \cdot 10^{-5}$ co jest zgodne z wartościami, jakie uzyskano z pomiarów rentgenowskich.

III. Techniki pomiarowe

3.1. Wysokorozdzielcza dyfraktometria rentgenowska

Dyfrakcja rentgenowska to nieniszcząca technika pomiarowa pozwalająca badać strukturę krystalograficzną kryształów objętościowych, warstw epitaksjalnych oraz półprzewodnikowych układów warstwowych. Wykorzystywana jest do badań struktury krystalograficznej, pozwala uzyskać informacje na temat parametrów sieciowych oraz dezorientacji płaszczyzn sieciowych. Ze względu na charakterystyczne odległości międzyatomowe w sieci krystalicznej ciał stałych, promieniowanie rentgenowskie używane do pomiarów struktury materiałów półprzewodnikowych ma zwykle długość fali $\sim 0,5 - 2,5 \text{ \AA}$. Otrzymuje się je, gdy elektrony o dostatecznej energii kinetycznej są gwałtownie hamowane na anodzie (promieniowanie ciągłe) lub poprzez oddziaływanie przyspieszanych elektronów z elektronami znajdującymi się na wewnętrznych powłokach elektronowych materiału bombardowanej anody (promieniowanie charakterystyczne). Przeprowadzone w tej pracy badania wykonano stosując lampę rentgenowską z anodą miedzaną, której linia $K\alpha_1$ widma charakterystycznego ma długość fali $\lambda = 1,5405980 \text{ \AA}$.

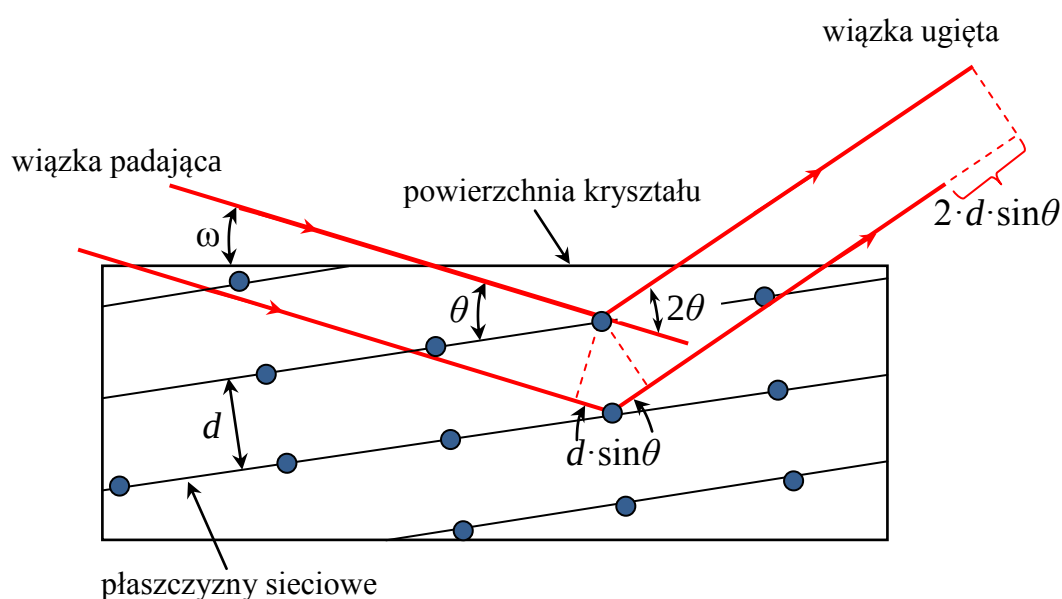
Jeżeli na badany kryształ pada monochromatyczna fala płaska, to aby zaszło zjawisko dyfrakcji musi być spełnione prawo Bragga:

$$n\lambda = 2 \cdot d \cdot \sin\theta \quad (3.1)$$

Równanie to opisuje warunek interferencyjnego wzmocnienia promieniowania odbitego od kryształu (rys. 3.1). Nastąpi ono tylko wtedy, gdy różnica dróg optycznych fali ugiętej na dwóch równoległych płaszczyznach sieciowych (o odległości międzypłaszczyznowej d) jest równa całkowitej wielokrotności długości fali padającej λ . Zatem, zjawisko dyfrakcji rentgenowskiej ma charakter selektywny i następuje tylko wtedy, gdy wiązka promieni pada na odpowiedni zestaw równoległych płaszczyzn sieciowych pod kątem Bragga, oznaczanym jako θ .

Rysunek 3.1 przedstawia geometrię ustawienia kryształu podczas dyfrakcji rentgenowskiej od danej rodziny płaszczyzn sieciowych. Monochromatyczna wiązka promieni rentgenowskich pada na powierzchnię badanej próbki pod kątem ω , zaś na

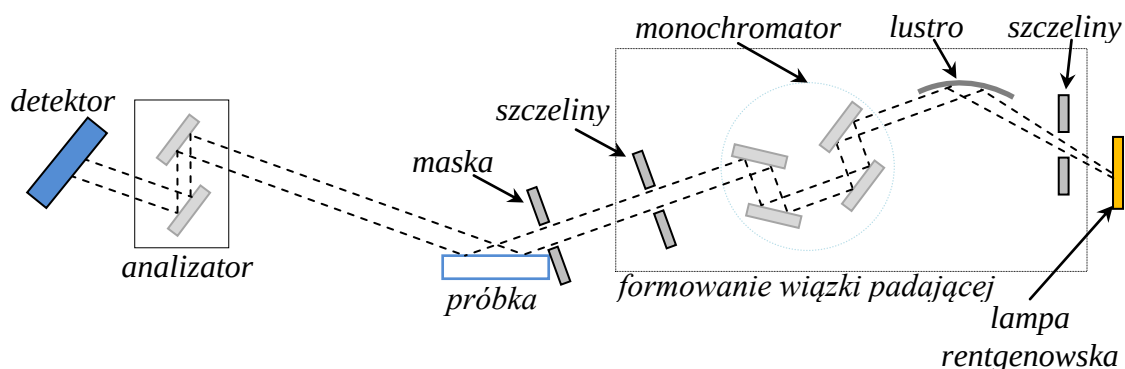
płaszczyzny sieciowe pod kątem θ . Ponieważ powierzchnia kryształu i wybrane płaszczyzny sieciowe nie muszą być do siebie równoległe to zazwyczaj $\omega \neq \theta$. Gdy powierzchnia próbki jest w przybliżeniu równoległa do badanych płaszczyzn sieciowych, tzn. gdy $\omega \cong \theta$, mówimy o pomiarach refleksu symetrycznego. W przeciwnym wypadku wykonujemy pomiary refleksu asymetrycznego ($\omega \neq \theta$). Płaszczyzna jaką tworzy padająca wiązka promieni rentgenowskich z wiązką ugiętą na kryształ nazywana jest płaszczyzną dyfrakcji. Szczegóły specyficznego ustawienia struktur ELO względem wiązki padającej zostaną opisane w rozdziale 3.1.3.



Rys. 3.1. Zobrazowanie warunku Bragga dla kryształu oraz geometria pomiaru dyfrakcyjnego. Kąt ω to kąt padania monochromatycznej wiązki rentgenowskiej na powierzchnię kryształu, zaś 2θ jest kątem pomiędzy wiązką padającą a ugiętą; d jest odległością międzypłaszczyznową badanej rodziny płaszczyzn.

3.1.1. Dyfraktometr wysokorozdzielczy – tryby pracy

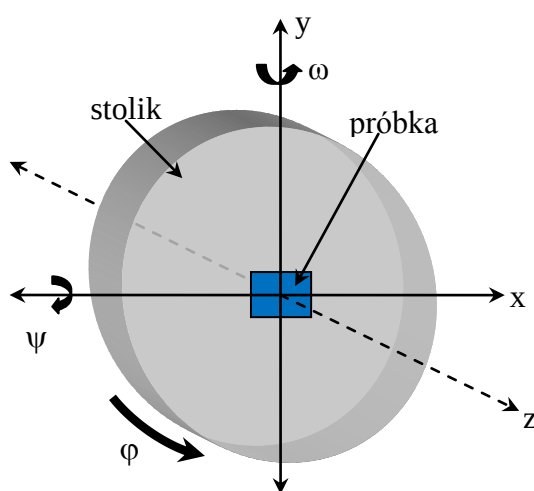
Eksperymenty przeprowadzone w ramach tej pracy zostały wykonane przy użyciu wysokorozdzielczego dyfraktometru X'Pert Pro MRD Panalytical. Schemat przebiegu wiązki promieni X w tym dyfraktometrze pokazano na rys. 3.2.



Rys. 3.2. Schemat przebiegu wiązki w dyfraktometrze X'Pert Pro MRD.

Podstawowe elementy dyfraktometru to lampa rentgenowska, układ formujący wiązkę promieniowania, stolik, na którym umieszcza się badaną próbkę, analizator i detektor. Poniżej zostaną opisane poszczególne części. Jak wspomniano wcześniej promieniowanie rentgenowskie wytwarzane jest w lampie z anodą miedzianą. Układ formujący składa się ze szczeliny wejściowej ograniczającej rozmiar wiązki padającej. Zawiera również paraboliczne zwierciadło (lustro) promieni X, które powoduje zwiększenie natężenia oraz formuje równoległą wiązkę promieniowania [41]. Następnie wiązka monochromatyzowana jest przez monochromator Bartelsa. Złożony jest on z układu kryształów germanowych ciętych asymetrycznie tak, aby nastąpiło czterokrotne odbicie od płaszczyzn (110). Tak uformowana wiązka ma duże natężenie (kilkakrotnie większe w porównaniu z układem bez zwierciadła), jest monochromatyczna – szerokość połówkowa wynosi $\Delta\lambda = 1,54 \times 10^{-4} \text{ \AA}$, a jej rozbieżność kątowa wynosi $\sim 18''$ (dla tego monochromatora ze zwierciadłem) w płaszczyźnie dyfrakcji i około 1° w kierunku pionowym [42, 43]. Typowy przekrój wiązki po wyjściu z układu kształtującego wynosi $1,2 \times 10 \text{ mm}^2$. W stosowanym dyfraktometrze istnieje możliwość formowania wiązki promieniowania rentgenowskiego w kierunku pionowym i poziomym za pomocą szczelin regulowalnych w zakresie 0 – 10 mm. Jednak możliwość dobrego kontrolowania rozbieżności wiązki mamy tylko w płaszczyźnie dyfrakcji. Dlatego w eksperymentach wymagających zawężenia wiązki padającej w obydwu kierunkach stosowano dodatkową maskę ograniczającą pionowy rozmiar wiązki padającej, a umieszczaną tuż przed próbką. Pozwala ona na zawężenie pionowego rozmiaru wiązki padającej na próbkę do 0,5 mm. Ponieważ maska ta znajduje się w niewielkiej odległości od próbki można przyjąć, że długość plamki w kierunku pionowym na powierzchni próbki jest taka sama jak rozwarcie maski.

Tak formowana wiązka rentgenowska oświetla ustalony poprzez szczeliny oraz maskę obszar badanego kryształu. Próbkę mocuje się do stolika pomiarowego, który ma możliwość zmian kątów „ ω ” w zakresie $-20^\circ \div 120^\circ$, „ 2θ ” w zakresie $-40^\circ \div 170^\circ$, „ ϕ ” w zakresie $\pm 360^\circ$ oraz „ ψ ” w zakresie $\pm 90^\circ$ (patrz rys. 3.3). Najmniejszy krok kątowy, o który można obrócić stół dla dowolnego kąta wynosi $0,0001^\circ$. Jednocześnie kontrolowany jest ruch translacyjny próbki wzdłuż osi x i y w zakresie ± 100 mm z najmniejszym krokiem $0,01$ mm oraz wzdłuż osi z w zakresie $0 \div 12$ mm z krokiem $0,001$ mm. Każdy obrót oraz przesuw stolika pomiarowego sterowany jest komputerowo.



Rys. 3.3. Schematyczne zobrazowanie możliwych obrotów oraz przesuwności próbki w dyfraktografie X'Pert Pro MRD.

Promieniowanie rentgenowskie ugięte na badanej próbce jest rejestrowane na dwa sposoby. W pierwszej konfiguracji wiązka trafia bezpośrednio do detektora, natomiast w drugiej przed detektorem umieszcza się analizator. Spełnia on rolę bardzo wąskich szczelin, powodując rozdzielanie pików dyfrakcyjnych o bardzo podobnych kątach dyfrakcji (2θ), co znacząco poprawia dokładność pomiarów. Analizator złożony jest z układu dwóch kryształów Ge ciętych asymetrycznie, ustawionych na refleks 220. Rozbieżność kątowa wiązki po przejściu przez ten układ wynosi $12''$.

Do rejestracji sygnału dyfrakcyjnego w wykorzystywanym dyfraktografie stosuje się zamiennie dwa liczniki proporcjonalne. Jeden z nich zbiera sygnał dyfrakcyjny pochodzący bezpośrednio z próbki, natomiast drugi umieszczono za analizatorem. Licznik proporcjonalny ma charakterystykę liniową w zakresie do 500000 zliczeń/s z poziomem tła <1 zliczenia/s.

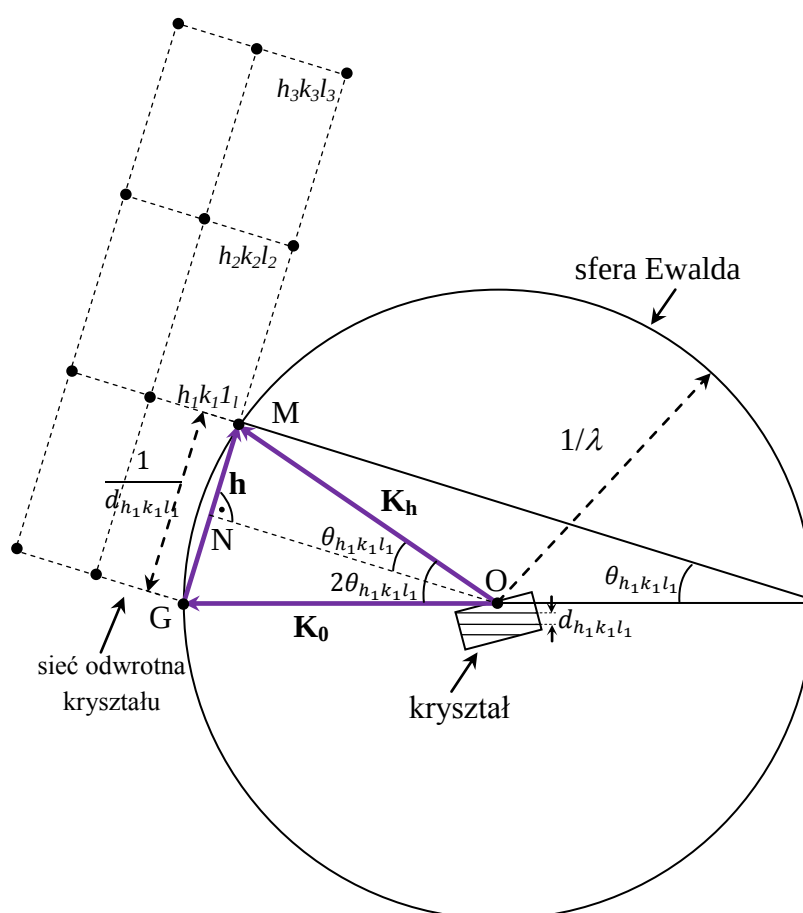
3.1.2. Rodzaje pomiarów wykonywanych za pomocą dyfraktometru

Jak wspomniano wcześniej, zjawisko dyfrakcji promieniowania rentgenowskiego na strukturze krystalicznej zachodzi tylko wtedy, gdy spełnione jest prawo Bragga. Można zapisać je w prosty sposób posługując się siecią odwrotną oraz konstrukcją Ewalda co ułatwia geometryczną interpretację warunków dyfrakcji (rys. 3.4) [44, 45]. W środku geometrycznym sfery Ewalda (punkt O) o promieniu $1/\lambda$ (λ jest długością fali promieniowania rentgenowskiego padającego na próbkę) umieszczony jest badany kryształ. Wiązka promieni rentgenowskich (opisana wektorem $\mathbf{K}_0$) pada na próbkę w punkcie O . Następnie w odległości $1/\lambda$ przebija sferę Ewalda w punkcie G , gdzie znajduje się początek sieci odwrotnej kryształu. Sieć ta jest sprzężona przestrzennie oraz rozmiarowo z siecią rzeczywistą próbki. Na rysunku 3.4 płaszczyzny odbijające promieniowanie rentgenowskie oznaczono wskaźnikami Millera ($h_1k_1l_1$). Interferencyjne wzmocnienie promieniowania odbitego od kryształu nastąpi tylko wtedy, gdy węzeł sieci odwrotnej znajdzie się na powierzchni sfery Ewalda. Kierunek rozchodzenia się wiązki promieniowania ugiętego na płaszczyznach sieciowych ($h_1k_1l_1$) kryształu opisany jest wektorem $\mathbf{K}_h$. Obracając kryształem, obracamy również jego sieć odwrotną i wtedy kolejne jej węzły ($h_2k_2l_2$, itd.) nasuwają się na sferę Ewalda. Z warunku sieci odwrotnej wynika, że jeżeli z początku sieci odwrotnej zostanie poprowadzona normalna do płaszczyzn sieciowych ($h_1k_1l_1$), to odległość od początku sieci odwrotnej (punktu G) do tego węzła (punktu M), wynosi $\frac{1}{d_{h_1k_1l_1}}$. Analizując trójkąty GOM oraz GON na rys. 3.4 można zapisać, iż długość odcinków $|OG| = |OM| = \frac{1}{\lambda}$, oraz $|GN| = |GM| = \frac{1}{2} \cdot \frac{1}{d_{h_1k_1l_1}}$. Wynika stąd, że $\sin \theta_{h_1k_1l_1} = \frac{\lambda}{2 \cdot d_{h_1k_1l_1}}$, czyli dostajemy prawo Bragga dla konkretnej rodziny płaszczyzn sieciowych ($\lambda = 2 \cdot d_{h_1k_1l_1} \cdot \sin \theta_{h_1k_1l_1}$). Stosując rachunek wektorowy warunek Bragga można zapisać w postaci:

$$\mathbf{K}_h = \mathbf{K}_0 + \mathbf{h}, \quad (3.2)$$

gdzie długości wektorów fali padającej i ugiętej wynoszą $|\mathbf{K}_0| = |\mathbf{K}_h| = 1/\lambda$, natomiast $\mathbf{h}$ jest wektorem sieci odwrotnej reprezentującym grupę płaszczyzn sieciowych (hkl), dla których zachodzi dyfrakcja. Długość wektora dyfrakcji wynosi $|\mathbf{h}| = 1/d$ i jest on prostopadły do

kierunku płaszczyzn sieciowych (hkl) dających refleks. Taka interpretacja podstawowego warunku dyfrakcji pozwoli zrozumieć wyniki jakie uzyskuje się podczas pomiarów.

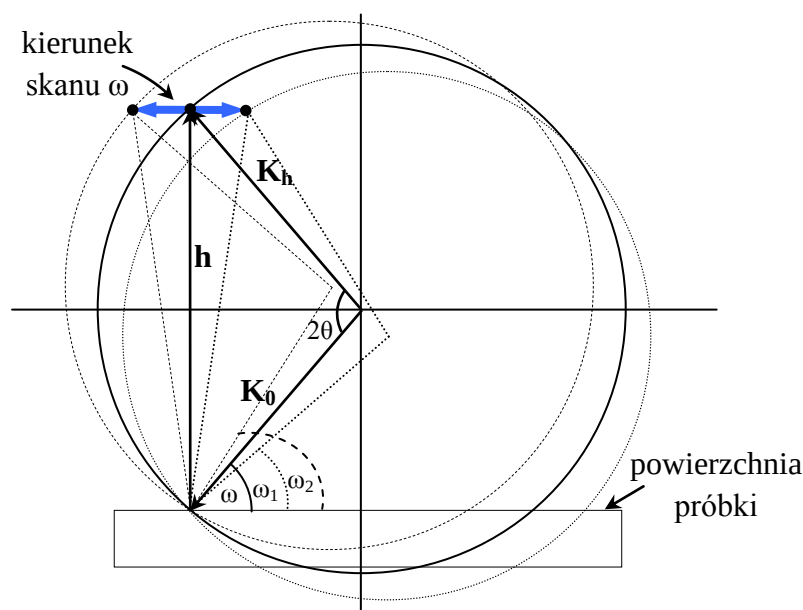


Rys. 3.4. Interpretacja prawa Bragga za pomocą konstrukcji sieci odwrotnej i sfery Ewalda.

Wszystkie pomiary przeprowadzone w ramach niniejszej pracy wykonano w geometrii odbiciowej (tzw. przypadek Bragga – wiązka pierwotna i ugięta leżą po tej samej stronie kryształu) w dwóch konfiguracjach: dwukrystalicznej lub dwuosiowej (tzw. układ *Double Axis* - DA) oraz trójkryształicznej lub trójosiowej (tzw. układ *Triple Axis* - TA). Dla pierwszej z nich wiązka ugięta na próbce wpada bezpośrednio do detektora. Rejestrowana krzywa dyfrakcyjna jest splotem krzywej dyfrakcyjnej układu optyki formującej wiązkę (monochromatora) oraz krzywej dyfrakcyjnej badanej próbki. Konfiguracja trójosiowa realizowana jest wówczas, gdy przed detektorem zostanie umieszczony kryształ analizatora. Wówczas uzyskiwana krzywa dyfrakcyjna jest splotem krzywych dyfrakcyjnych monochromatora, próbki i analizatora. Na kształt oraz szerokość połówkową krzywej

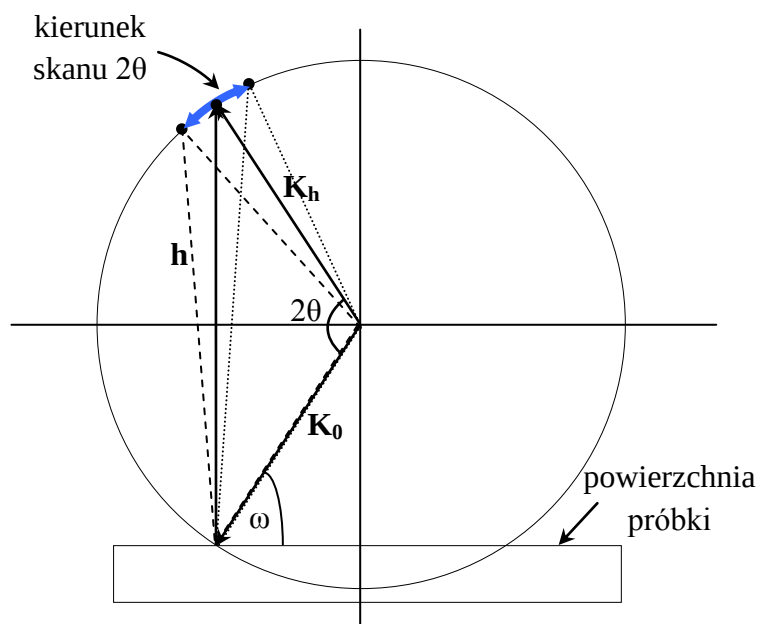
rentgenowskiej ma wpływ wiele czynników. Interpretując dane doświadczalne należy je uwzględnić, w szczególności gdy podejmuje się próby ich symulacji.

Krzywą odbić (*Rocking Curve* – RC) nazywamy krzywą dyfrakcyjną przedstawiającą zależność natężenia promieniowania ugiętego na płaszczyznach sieciowych próbki w funkcji kąta padania promieniowania na powierzchnię próbki – $I(\omega)$. W trakcie pomiaru wiązka padająca pozostaje nieruchoma, próbka obraca się z określoną prędkością kątową (zmienia się więc kąt ω), natomiast kąt 2θ pomiędzy kierunkiem wiązki padającej i ugiętej pozostaje taki sam (detektor jest nieruchomy). W celu właściwej interpretacji krzywej RC warto przedstawić etapy jej powstawania posługując się siecią odwrotną i sferą Ewalda (rys. 3.5). Skanowanie węzła sieci odwrotnej odbywa się po odcinku w kierunku prostopadłym do wektora dyfrakcji $\mathbf{h}$. Zmianie ulega tylko kąt padania wiązki promieniowania na próbkę – ω . Rejestrowane natężenie pochodzi od obszarów o takich samych odległościach międzypłaszczyznowych. Tryb ten pozwala uzyskać informacje o dezorientacji warstwy względem podłoża i nachyleniu ziaren. Zazwyczaj pomiaru krzywej odbić dokonuje się w konfiguracji DA przy szeroko otwartym detektorze. Jednak aby wychwycić subtelne zmiany w skanie ω , pomiar krzywej RC wykonuje się również z wykorzystaniem analizatora. W dalszej części pracy tego typu krzywe oznaczane będą $I(\omega)_{TA}$.



Rys. 3.5. Schematyczne przedstawienie pomiaru krzywej odbić (skanu ω) za pomocą sieci odwrotnej oraz konstrukcji Ewalda.

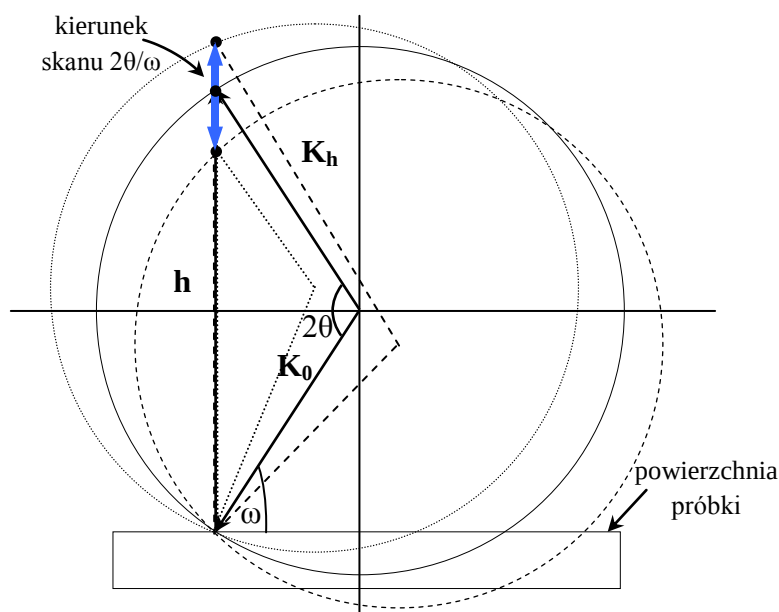
W konfiguracji TA można zmierzyć również inne krzywe dyfrakcyjne takie jak krzywa $I(2\theta)$ – tzw. skan 2θ . W tym modzie pomiaru nieruchoma próbka (stały kąt ω) umieszczona jest w położeniu spełniającym warunek Bragga. Ruchomy detektor rejestruje natężenie promieniowania ugiętego pod różnymi kątami 2θ . Skanowanie węzła sieci odwrotnej odbywa się wzdłuż sfery Ewalda, prostopadłe do wektora wiązki ugiętej $\mathbf{K}_h$ (rys. 3.6). Pomiar ten wykorzystywany jest do wyznaczenia kąta ugięcia θ_0 potrzebnego do wykonania dokładnego pomiaru typu $2\theta/\omega$. Stały kąt padania wiązki pierwotnej na daną rodzinę płaszczyzn sieciowych pozwala na pomiar takich obszarów próbki, które mają różne odległości międzypłaszczyznowe.



Rys. 3.6. Schematyczne przedstawienie pomiaru skanu 2θ za pomocą sieci odwrotnej oraz konstrukcji Ewalda.

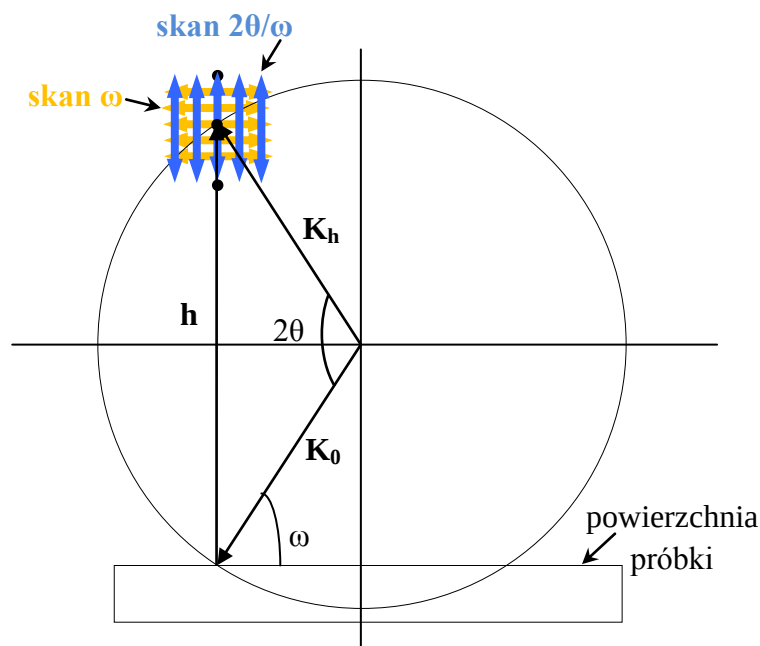
Jedną z najważniejszych krzywych, jakie uzyskuje się podczas pomiaru w konfiguracji TA, jest krzywa $I(2\theta/\omega)$ lub $I(\omega/2\theta)$. Wówczas zmianie ulega zarówno kąt ω jak i 2θ (rys. 3.7). Krzywe dyfrakcyjne otrzymane podczas pomiaru przedstawiają zależność natężenia promieniowania ugiętego na danych płaszczyznach sieciowych w funkcji kąta padania na powierzchnię próbki (ω) lub kąta ugięcia od płaszczyzn sieciowych (θ). Skanowanie węzła przestrzeni odwrotnej odbywa się w kierunku równoległym do wektora dyfrakcji $\mathbf{h}$. Ruch próbki (obróć kąt ω) oraz detektora (obróć kąt 2θ) jest sprzężony w taki sposób, że prędkość kątowa obrotu detektora jest dwa razy większa niż prędkość kątowa obrotu próbki. Krzywe $I(2\theta/\omega)$ wykorzystywane są do wyznaczania odległości

międzyplaszczynowych, a więc parametrów sieci krystalicznej. Rejestrowane natężenie pochodzi od takich obszarów próbki, gdzie kąt nachylenia płaszczyzn sieciowych względem powierzchni jest taki sam.



Rys. 3.7. Schematyczne przedstawienie pomiaru skanu $2\theta/\omega$ za pomocą sieci odwrotnej oraz konstrukcji Ewalda.

Niezwykle istotnym sposobem prezentacji wyników pomiarów dyfrakcyjnych są mapy obrazujące daną rodzinę płaszczyzn sieciowych (dany węzeł sieci odwrotnej) w przestrzeni odwrotnej – tzw. mapy RSM (*Reciprocal Space Map*). Mapa RSM przedstawia trójwymiarowy rozkład dwu połączonych ze sobą krzywych dyfrakcyjnych spośród krzywych: $I(\omega)$, $I(2\theta)$, $I(\omega/2\theta)$ oraz $I(2\theta/\omega)$. Najczęściej, również w tej pracy, mapa składa się z wielu krzywych $I(2\theta/\omega)$ wykonanych dla różnych sprzężonych wartości kąta ω (rys. 3.8). Zebrane na niej krzywe dyfrakcyjne łączone są tak, że w obrazie dwuwymiarowym tworzą zestaw izokonturów różniących się wartością natężenia wiązki ugiętej. Dla idealnego kryształu mapa węzła sieci odwrotnej jest obrazem punktu z charakterystycznym pasmem dynamicznym i pasmami aparaturowymi od monochromatora i analizatora. Wszelkie odstępstwa od takiego kształtu dają informacje o badanym kryształ. Mapy sieci odwrotnej służą do dokładnego wyznaczenia parametrów sieciowych, zobrazowania stanu naprężeń, jak również do określenia stopnia wygięcia płaszczyzn sieciowych, zmozaikowania sieci oraz określania struktury defektowej w badanych strukturach.



Rys. 3.8. Schematyczne przedstawienie powstawania mapy RSM danego węzła (hkl) za pomocą sieci odwrotnej oraz konstrukcji Ewalda.

3.1.3. Teoria dynamiczna dyfrakcji dla kryształów z małą deformacją

Opis procesu dyfrakcji przy pomocy równania Bragga jest pojęciowo prosty, ale bardzo mocno uproszczony. Znacznie pełniej zjawisko to opisywane jest przez dwie powszechnie stosowane teorie. Pierwsza z nich – teoria kinematyczna dyfrakcji Darwina [46] dobrze opisuje wyniki dla kryształów zmozaikowanych. Zakłada się w niej, że fala płaska padająca na kryształ ulega jedynie pojedynczemu odbiciu od każdego atomu w kryształ. W rzeczywistości występują jednak odbicia wielokrotne, których się nie uwzględnia. Dlatego też wprowadzono dynamiczną teorię dyfrakcji [47]. Za jej pomocą można opisać zjawisko dyfrakcji promieni X w kryształach dowolnie zdeformowanych i dla dowolnej fali padającej. W odróżnieniu od teorii kinematycznej teoria dynamiczna uwzględnia wielokrotne odbicia fali padającej w periodycznej sieci punktowych centrów rozpraszających kryształu. Opiera się na założeniu, że wielkości fizyczne takie jak pole indukcji elektrycznej $\mathbf{D}$, pole elektryczne $\mathbf{E}$ oraz podatność elektryczna χ mogą być zdefiniowane jako ciągłe funkcje położenia w każdym punkcie kryształu. Teoria ta wyprowadzona z równań Maxwella, opiera się na następującym podstawowym równaniu teorii dynamicznej dyfrakcji promieni X w ośrodku materialnym:

$$(\Delta + K^2)\mathbf{D}(\mathbf{r}) = -\text{rot rot}[\chi(\mathbf{r})\mathbf{D}(\mathbf{r})], \quad (3.3)$$

gdzie $K = 2\pi/\lambda$ jest długością wektora falowego w próżni,

$\chi(\mathbf{r}) = \frac{-r_0\lambda^2\rho(\mathbf{r})}{\pi}$ jest podatnością elektryczną ośrodka,

$\rho(\mathbf{r}) = |\Psi(\mathbf{r})|^2 \cdot e$ jest funkcją falową elektronów w ośrodku,

$\mathbf{D}(\mathbf{r})$ jest polem indukcji elektrycznej,

e jest ładunkiem elementarnym,

$r_0 = 2,818 \times 10^{-15}$ m jest klasycznym promieniem elektronu.

Teoria dynamiczna uwzględniająca deformację kryształów została niezależnie opisana przez Takagi [48] i Taupina [49] i dlatego nazywana jest teorią Takagi-Taupina (w dalszej części używany będzie skrót teoria T-T). Podstawowe równania teorii T-T zostały rozwiązane analitycznie dla najprostszych przypadków kryształu idealnego, kryształów ze stałym gradientem deformacji oraz kryształów z warstwą przejściową [50]. W innych przypadkach stosuje się rozwiązania numeryczne. Deformacja kryształu wprowadzona została poprzez zdefiniowanie tzw. wektora pola odkształceń $\mathbf{u}(\mathbf{r})$ pokazującego jak dany punkt kryształu zdeformowanego przesuwają się w stosunku do położenia w kryształcie idealnym. Przykładowo, w punkcie $\mathbf{r}$ odkształconego kryształu definiuje się przenikalność elektryczną $\chi(\mathbf{r})$, która jest równa przenikalności elektrycznej w kryształcie idealnym χ^{ideal} w punkcie $\mathbf{r} - \mathbf{u}(\mathbf{r})$:

$$\chi(\mathbf{r}) = \chi^{ideal}(\mathbf{r} - \mathbf{u}(\mathbf{r})). \quad (3.4)$$

Gdy pod uwagę bierze się zwykły przypadek dwóch fal, fali ugiętej w przód i fali odbitej, równania T-T przyjmują swą najprostszą postać opisaną w pracy [51], natomiast pole falowe w kryształcie opisane jest w następujący sposób:

$$\mathbf{D}(\mathbf{r}) = \mathbf{D}_0(\mathbf{r}) \exp(i\mathbf{K}_0\mathbf{r}) + \mathbf{D}_h(\mathbf{r}) \exp(i\mathbf{K}'_h\mathbf{r}), \quad (3.5)$$

gdzie wektor $\mathbf{K}_0$ wybrano równy i dokładnie równoległy do wektora fali padającej,

$\mathbf{K}'_h = \mathbf{K}_0 + \mathbf{h}'$, gdzie $\mathbf{h}' = \mathbf{h} - \text{grad}[\mathbf{h} \cdot \mathbf{u}(\mathbf{r})]$ jest lokalnym wektorem sieci odwrotnej i jest stały w infimezyalnie małym idealnym otoczeniu punktu $\mathbf{r}$.

Jako przykład omówmy zastosowanie równań T-T dla złożonych struktur epitaksjalnych [52]. Wprowadzono następujący układ współrzędnych: oś z skierowana jest prostopadle do powierzchni kryształu a jej początek umieszczony jest na tej powierzchni. Gdy iloczyn $\mathbf{h} \cdot \mathbf{u}(\mathbf{r})$ zależy tylko od współrzędnej z , wówczas mamy do czynienia z przypadkiem naprężonych warstw nałożonych na podłoże, lub warstw zrelaksowanych ale gdy rozważany jest przypadek dyfrakcji symetrycznej. Wprowadzono następujący parametr:

$$\xi(z) = \frac{D_h}{D_0} \quad (3.6)$$

wyrażający stosunek amplitud fali ugiętej do fali ugiętej w przód. Wówczas równanie T-T przyjmuje następującą postać [52]:

$$\frac{d\xi}{dz} = -\frac{iK}{2} \frac{C\chi_h}{\gamma_0} \xi^2 + i\kappa'(z)\xi + \frac{iK}{2} \frac{C\chi_h}{\gamma_h}, \quad (3.7)$$

gdzie $\kappa'(z) = \kappa + \frac{K\chi_0}{2\gamma_h} \left(1 - \frac{\gamma_h}{\gamma_0}\right) + \frac{d(\mathbf{h} \cdot \mathbf{u})}{dz}$,

natomiast $\frac{\kappa}{K} = \sqrt{1 - (\cos\alpha_i - 2\sin\theta_B \sin\varphi)^2} - 2\sin\theta_B \cos\varphi + \sin\alpha_i$.

W równaniu tym $C = \begin{cases} 1 & \text{dla polaryzacji } \sigma \\ \cos 2\theta_B & \text{dla polaryzacji } \pi \end{cases}$ jest czynnikiem polaryzacyjnym

(σ oznacza polaryzację fali padającej w płaszczyźnie normalnej do płaszczyzny padania, zaś π oznacza polaryzację fali padającej w płaszczyźnie równoległej do płaszczyzny padania),

θ_B jest kątem Bragga,

χ_h i $\chi_{\bar{h}}$ oznaczają współczynniki Fouriera podatności dielektrycznej χ ,

$\mathbf{h}$ jest wektorem dyfrakcji,

$\gamma_{0,h} = \cos\langle \mathbf{n}, \mathbf{K}_{0,h} \rangle$,

$\mathbf{n}$ jest wektorem normalnym do powierzchni,

$\mathbf{K}_{0,h}$ są wektorami falowymi odpowiednio fali padającej i ugiętej,

α_i jest kątem pomiędzy wektorem $\mathbf{K}_0$ a powierzchnią próbki,

φ jest kątem pomiędzy wektorem dyfrakcji $\mathbf{h}$ a normalną do powierzchni (φ maleje przy wzroście α_i).

Po wykonaniu szeregu przekształceń równanie T-T postaci (3.7) można doprowadzić do nieco prostszej postaci [53]:

$$\frac{d\xi}{dz} = iC[A(\xi^2 + 1) + 2B\xi], \quad (3.8)$$

gdzie A i B są parametrami. Parametr B zawiera w sobie κ' i jest stały, jeżeli dla warstwy i podłoża człon $\frac{d(h \cdot u)}{dz}$ nie zależy od współrzędnej z . Analitycznym rozwiązaniem tego równania w warstwie jest wyrażenie:

$$\xi(z) = \frac{\xi_0 S + i(A + \xi_0 B) \operatorname{tg}[CS(z - z_0)]}{S - i(B + A\xi_0) \operatorname{tg}[CS(z - z_0)]}, \quad (3.9)$$

gdzie $S = (B^2 - A^2)^{0.5}$ oraz $z = z_0$ dla $\xi = \xi_0$.

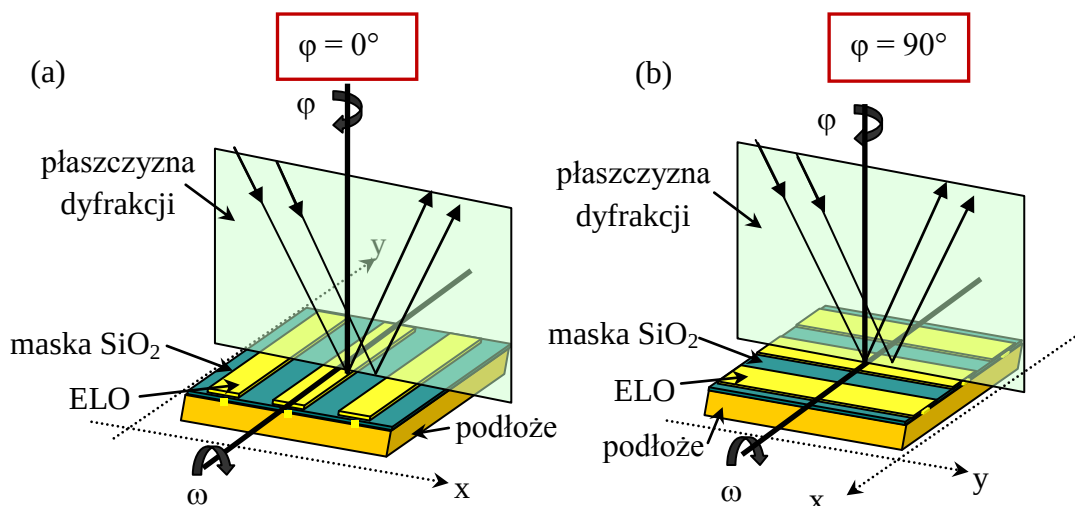
Obliczenia wykorzystujące dynamiczną teorię dyfrakcji T-T są często bardzo skomplikowane. Na szczęście, firma Panalytical oferuje program X'Pert Epitaxy oparty na równaniach teorii T-T (3.7, 3.8). Symulacje krzywych dyfrakcyjnych wykonane za pomocą tego programu pozwalają określić takie parametry struktury jak grubość badanej warstwy, koncentrację domieszki, promień krzywizny. Z krzywych dyfrakcyjnych oraz map sieci odwrotnej można również otrzymać wartości odległości międzypłaszczyznowych dla danych refleksów. Dla potrzeb niniejszej pracy symulacje krzywych dyfrakcyjnych wykonywane były tylko w celu sprawdzenia wartości grubości badanych warstw, wartości promienia wygięcia oraz sprawdzenia położenia maksimum pików dyfrakcyjnych. Zgodnie z dynamiczną teorią rozpraszania promieni X, położenie katowe krzywej dyfrakcyjnej zmierzonej w czasie eksperymentu różni się od położenia katowego pików wyliczonego bezpośrednio z prawa Bragga [54]. Program X'Pert Epitaxy pozwolił na wyznaczenie poprawki związanej z tym przesunięciem.

3.1.4. Pomiary warstw ELO przy użyciu dyfrakcji rentgenowskiej

Jak wspomniano wcześniej, w ramach niniejszej pracy przeprowadzono pomiary rentgenowskie struktur ELO GaAs/GaAs oraz GaSb/GaAs. Wszystkie krzywe dyfrakcyjne, jak również mapy RSM, otrzymano mierząc refleks symetryczny 004 i refleks asymetryczny 335 dla GaAs oraz GaSb. Refleksy te pozwalają zobrazować płaszczyzny sieciowe (100) oraz (110). Jak zostało opisane w Rozdziale II warstwa ELO jest układem krystalicznych pasków wyrosłych z wąskich okien wzrostowych periodycznie rozłożonych na podłożu. Ze względu

na specyficzną budowę, struktury ELO bada się rentgenowsko w dwóch typowych geometriach pomiarowych.

W pierwszej z nich (zwanej dalej geometrią $\varphi = 0^\circ$) próbkę ustawia się tak, że płaszczyzna dyfrakcji jest prostopadła do kierunku okna wzrostowego (rys. 3.9a), tzn. oś obrotu ω jest równoległa do kierunku okna. W tej konfiguracji analiza dyfrakcyjna refleksu symetrycznego czuła jest na dystorsję płaszczyzn sieciowych (100) w kierunku prostopadłym do kierunku okna wzrostowego warstwy ELO.



Rys. 3.9. Geometria pomiarów rentgenowskich struktur ELO.

Aby przejść do drugiej geometrii pomiarowej (zwanej dalej geometrią $\varphi = 90^\circ$) należy obrócić próbkę o kąt $\varphi = 90^\circ$ (rys. 3.9b). Dla takiego ustawienia płaszczyzna dyfrakcji jest równoległa, a oś obrotu ω jest prostopadła do kierunku okien wzrostowych. W tej konfiguracji bada się rozkład płaszczyzn sieciowych wzdłuż pasków warstwy ELO.

Warto powtórzyć, że w każdym pomiarze dyfrakcyjnym uzyskuje się informacje uśrednione po całym obszarze oświetlonym wiązką promieniowania. Nie jest to przeszkodą w przypadku badań kryształów lub planarnych struktur warstwowych o własnościach jednorodnych w płaszczyźnie próbki. Sytuacja jest jednak inna w przypadku badań struktur ELO. Jak było wspomniane wcześniej, w stosowanym dyfraktometrze typowy przekrój wiązki rentgenowskiej wynosi $1,2 \times 10 \text{ mm}^2$. Oznacza to, że przy odległościach okien wzrostowych $S = 100 \text{ }\mu\text{m}$, w pomiarze takim detektor zbiera informacje uśrednione po powierzchni kilkunastu pasków ELO (w dalszej części rozprawy takie warunki określane będą terminem standardowa technika pomiarowa). Chcąc badać przestrzenny rozkład deformacji płaszczyzn sieciowych w warstwach ELO należy maksymalnie ograniczyć szerokość stosowanej wiązki i umożliwić lokalną analizę sieci krystalicznej.

3.2. Technika mikroobrazowania przy użyciu wąskiej wiązki rentgenowskiej – SRXRD

Jak wspomniano, wykorzystując typową wielkość plamki wiązki promieniowania rentgenowskiego (o przekroju $1,2 \times 10 \text{ mm}^2$) podczas analizy strukturalnej warstw ELO oświetla się obszar próbki zawierający kilka/kilkanaście pasków ELO. W takiej konfiguracji fala ugięta na badanej strukturze ma duże natężenie, co pozwala dokładnie obrazować niewielkie dystorsje sieci. Stosunkowo łatwo mierzy się krzywe odbić i mapy RSM w obu geometriach położenia próbki (rys. 3.9). Jednak rejestrowany sygnał zawiera informacje uśrednione z wielu pasków ELO, co znacznie utrudnia interpretację otrzymywanych wyników. Jak już wspomniano, w dalszej części rozprawy pomiar dyfrakcyjny przy użyciu szerokiej wiązki promieniowania rentgenowskiego określany będzie terminem standardowa technika pomiarowa.

Aby zobrazować rozkład naprężeń w strukturach ELO zaistniała potrzeba zastosowania technik pomiarowych pozwalających rejestrować informacje z obszaru o jak najmniejszej powierzchni, przy zachowaniu dużej rozdzielczości kątowej. Umożliwiłoby to pomiar lokalnych dystorsji sieci i ich rozkładu przestrzennego. W ramach niniejszej pracy wykorzystano rozwiniętą w IF PAN technikę dyfrakcji rentgenowskiej o wysokiej rozdzielczości przestrzennej, skrótowo nazwaną techniką SRXRD (*Spatially Resolved X-Ray Diffraction*). Poniżej zostanie pokazane na czym polega ta metoda badawcza i jaka jest jej przewaga nad standardową techniką dyfrakcji rentgenowskiej.

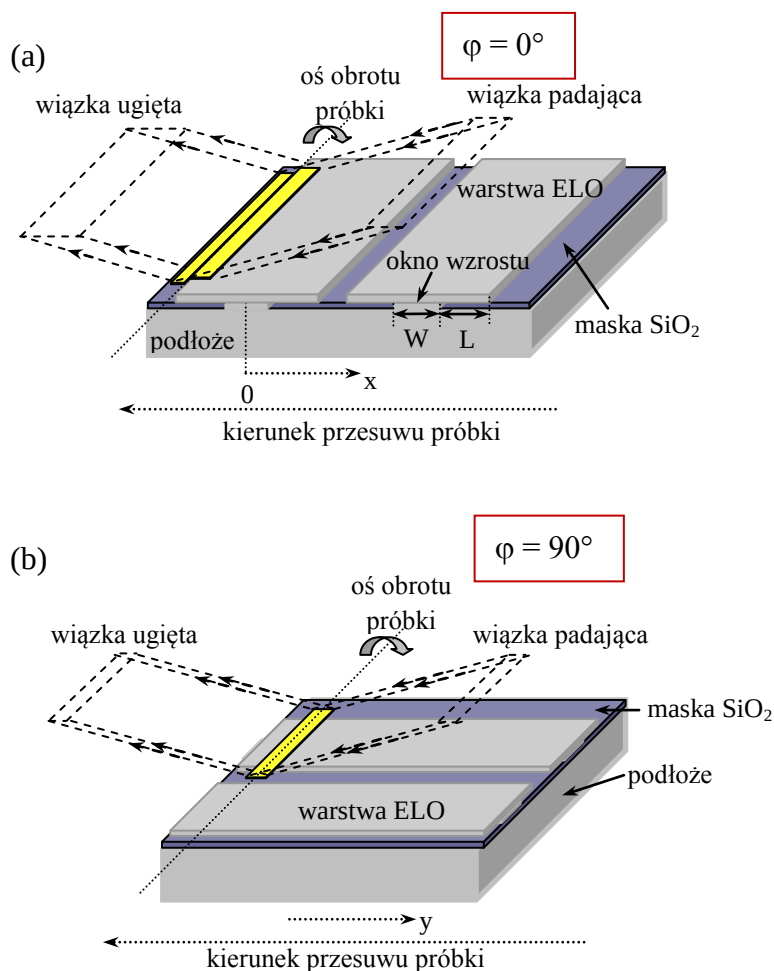
3.2.1. Idea metody SRXRD

Od strony technicznej metoda SRXRD realizowana jest w następujący sposób: szeroka, równoległa wiązka promieniowania rentgenowskiego zawężana jest przy pomocy regulowanych szczelin do rozmiarów $10 \text{ }\mu\text{m} \times 10 \text{ mm}$. Tak jak wspomniano wcześniej, w kierunku osi x (prostopadle do kierunku okien wzrostowych w geometrii $\varphi = 0^\circ$ – patrz rys. 3.9) jej rozbieżność jest dobrze kontrolowana. Gdy istnieje potrzeba zawężenia wiązki pierwotnej w kierunku y (równoległe do kierunku okien wzrostowych w geometrii $\varphi = 0^\circ$), tuż przed badaną próbką umieszcza się metalową maskę.

Rozważmy, co z technicznego punktu widzenia ogranicza możliwości wykorzystania bardzo wąskiej wiązki promieniowania w eksperymencie dyfrakcyjnym. Przy ustalonej geometrii pomiaru i parametrach próbki minimalny rozmiar wiązki determinowany jest poprzez wartość natężenia wiązki ugiętej na badanym kryształcie i poprzez czułość układu detekcyjnego. W standardowej technice pomiarowej przy maksymalnym rozmiarze wiązki padającej $1,2 \times 10 \text{ mm}^2$ w płaszczyźnie prostopadłej do jej kierunku typowa wartość sygnału detektora dla refleksu symetrycznego 004 GaAs w konfiguracji dwuosiowej wynosi kilka razy 10^6 zliczeń na sekundę. Limit detekcji sygnału w wykorzystywanym dyfraktometrze wynosi kilkaset zliczeń na sekundę. Przyjęto, że natężenie wiązki ugiętej, a więc i sygnału detektora, jest proporcjonalne do powierzchni oświetlonej przez wiązkę. Oznacza to, że nawet dla sygnału wzbudzanego wiązką o powierzchni przekroju 10 000 razy mniejszą niż w warunkach standardowej techniki pomiarowej, istnieje możliwość zarejestrowania sygnału ugiętego na badanej strukturze. Innymi słowy, teoretycznie możliwa jest praca z wiązką o przekroju $10 \times 120 \text{ }\mu\text{m}^2$. Należy jednak wspomnieć, iż celem zwiększenia stosunku sygnał/szum dla tak wąskiej wiązki padającej czas zliczania sygnału dyfrakcyjnego musi bardzo wzrosnąć z typowego czasu 0,2 s jaki wykorzystuje się w technice standardowej. To zaś oznacza bardzo istotne wydłużenie czasu pomiaru. Dlatego w niniejszej rozprawie najmniejsze wykorzystywane wiązki promieniowania miały wymiar $10 \times 500 \text{ }\mu\text{m}^2$ przy pomiarze w geometrii $\varphi = 90^\circ$. W geometrii $\varphi = 0^\circ$ zwiększano długość wiązki do 10 mm. Warto też zaznaczyć, że dla ustalonego pola przekroju wiązki wielkość plamki w płaszczyźnie próbki zależy od wartości kąta Bragga badanego refleksu. Przy wiążce o szerokości 10 μm szerokość plamki wiązki padającej dla refleksu symetrycznego 004 wynosi 18,4 μm dla GaAs oraz 19,8 μm dla GaSb.

Ze względu na swoją specyficzną budowę, struktury ELO mocuje się do stolika pomiarowego w taki sposób, aby kierunek okna wzrostowego warstwy był dokładnie równoległy do kierunku dłuższej krawędzi wiązki padającej (geometria $\varphi = 0^\circ$). W części 3.2.4. zostanie pokazane jak to zrobić i dlaczego tak ważne jest równoległe ustawienie pasków ELO w stosunku do wiązki pierwotnej. Zawężona wiązka pierwotna oświetlająca kryształ jest nieruchoma, natomiast można przesuwac stolik z próbka. Ruch próbki odbywa się wzdłuż kierunku x (patrz rys. 3.10) z najmniejszym dostępnym w dyfraktometrze X'Pert Pro MRD krokiem $\Delta x = 10 \text{ }\mu\text{m}$. Dla każdego położenia próbki względem wiązki pierwotnej wykonywany jest pomiar dyfrakcyjny. Taki pomiar nazywany jest dalej „skanowaniem danego obszaru próbki w kierunku x ”. W części 3.2.5. zostanie pokazane jak można

zmniejszyć krok przesuwu w kierunku x wykorzystując skanowanie próbki w kierunku osi z . Dla każdego położenia plamki promieniowania na powierzchni struktury ELO rejestrowane są, w zależności od potrzeb eksperymentu, krzywe dyfrakcyjne $I(\omega)$, $I(2\theta)$, $I(2\theta/\omega)$, lub $I(\omega)_{TA}$ oraz lokalne mapy RSM skanowania węzłów sieci odwrotnej, dające możliwość wychwycenia niewielkich dystorsji sieci w obszarach warstwy i podłoża.



Rys. 3.10. Schematyczne przedstawienie geometrii próbki i wiązki w metodzie SRXRD.

Po przeskanowaniu interesującego obszaru próbki krzywe dyfrakcyjne danego rodzaju zbiera się tworząc trójwymiarowy obraz struktury przedstawiający zależność natężenia wiązki ugiętej od kąta i położenia na próbce. Obraz taki nazywany jest mapą RC.

Takie samo skanowanie można wykonać obracając próbkę o 90° (geometria $\varphi = 90^\circ$), co pozwala na pomiar rozkładu naprężeń i parametrów sieciowych w poprzek badanej struktury (rys. 3.10. b). Zazwyczaj w tej geometrii do formowania wiązki padającej

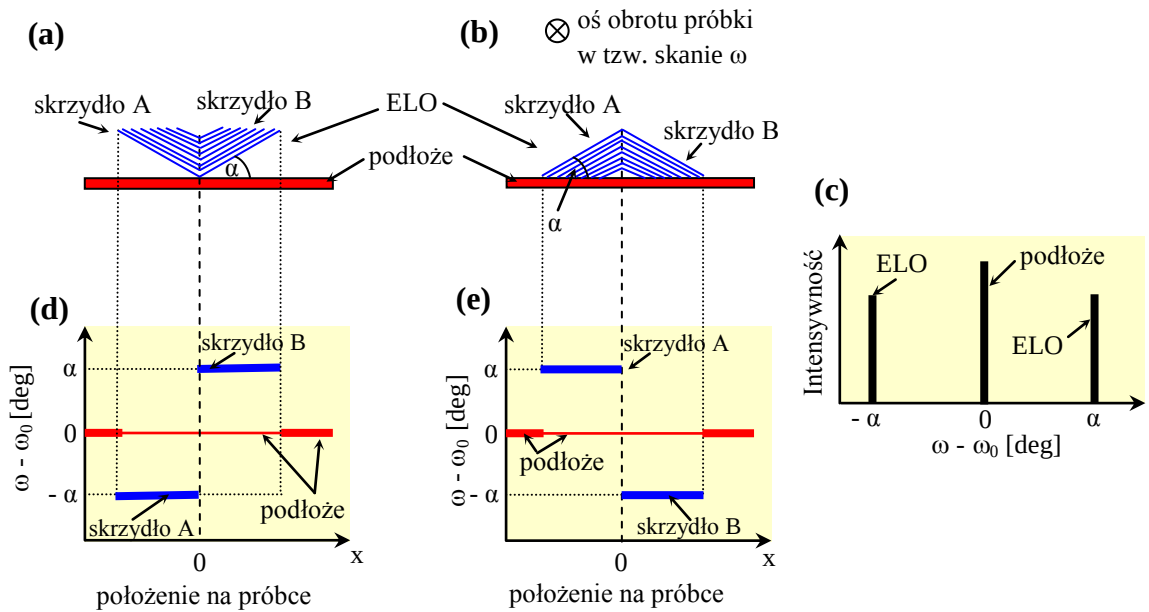
używana jest metalowa maska, aby sygnał dyfrakcyjny pochodził tylko z pojedynczego paska ELO.

3.2.2. Konstrukcja map RC modelowych struktur ELO

Aby pokazać przewagę techniki SRXRD nad standardową metodą dyfrakcyjnej analizy mikrostruktur krystalicznych rozważmy hipotetyczny układ złożony z warstwy ELO oraz podłoża o orientacji (001) o takich samych stałych sieciowych. Załóżmy, że płaszczyzny sieciowe warstwy ELO są wygięte w dwóch kierunkach: w górę (rys. 3.11 a) lub w dół (rys. 3.11 b) ze stałym kątem wygięcia: „ $-\alpha$ ” dla skrzydła lewego (skrzydło A) i „ $+\alpha$ ” dla skrzydła prawego (skrzydło B). Jeżeli próbki te będą oświetlane wiązką promieniowania rentgenowskiego o szerokości większej niż pojedynczy pasek ELO, wówczas w geometrii $\varphi = 0^\circ$ otrzymana krzywa odbić będzie miała kształt taki jak pokazano na rysunku 3.11c. Krzywa ta zawiera 3 sygnały dyfrakcyjne pochodzące od płaszczyzn sieciowych podłoża w położeniu $\omega = \omega_0$ oraz od pochyłonych płaszczyzn sieciowych skrzydeł w położeniach $\omega - \omega_0 = -\alpha$, i $\omega - \omega_0 = \alpha$. Różnica w lokalizacji sygnału pochodzącego od warstwy ELO świadczy o dezorientacji jej płaszczyzn sieciowych w stosunku do podłoża i daje ich maksymalny kąt wygięcia. Przy tak dobranych warunkach pomiarowych (tzn. szerokiej wiązce padającej) nie można rozpoznać, który z sygnałów dyfrakcyjnych pochodzi od lewego, a który od prawego skrzydła. Innymi słowy, krzywa odbić wykonana z wykorzystaniem szerokiej wiązki rentgenowskiej dla struktur na rys. 3.11 a i rys. 3.11b będzie identyczna. To oznacza, że kształt krzywej odbić wykonanej przy standardowych warunkach pomiarowych pozwala określić wielkość wygięcia płaszczyzn sieciowych warstwy, ale chcąc poznać kierunek wygięcia trzeba stosować dodatkowe metody pomiarowe.

Znacznie więcej informacji o wygięciu płaszczyzn sieciowych można uzyskać wykorzystując technikę SRXRD. Wynik pomiaru przedstawiony jest na mapach RC (rys. 3.11 d i e) we współrzędnych $(\omega - \omega_0)$ i x . Kiedy wiązka rentgenowska, znacznie węższa niż pasek ELO, oświetla obszar podłoża po lewej stronie poza paskiem warstwy ELO rejestrowany jest pojedynczy sygnał dyfrakcyjny podłoża dla położenia kąтового $\omega = \omega_0$. Ten sygnał pokazany jest na mapie jako czerwona pozioma linia. Gdy próbka zostanie przesunięta wzdłuż osi x tak, aby padająca wiązka oświetlała lewą krawędź paska ELO, wówczas rejestrowane krzywe odbić zawierają dwa piki: jeden od podłoża (dla $\omega = \omega_0$), a drugi od warstwy w położeniu kątowym $\omega = \omega_0 - \alpha(x)$ (dla struktury z rys.3.11a) lub $\omega = \omega_0 + \alpha(x)$

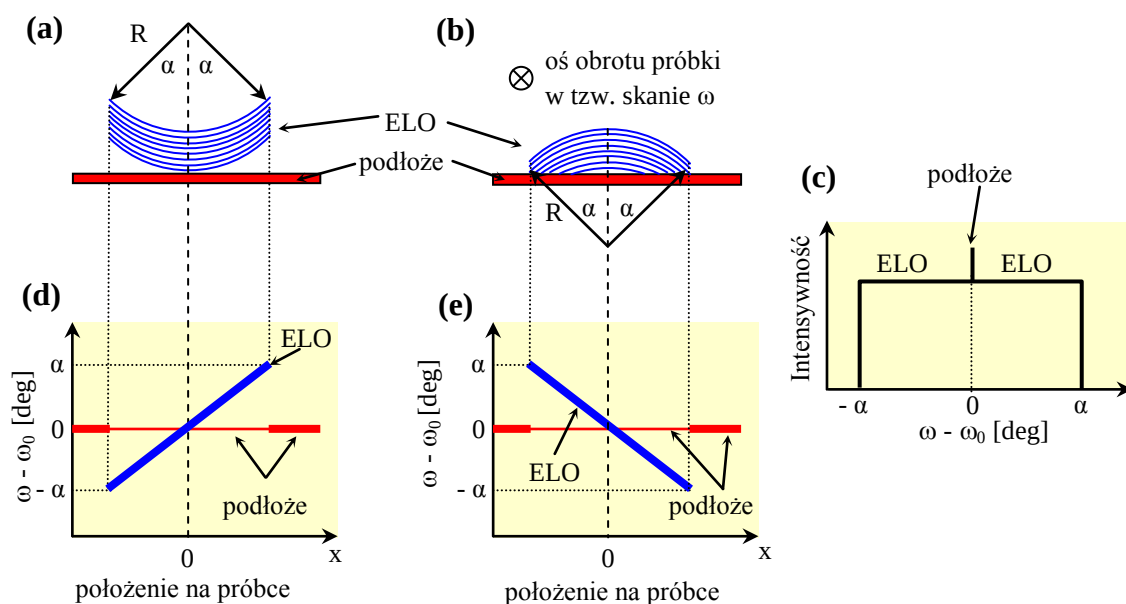
(dla struktury z rys. 3.11b). Jednocześnie natężenie sygnału podłożowego ulega osłabieniu z powodu tłumienia wiązki padającej i ugiętej przez warstwę ELO. Przesuwamy próbkę wzdłuż osi x w lewą stronę i rejestrujemy krzywe dyfrakcyjne z kolejnych miejsc na skrzydle A struktury ELO. Płaszczyzny sieciowe skrzydła A wygięte są pod stałym kątem w stosunku do niewygiętych płaszczyzn sieciowych podłoża. Zatem maksima kolejnych krzywych dyfrakcyjnych nie zmieniają swojego położenia kąтового. Gdy wiązka zaczyna oświetlać prawe skrzydło paska ELO (skrzydło B), wówczas rejestrowane krzywe odbić również zawierają dwa piki, jeden od podłoża (w $\omega = \omega_0$) a drugi od warstwy w położeniu kątowym $\omega = \omega_0 + \alpha(x)$ (rys. 3.11 d) lub $\omega = \omega_0 - \alpha(x)$ (rys. 3.11 e). Tak jak poprzednio, kąt wygięcia płaszczyzn sieciowych jest taki sam w poprzek całego skrzydła, tylko z przeciwnym znakiem. Gdy wiązka promieniowania padającego opuści powierzchnię warstwy, wówczas na mapie ponownie widoczny jest tylko sygnał od podłoża.



Rys. 3.11. Hipotetyczny układ ELO, w którym płaszczyzny sieciowe warstwy są wygięte w górę (a) lub w dół (b). Zamieszczono kształt teoretycznej krzywej odbić (c) wykonanej w warunkach standardowej techniki pomiarowej oraz mapy RC na rys. (d) i (e) wykonane techniką SRXRD, odpowiednio dla struktur (a) i (b). Paski ELO oraz oś obrotu próbki ułożone są w głąb płaszczyzny rysunku. Geometria $\varphi = 0^\circ$.

Podobnie jak w technice standardowej, mapa RC pozwala łatwo zmierzyć maksymalny kąt wygięcia płaszczyzn sieciowych α badanej warstwy ELO. Co ważniejsze, z kształtu mapy RC można jednoznacznie określić kierunek wygięcia płaszczyzn sieciowych struktury. Jak widać na rys. 3.11d, gdy płaszczyzny sieciowe warstwy wygięte są w górę to

wraz z przesuwaniem się wiązki padającej w kierunku x po pasku ELO położenie kątowe piku warstwy rejestrowane jest najpierw dla kąta mniejszego od ω_0 , a następnie dla większego od ω_0 . Sytuacja jest dokładnie odwrotna, gdy płaszczyzny sieciowe warstwy wygięte są w dół (rys. 3.11e). To niezmiernie istotna zaleta techniki SRXRD w porównaniu ze standardową wersją metody dyfrakcji rentgenowskiej.



Rys. 3.12. Hipotetyczny układ ELO, w którym płaszczyzny sieciowe warstwy są wygięte w górę (a) lub w dół (b), ze stałym promieniem wygięcia. Zamieszczono również kształt teoretycznej krzywej odbić wykonanej w warunkach standardowej techniki pomiarowej (c) oraz mapy RC na rys. (d) i (e) wykonane techniką SRXRD, odpowiednio dla struktur (a) i (b). Paski ELO oraz oś obrotu próbki ułożone są w głąb płaszczyzny rysunku. Geometria $\varphi = 0^\circ$.

Taką samą analizę można przeprowadzić dla hipotetycznego układu ELO o bardziej skomplikowanym rozkładzie płaszczyzn sieciowych. Przykładowo, na rys. 3.12 pokazano układ złożony z warstwy ELO oraz podłoża o orientacji (001) o takich samych stałych sieciowych. Założono, że płaszczyzny sieciowe warstwy ELO wygięte są w dwóch kierunkach: w górę (rys. 3.12a) lub w dół (rys. 3.12b) ze stałym promieniem krzywizny R . Stosując identyczne rozumowanie jak poprzednio, na rysunku 3.12c przedstawiono kształt teoretycznej krzywej odbić. Wykonano ją w geometrii $\varphi = 0^\circ$, z zastosowaniem wiązki padającej o szerokości większej niż szerokość pojedynczego paska ELO. Krzywa ta jest szeroka, co wskazuje na dezorientację płaszczyzn sieciowych warstwy w stosunku do podłoża. Zawiera ona centralny pik dla kąta padania $\omega = \omega_0$ pochodzący od dyfrakcji wiązki

na płaszczyznach sieciowych podłoża i centralnej części warstwy ELO. Szerokość połówkowa tej krzywej odbić określa maksymalną wartość kąta wygięcia płaszczyzn sieciowych α warstwy ELO. Tak jak w poprzednim przypadku, takie warunki pomiarowe pozwalają określić wielkość wygięcia, natomiast nie ma możliwości określenia kierunku wygięcia płaszczyzn sieciowych warstwy ELO.

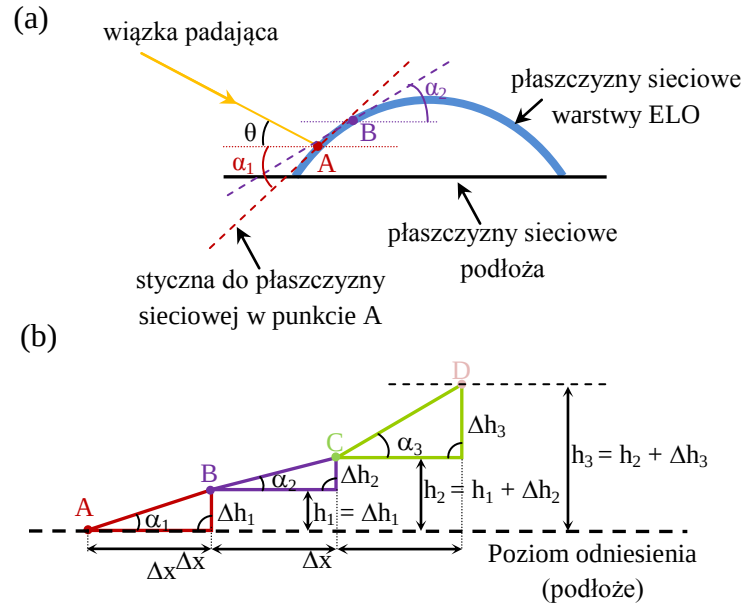
Kształt map RC różni się od tych dla poprzedniego przypadku. Spowodowane jest to liniowymi zmianami kąta wygięcia płaszczyzn sieciowych z położeniem w poprzek badanego paska. Tak jak poprzednio istotne jest, iż z kształtu mapy RC można jednoznacznie określić kierunek wygięcia płaszczyzn sieciowych struktury. Jak widać na rys. 3.12d i rys. 3.12e, położenie katowe piku warstwy liniowo zwiększa się wraz z przesuwaniem się w kierunku x po pasku ELO gdy warstwa wygięta jest w górę, natomiast zmniejsza się gdy warstwa wygięta jest w dół.

3.2.3. Pomiar rozkładu oraz promienia krzywizny płaszczyzn sieciowych

Jak pokazano wcześniej, technika SRXRD pozwala rejestrować mapy RC będące prezentacją przestrzennego rozkładu maksimum sygnału dyfrakcyjnego na obszarze próbki. W łatwy sposób można zmierzyć rozkład wielkości kąta wygięcia w kierunku skanowania paska ELO:

$$\alpha(x) = \omega(x) - \omega_0. \quad (3.3)$$

Jeżeli promień krzywizny R płaszczyzn sieciowych warstwy ELO jest stały, wówczas rozkład $\alpha(x)$ zmienia się liniowo ze wzrostem wartości x (patrz rys. 3.12). W ogólności krzywa $\alpha(x)$ określa lokalne nachylenie płaszczyzn sieciowych warstwy ELO w stosunku do położenia tych płaszczyzn w podłożu, natomiast nachylenie krzywej $\alpha(x)$ (tzn. jej pochodna) pozwala wyznaczyć lokalny promień wygięcia płaszczyzn sieciowych.



Rys. 3.13. Schemat wyznaczania kształtu płaszczyzn sieciowych z lokalnych krzywych odbić (a). Na rysunku (b) zaznaczono wielkości potrzebne do wyznaczenia tego rozkładu.

Rysunek 3.13a przedstawia schemat postępowania przy wyznaczaniu kształtu płaszczyzn sieciowych w oparciu o zmierzony rozkład kąta ugięcia $\alpha(x)$. Zaznaczono na nim dwa punkty A i B oddalone od siebie o odległość Δx równą krokowi pomiarowemu, o jaki przesuwano próbkę. W każdym punkcie pomiarowym (A, B, ...) rejestrowano lokalne krzywe odbić. Zaznaczono styczne do płaszczyzn sieciowych w każdym punkcie pomiarowym. Kąt pomiędzy tą styczną a prostą równoległą do płaszczyzn sieciowych podłoża jest lokalnym kątem nachylenia płaszczyzn warstwy ELO. Wyznacza się go z różnicy pomiędzy kątowym położeniem piku podłożowego i piku warstwy:

$$\alpha_i(x) = \omega_i(x) - \omega_0, \quad (3.4)$$

gdzie $i = 1, 2, 3, \dots$ oznacza kolejny krok pomiarowy.

Tak jak pokazano to na rys. 3.13b, mierząc różnicę kątową sygnału dyfrakcyjnego warstwy i podłoża oraz znając odległość pomiędzy punktami pomiarowymi, można w łatwy sposób wyznaczyć wartości różnicy wysokości na jakiej znajdują się kolejne punkty płaszczyzny sieciowej wykorzystując prostą zależność trygonometryczną:

$$\Delta h_i = \Delta x \cdot \tan \alpha_i. \quad (3.5)$$

Jako poziom odniesienia przyjęto położenie płaszczyzn sieciowych podłoża, tzn. w pierwszym punkcie pomiarowym, gdy wiązka rentgenowska zaczyna oświetlać krawędź paska ELO przyjmuje się $\Delta h = 0$. Aby wyznaczyć kształt płaszczyzn sieciowych (h_k), do każdej wyznaczonej wartości różnicy wysokości dodaje się poprzednią wartość:

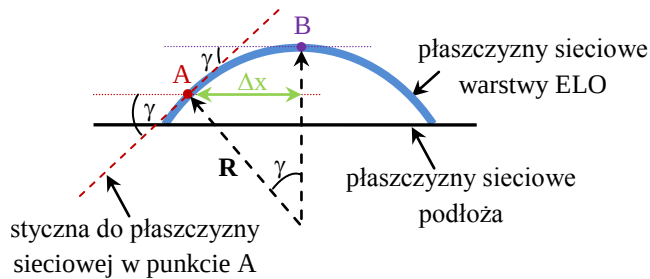
$$h_k = \Delta h_i + \Delta h_{i+1}. \quad (3.6)$$

Te proste obliczenia pozwalają na wyznaczenie kształtu płaszczyzn sieciowych $h_k(x)$ w zakresie skanowania próbki. Warto zaznaczyć, że omówiona procedura to nic innego niż numeryczne całkowanie krzywej $\alpha(x)$. Ponieważ

$$\alpha(x) = \frac{dh(x)}{dx}, \quad (3.7)$$

więc

$$h(x) = \int \alpha(x) \cdot dx. \quad (3.8)$$



Rys. 3.14. Schemat wyznaczania promienia krzywizny płaszczyzn sieciowych.

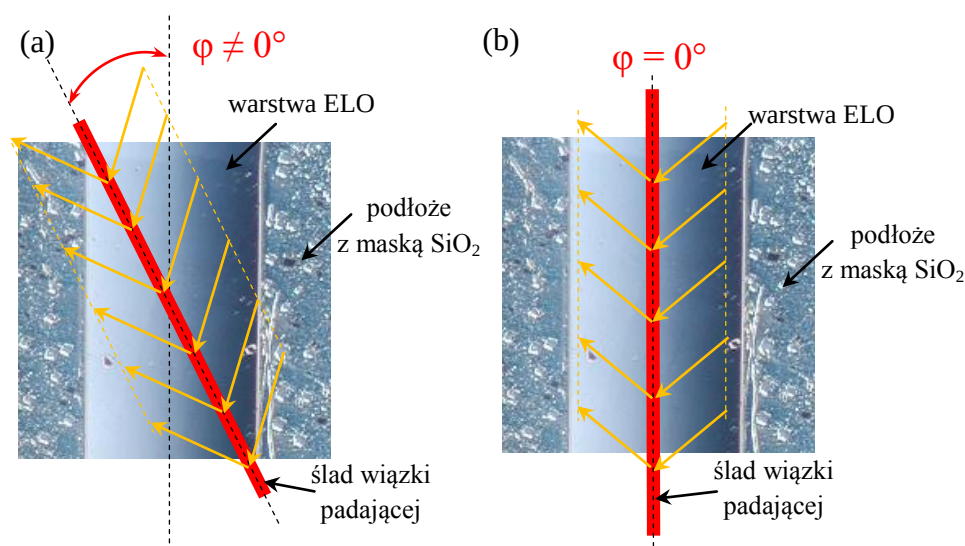
Podobnie, rejestrując lokalne krzywe odbić w punktach równo od siebie oddalonych można wyznaczyć rozkład promienia wygięcia badanych płaszczyzn sieciowych. Rys. 3.14 prezentuje schemat geometrii pomiaru promienia krzywizny. Znając położenia katowe pików warstwy i podłoża w kolejnych punktach oświetlania próbki (na rysunku zaznaczono dwa punkty A i B) i korzystając z prostych zależności trygonometrycznych otrzymuje się zależność:

$$R = \frac{\Delta x}{\sin \gamma}, \quad (3.9)$$

gdzie $\gamma = \omega_{i+1} - \omega_i$. Wartości ω_{i+1} oraz ω_i są kątami, dla jakich lokalna krzywa odbić osiąga maksimum w punkcie pomiarowym i oraz $i+1$. W części eksperymentalnej niniejszej rozprawy omówione wyżej procedury zostaną wykorzystane do obliczenia kształtu płaszczyzn sieciowych warstw ELO i rozkładu lokalnego promienia ich krzywizny.

3.2.4. Justowanie położenia wiązki padającej

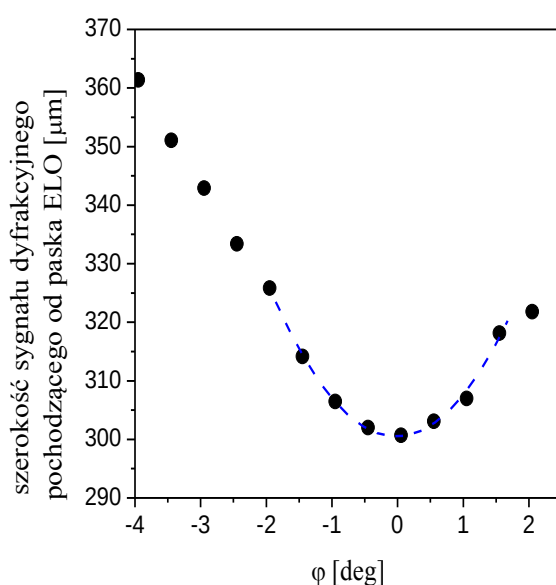
Z przedstawionych wyżej rozważań wynika, że wysoka rozdzielczość przestrzenna techniki SRXRD jest osiągnięta jedynie wówczas, gdy pierwotna wiązka promieniowania jest bardzo wąska i gdy w geometrii $\varphi = 0^\circ$ jej dłuższa krawędź jest dokładnie równoległa do kierunku okna wzrostowego. W przeciwnym wypadku wiązka (nawet po jej zawężeniu) oświetla w kierunku x szeroki obszar próbki, wskutek czego detektor zbiera sygnał pochodzący od fragmentów warstwy cechujących się różnym wygięciem (patrz rys. 3.15). Procedura ustawiania wąskiej wiązki pierwotnej względem próbki jest dosyć uciążliwa. Aby wstępnie ustawić paski ELO równoległe do osi y , należy próbkę przymocować do stolika pomiarowego używając mikroskopu. Nie jest to jednak procedura bardzo precyzyjna i popełniany błąd odchylenia położenia próbki od wymaganego może wynosić kilka stopni. Dlatego też, po zainstalowaniu stolika w dyfraktometrze należy ten błąd skorygować.



Rys. 3.15. Schematyczne przedstawienie obrazu wąskiej wiązki padającej na pojedynczy pasek ELO. Niewłaściwe ustawienie wiązki padającej względem paska ELO (a) powoduje poszerzenie sygnału dyfrakcyjnego w porównaniu z właściwym jej ustawieniem (b).

Opracowana w ramach pracy procedura precyzyjnego justowania położenia kąтового próbki wykorzystuje fakt, iż na mapie RC rozciągłość przestrzenna sygnału od warstwy odpowiada szerokości paska ELO (patrz rys. 3.11 i 3.12). Jeśli próbka ustawiona jest względem wiązki pod kątem $\varphi \neq 0^\circ$ (rys. 3.15a), to z mapy RC odczytuje się większą szerokość paska ELO niż w warunkach $\varphi = 0^\circ$.

Aby ustawić dłuższą krawędź śladu wiązki padającej dokładnie równolegle do badanego paska ELO, po wstępnym ręcznym ustawieniu próbki na stoliku, wykonuje się precyzyjne skanowanie pojedynczego paska ELO dla różnych kątów φ w zakresie kilku stopni. Na tym etapie kąt φ regulowany jest jedynie obrotem stolika, a więc bardzo precyzyjnie. Z każdej mapy RC mierzy się jak szeroko rejestrowany jest sygnał dyfrakcyjny pochodzący od badanego paska ELO, a następnie wykreśla zależność zmierzonej szerokości w funkcji kąta φ . Przykład takiej zależności zmierzonej dla pojedynczego paska warstwy ELO GaAs:Si o szerokości $\sim 300 \mu\text{m}$ przedstawiono na rys. 3.16. Jak widać, istnieje położenie próbki względem wiązki pierwotnej, dla której zależność zmierzonej szerokości sygnału dyfrakcyjnego pochodzącego od paska ELO od kąta φ ma wartość minimalną. Takie położenie katowe odpowiada warunkowi $\varphi = 0^\circ$ i w takim położeniu możliwy jest dokładny pomiar realnej szerokości badanego paska ELO. Dla innych wartości kątów φ obserwowane jest sztuczne, geometryczne poszerzenie szerokości paska.

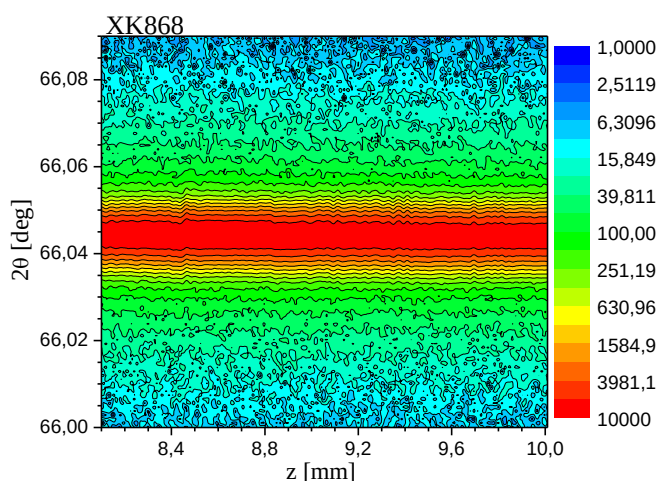


Rys. 3.16. Przykład zależności szerokości sygnału dyfrakcyjnego pochodzącego od paska ELO zmierzonej z mapy RC od kąta φ jaki tworzy dłuższa krawędź padającej wiązki rentgenowskiej z kierunkiem okna wzrostowego paska.

Warto podkreślić, że taką procedurę justowania położenia kąтового wykonywano zawsze po zamocowaniu do stolika nowej próbki. Dopiero potem przystępowano do właściwych pomiarów. Opracowana procedura jest pracochłonna, gdyż wymaga pomiaru co najmniej kilku map RC dla różnych kątów φ . Wydaje się jednak, że tylko w taki sposób można skorygować błąd wynikający z nieprecyzyjnego ustawienia próbki w dyfraktometrze.

3.2.5. Skanowanie próbek w kierunku x i z

Jak wynika z konstrukcji dyfraktometru, stolik z próbką można przesuwąć w kierunku x z najmniejszym krokiem $\Delta x = 10 \mu\text{m}$. Krok przesuwu można jeszcze zmniejszyć, jeśli zależy nam na zbieraniu krzywych dyfrakcyjnych z obszarów próbki leżących bliżej siebie. Możliwość taka występuje wówczas, gdy wykorzystamy przesuw próbki wzdłuż osi z z najmniejszym krokiem pomiarowym $\Delta z = 1 \mu\text{m}$ (patrz rys. 3.3 w rozdziale 3.1.1). Przemieszczanie stolika w kierunku z powoduje, iż wiązka padająca zmienia swoje położenie na powierzchni próbki wzdłuż osi x. Związek pomiędzy przesuwami w obu kierunkach wynika z geometrii pomiaru. Przy kroku $\Delta z = 1 \mu\text{m}$ dla refleksu symetrycznego 004 warstwy GaAs uzyskuje się $\Delta x = 1,54 \mu\text{m}$, zaś dla takiego samego refleksu warstwy GaSb $\Delta x = 1,71 \mu\text{m}$.



Rys. 3.17. Mapa RC podłożowej płytki GaAs:Si (100) pokazująca zmiany kąta Bragga w przypadku skanowania próbki w kierunku z.

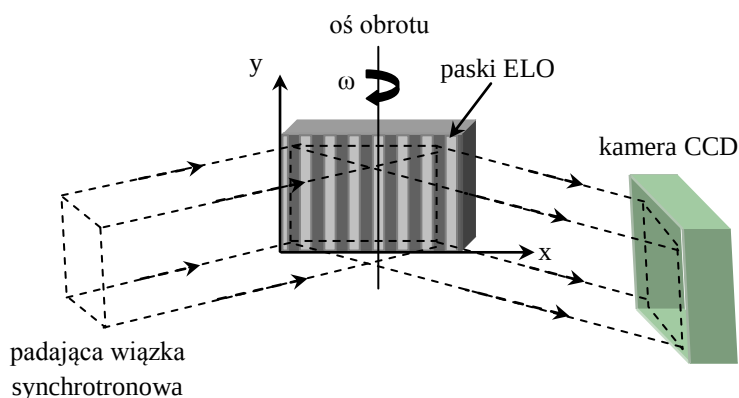
Warto jednak pamiętać, że skanując próbkę wzdłuż osi z zmieniamy warunki dyfrakcji. Nasuwa się więc pytanie czy otrzymane w ten sposób wyniki nie są zafałszowane poprzez zmianę geometrii pomiaru. W celu odpowiedzi na to pytanie zmierzono mapę RC płytki podłożowej GaAs wykonując skanowanie wzdłuż osi z na odcinku ~ 2 mm, co odpowiada skanowi w kierunku x na odcinku ~ 3 mm. Wyniki przedstawia mapa RC pokazana na rys. 3.17. Widać, iż podczas zmiany położenia próbki wzdłuż osi z w zakresie ~ 2 mm nie obserwuje się zmian stałej sieci. Zatem w trakcie pomiaru spełnione są warunki dyfrakcji w szerokim zakresie zmian współrzędnej przestrzennej z . W niniejszej pracy stosowano skanowanie próbek wzdłuż osi z , gdy ważne było, aby krzywe dyfrakcyjne zbierane były z mniejszym krokiem pomiarowym. Taka możliwość jest przydatna, gdy trzeba dokładnie zobrazować rozkład naprężeń na małym obszarze. Dla przykładu, w warstwach całkowicie zarośniętych obszar zrostu sąsiednich pasków ELO jest bardzo wąski, ale właśnie tam obserwuje się dużą dystorsję sieci. Wówczas wykorzystanie bardzo precyzyjnego przesuwu jest niezwykle korzystne.

Podsumowując, procedura doświadczalna stosowana w tej rozprawie była następująca: po założeniu nowej próbki jej położenie w dyfraktometrze było justowane zgodnie z recepturą omówioną w części 3.2.4. Następnie przeprowadzono standardowe pomiary dyfrakcyjne w geometriach $\varphi = 0^\circ$ i $\varphi = 90^\circ$ w celu uzyskania uśrednionych informacji o strukturze. Dopiero w następnym kroku dla tej samej struktury stosowano technikę SRXRD celem uzyskania informacji o lokalnej dystorsji sieci i jej rozkładzie przestrzennym. Dane zebrane za pomocą tych dwóch technik były analizowane w celu precyzyjnego wyznaczenia rozkładu naprężeń oraz defektów w strukturach ELO.

3.3. Obrazowanie deformacji sieci warstw ELO synchrotronową techniką RCI

Do pomiaru rozkładu naprężeń w strukturach ELO zastosowano komplementarną technikę pomiarową obrazowania deformacji sieci krystalicznej za pomocą lokalnych krzywych odbić tzw. technikę RCI (*Rocking Curve Imaging*) wykorzystującą synchrotronowe źródło promieniowania rentgenowskiego [55]. Ta część pracy omawia na czym polega metoda RCI i jakie są jej zalety/wady w porównaniu z wykorzystywanymi technikami laboratoryjnymi. Ze względu na krótki dostępny czas pomiarowy technikę RCI wykorzystano do analizy jedynie dwóch próbek: struktury GaAs:Si/GaAs z pojedynczymi paskami ELO oraz próbki ELO GaSb na podłożu GaAs. Celem tych badań była weryfikacja i ewentualnie korekta wyników uzyskanych na tych samych próbkach laboratoryjną techniką SRXRD.

Technika RCI łączy w sobie cechy topografii rentgenowskiej o wysokiej rozdzielczości przestrzennej oraz dyfraktometrię rentgenowską o wysokiej rozdzielczości kątowej. Wszystkie pomiary RCI omawiane w tej pracy wykonano na wiązce ID19 w ESRF w Grenoble. Schemat wykorzystywanego układu pomiarowego pokazuje rys. 3.18.



Rys. 3.18. Schemat układu pomiarowego w technice RCI dla geometrii pomiarowej $\varphi = 0^\circ$.

Idea metody RCI jest następująca: monochromatyczna, szeroka ($1 \times 4 \text{ cm}^2$) wiązka synchrotronowa o energii 11 keV (długość fali promieniowania $1,1279 \text{ \AA}$) oświetlała strukturę ELO tak, aby było spełnione prawo Braga dla badanych refleksów (refleks symetryczny 004 dla GaAs i GaSb). Pomiary wykonywano w dwóch geometriach $\varphi = 0^\circ$ i $\varphi = 90^\circ$ zdefiniowanych wcześniej. Próbkę mocowano w osi goniometru. Pozwalał on na

precyzyjny obrót próbki w pobliżu kąta Bragga z małym krokiem kątowym, wokół osi prostopadłej do płaszczyzny dyfrakcji (oś obrotu ω zaznaczona na rysunku). Wiązka ugięta na badanej próbce trafiała do detektora, którym była kamera CCD. Dla każdej pozycji kątowej próbki rejestrowano jej cyfrowy obraz dyfrakcyjny, złożony z wielu (~150 - 500) lokalnych krzywych odbić. Wysoką rozdzielczość przestrzenną w technice RCI uzyskano dzięki dobrej rozdzielczości cyfrowego układu detekcyjnego. Zastosowana kamera CCD (FReLoN camera) wyposażona jest w matrycę o rozmiarach 2048×2048 pikseli z rozmiarem jednego piksela $1,4 \mu\text{m}$ [56]. Taka budowa układu detekcyjnego umożliwia zapis rozkładu intensywności wiązki ugiętej na próbce z mikrometrową rozdzielczością przestrzenną. W każdym pikselu odwzorowywany jest konkretny obszar próbki i rejestrowana jest zależność natężenia w funkcji kąta dyfrakcji. Cyfrowe obrazy wykonane dla każdego położenia kątowego próbki zbierane są w całość tworząc mapy RCI. Dane pomiarowe analizowane są przez specjalnie napisany do tego celu program Visrock [57].

Główną zaletą techniki RCI jest jej wysoka rozdzielczość przestrzenna w porównaniu z zastosowanymi technikami laboratoryjnymi. Jak wspomniano, możliwość taka wynika z małego rozmiaru piksela w stosowanym detektorze, jak również z bardzo wysokiej intensywności wiązki promieniowania generowanego przez synchrotron. Analizując refleksy symetryczne 004 dla GaAs i GaSb, obraz rejestrowany przez pojedynczy piksel kamery zbierany jest z obszaru $\sim 3,5 \times 1,4 \mu\text{m}^2$ odpowiednio wzdłuż osi x i y . Rzeczywista długość wiązki ugiętej w kierunku x jest nieco większa, ze względu na szerokość jednego piksela i kąt padania dla mierzonych refleksów. Z kolei, ze względu na brak analizatora, rozdzielczość kątowa pomiaru jest nieco mniejsza niż uzyskiwana w wysokorozdzielczych dyfraktometrach rentgenowskich. Jednak z punktu widzenia użytkownika głównym ograniczeniem metody RCI jest konieczność stosowania synchrotronowego źródła promieniowania. Dostęp do stanowiska pomiarowego jest trudny i odpowiednia aplikacja o czas pomiarowy musi być przygotowywana z bardzo dużym wyprzedzeniem – w przypadku ESRF ok. 1 roku. Nie jest to zatem technika umożliwiająca łatwą i szybką charakteryzację otrzymywanych struktur. Dlatego w niniejszej rozprawie traktowano technikę RCI jako uzupełnienie badań laboratoryjnych z użyciem konwencjonalnych lamp rentgenowskich i metody SRXRD. W szczególności, należało sprawdzić czy przyjęte milcząco założenie, że warstwy ELO GaAs są wystarczająco jednorodne wzdłuż paska ELO, czyli wzdłuż długości wąskiej wiązki (tzn. w kierunku y w geometrii $\varphi = 0^\circ$) jest prawdziwe.

3.3.1. RCI – interpretacja danych doświadczalnych w programie Visrock

Zmieniając kąt ω w zakresie ± 0.25 stopnia wokół kąta Bragga rejestruje się w postaci cyfrowej ponad 500 topogramów rentgenowskich. Każdy topogram to 2048×2048 pikseli, z których każdy odpowiada punktowi o wymiarach $3,5 \times 1,4 \mu\text{m}^2$ na powierzchni próbki. Analiza tak ogromnej ilości danych zebranych w pojedynczym pomiarze RCI wymaga dedykowanego oprogramowania. W tej pracy dane eksperymentalne opracowywano przy pomocy programu Visrock generującego trójwymiarowy obraz rozkładu sygnału dyfrakcyjnego od próbki. Program Visrock umożliwia pokazanie wyników w różnych reprezentacjach dobieranych w zależności od potrzeb eksperymentu. Poniżej omówione są tylko te, które wykorzystano do analizy uzyskanych danych doświadczalnych:

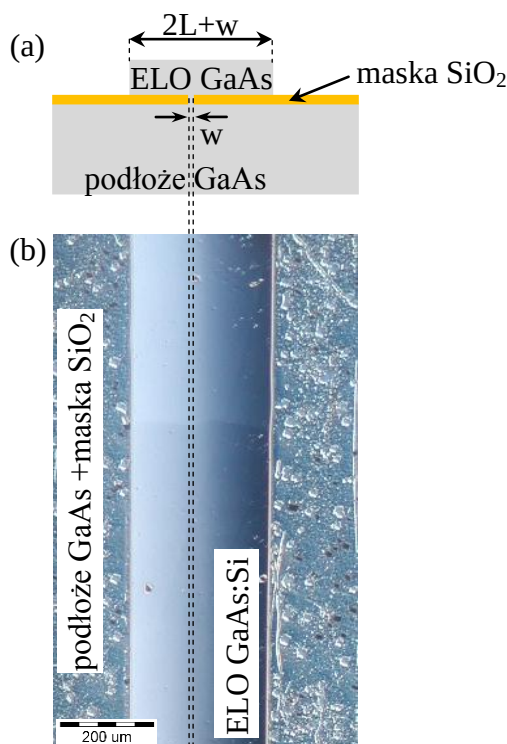
- 1) obraz MAXIMUM INTENSITY przedstawiający rozkład we współrzędnych (x, y) maksymalnej intensywności lokalnych krzywych odbić; taka reprezentacja pozwala analizować lokalną dystorsję sieci oraz jakość krystalograficzną próbki,
- 2) obraz MAXPOS pokazujący rozkład przestrzenny (x, y) wartości kąta ω , dla którego krzywa odbić osiąga maksimum. Tego typu mapy pozwalają badać rozkład kąta wygięcia oraz zmiany krzywizny próbki. Bardzo łatwo rozróżnia się sygnały pochodzące od domieszkowanej warstwy ELO oraz nedomieszkowanego podłoża,
- 3) obraz FWHM – mapa pokazująca wartości szerokości lokalnych krzywych odbić dla każdego piksela; pozwala analizować lokalne zaburzenia jakości krystalograficznej próbki.

Program Visrock pozwala również na wizualizację trójwymiarowych cięć map RCI. W prezentowanej pracy jest to ważne, gdyż umożliwia porównanie wyników synchrotronowych z otrzymanymi na tych samych próbkach laboratoryjną techniką SRXRD. Poprzez wycięcie z trójwymiarowej mapy RCI sygnału dyfrakcyjnego dla ustalonej wartości y , uzyskuje się zestaw lokalnych krzywych odbić $I(\omega)$ w funkcji położenia na próbce x . Zatem jest to taka sama mapa RC jaką otrzymuje się metodą SRXRD, z tą różnicą, iż sygnał pochodzi z obszaru, którego rozciągłość w kierunku y wynosi jedynie $1,4 \mu\text{m}$.

IV. Wyniki doświadczalne i ich interpretacja

4.1. Charakterystyka naprężeń i defektów w pojedynczym pasku ELO GaAs

Pomiary rozkładu naprężeń w warstwach ELO rozpoczęto od najprostszej struktury – pojedynczego paska GaAs:Si/GaAs. Na rys. 4.1 przedstawiono schemat badanej struktury (a) oraz jej zdjęcie (b) wykonane przy użyciu mikroskopu optycznego z różnicowym kontrastem Nomarskiego. Szerokość okna wzrostu wynosi $w = 10\ \mu\text{m}$, natomiast szerokość badanego paska $2L + w = 300\ \mu\text{m}$. Widoczna na zdjęciu różnica kontrastu pomiędzy dwoma skrzydłami warstwy ELO świadczy o wygięciu powierzchni paska.



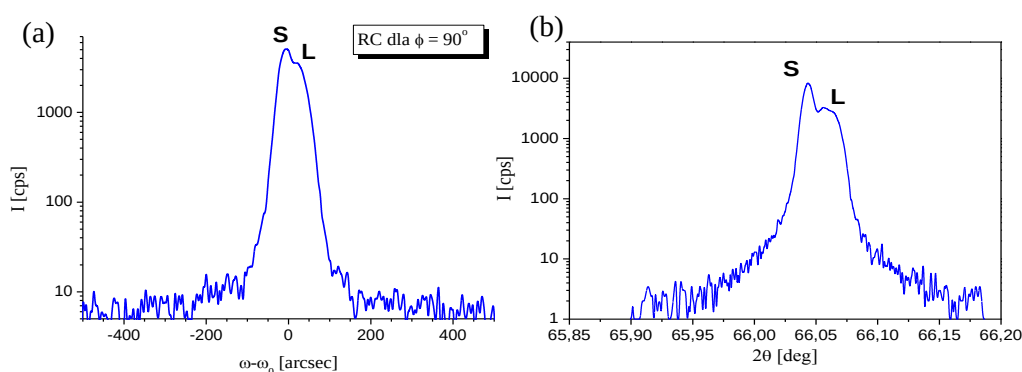
Rys. 4.1. Schemat przekroju pojedynczego paska ELO GaAs:Si/GaAs (a) oraz zdjęcie próbki wykonane przy użyciu mikroskopu optycznego z różnicowym kontrastem Nomarskiego (b). Szerokość paska oznaczono jako $2L + w$, natomiast szerokość okna wzrostowego jako w .

Może to, ale nie musi, wskazywać na deformację sieci krystalicznej warstwy ELO. W celu dokładnej analizy rozkładu naprężeń w tej strukturze, w szczególności określenia wygięcia jej płaszczyzn sieciowych, wykorzystano metody dyfrakcji rentgenowskiej.

Tak jak zostało opisane to w części 3, w celu wstępnego zobrazowania sieci krystalicznej warstwy ELO najpierw zastosowano standardową technikę dyfrakcji rentgenowskiej. Następnie dla tej samej próbki wykonywano pomiary techniką SRXRD. Pozwoliło to zobrazować lokalne zmiany parametrów sieciowych oraz dystorsji sieci.

4.1.1. Pomiar podstawowych parametrów krystalograficznych dla pojedynczego paska ELO

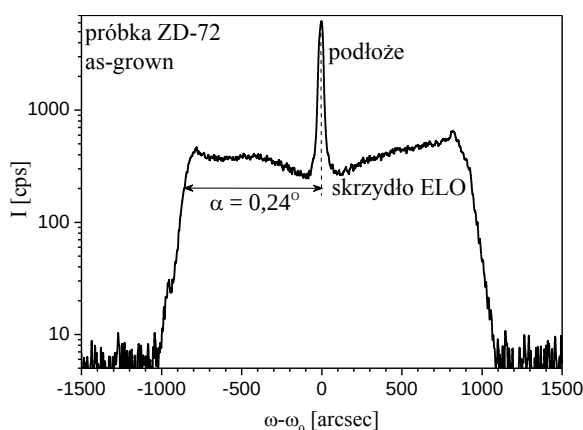
W pierwszej kolejności wykonano pomiary dyfrakcyjne pojedynczego paska warstwy ELO GaAs domieszkowanej Si na podłożu GaAs, przy użyciu standardowej techniki dyfrakcyjnej. Szerokość badanego paska wynosiła $2L+w = 300 \mu\text{m}$, natomiast grubość warstwy $t = 14,6 \mu\text{m}$, co zostało zmierzone na przełomie warstwy przy użyciu mikroskopu optycznego z różnicowym kontrastem Nomarskiego. Ponieważ w tym przypadku szerokość padającej wiązki rentgenowskiej była znacznie większa niż odstęp kolejnych okien wzrostowych ($500 \mu\text{m}$) na próbce odsłonięto tylko jeden pasek ELO, podczas gdy pozostała powierzchnia próbki została zakryta ołowianą folią. Rysunek 4.2 przedstawia krzywe dyfrakcyjne zmierzone w geometrii $\varphi = 90^\circ$. Wykonano je przy standardowych warunkach dyfrakcji w konfiguracji DA.



Rys. 4.2. Krzywe $I(\omega)$ (a) oraz $I(2\theta/\omega)$ (b) struktury ELO GaAs:Si na podłożu GaAs zmierzone w geometrii pomiarowej $\varphi = 90^\circ$. Na rysunku (b) widoczne są piki od niedomieszkowanego podłoża (S) i domieszkowanej warstwy GaAs (L).

Na rysunku 4.2a pokazano krzywą RC wykonaną dla refleksu symetrycznego 004, bez analizatora. Krzywa ta zawiera dwa piki pochodzące od niedomieszkowanego podłoża (na rys. 4.2a oznaczone S) oraz domieszkowanej warstwy ELO (na rys. 4.2a oznaczone L). Szerokość połówkowa tej krzywej wynosi $2\alpha = \text{FWHM}_{\varphi=90^\circ} = 61''$.

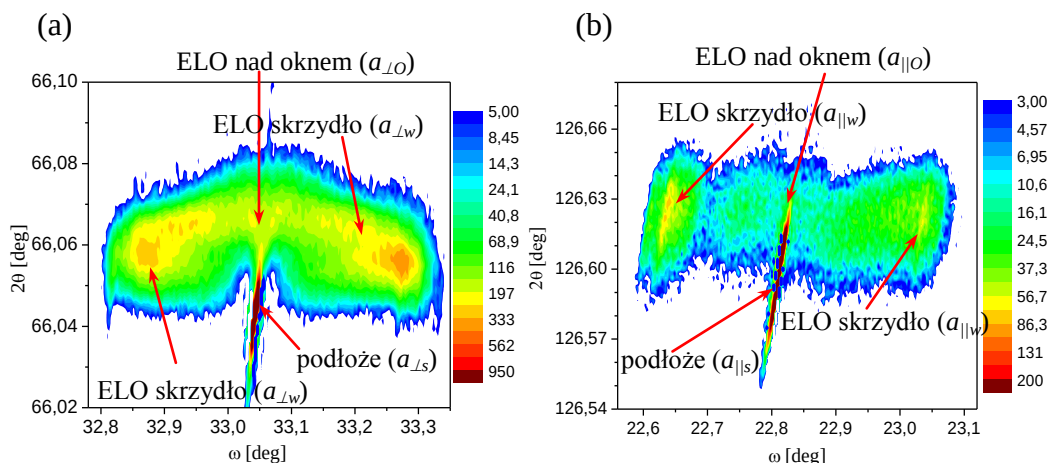
Na rysunku 4.2b pokazano krzywą dyfrakcyjną $I(2\theta/\omega)$. Dwa maksima na tej krzywej świadczą o występowaniu dwóch stałych sieciowych w badanej strukturze. Pochodzą one od niedomieszkowanego podłoża oraz domieszkowanej warstwy. Domieszka Si powoduje zmniejszenie stałej sieci GaAs z $a_{\perp S} = (5,65399 \pm 2 \cdot 10^{-4}) \text{ \AA}$ do $a_{\perp L} = (5,65284 \pm 1,3 \cdot 10^{-3}) \text{ \AA}$. Parametry sieciowe struktury w całej pracy wyznaczano zgodnie z procedurą opisaną w Aneksie A. Krzywe dyfrakcyjne, jak również mapa sieci odwrotnej (nie pokazana tutaj) wykonane w tej geometrii wskazują na dobrą jakość warstwy ELO wzdłuż okien wzrostowych. Jeżeli wzdłuż paska ELO występuje jakakolwiek deformacja płaszczyzn sieciowych, to jest ona niewielka.



Rys. 4.3. Krzywa odbić struktury ELO GaAs:Si na podłożu GaAs zmierzona w geometrii pomiarowej $\varphi = 0^\circ$.

Analiza wyników doświadczalnych otrzymanych w geometrii $\varphi = 0^\circ$ jest znacznie bardziej skomplikowana. Jak wspomniano wcześniej, w tym przypadku rentgenowska krzywa odbić odwzorowuje rozkład płaszczyzn sieciowych w poprzek paska ELO. Krzywa RC zmierzona w tej geometrii (rys. 4.3) jest bardzo szeroka i zawiera 3 maksima: środkowe pochodzące od niedomieszkowanego podłoża GaAs oraz boczne pochodzące od lewego i prawego skrzydła warstwy ELO. Jej kształt jest podobny do krzywej teoretycznej pokazanej na rys. 3.12c w rozdziale 3.2.2. Podobnie jak tam, zaznaczono kąt $\alpha = 0,24^\circ$, którego wartość jest połową szerokości połówkowej krzywej odbić. Tak szeroki rozkład sygnału

dyfrakcyjnego z wyróżniającym się pikiem podłożowym może wskazywać na wygięcie warstwy ELO. Jednak aby jednoznacznie określić przyczynę poszerzenia krzywej RC należy zmierzyć mapę RSM badanego węzła.



Rys. 4.4. Mapy przestrzeni odwrotnej reflektu symetrycznego (004) (a) oraz reflektu asymetrycznego (335) (b) w jednostkach sieci rzeczywistej zmierzone w geometrii $\varphi = 0^\circ$.

Rysunki 4.4a i 4.4b pokazują mapy RSM z analizatorem reflektu symetrycznego 004 i asymetrycznego 335 tej próbki. Na obu mapach zaznaczono sygnały dyfrakcyjne pochodzące od centralnej części warstwy ELO oraz od jej skrzydeł i od niedomieszkowanego podłoża. Charakterystyczna cecha obu map to poszerzenie sygnału dyfrakcyjnego warstwy ELO w kierunku współrzędnej ω . Pozwala to jednoznacznie stwierdzić, iż płaszczyzny sieciowe warstwy ELO są wygięte. Określając na mapie RSM położenie ω centralnej części ELO i skrzydeł można zmierzyć maksymalny kąt wygięcia płaszczyzn (001) $\alpha = 0,24^\circ$. Zmierzona wartość kąta jest taka sama jak połowa szerokości krzywej odbić z rys. 4.3. To ważna informacja, gdyż pomiar krzywych odbić jest dużo szybszy niż rejestracja całej mapy RSM. Wynik ten nie jest przypadkowy. Wykonano szereg takich pomiarów dla pojedynczych pasków ELO innych próbek. Dla każdego z nich obserwowano ten sam efekt. Zatem, gdy istnieje potrzeba szybkiego sprawdzenia wielkości kąta wygięcia płaszczyzn sieciowych warstwy ELO, należy wykonać najprostszy pomiar krzywej RC w warunkach standardowych.

Analiza map RSM pozwala jednoznacznie wywnioskować, iż poszerzenie krzywej odbić zarejestrowanej w warunkach standardowych w geometrii $\varphi = 0^\circ$ (rys. 4.3) związane jest z wygięciem płaszczyzn sieciowych (001) w poprzek badanego paska ELO GaAs:Si/GaAs. Podobnie szerokie krzywe odbić rejestrowano także dla struktur ELO GaN [58, 23, 59] otrzymywanych techniką MOVPE. Również tam poszerzenie związane jest

z wygięciem płaszczyzn sieciowych warstwy. Jednak w strukturach ELO GaN kąt wygięcia płaszczyzn sieciowych warstwy jest dużo większy ($\alpha \sim 0,7^\circ - 2^\circ$) co może świadczyć o innym mechanizmie odpowiedzialnym za powstawanie tego wygięcia. Ani z krzywej RC, ani z mapy RSM nie można jednoznacznie stwierdzić jaki jest kierunek wygięcia warstw. Aby to zbadać należy zastosować dodatkowe metody pomiarowe. W szczególności, kąt wygięcia może być określany z obrazu dyfrakcji elektronów podczas badania struktur ELO techniką transmisyjnej mikroskopii elektronowej [58] i [60]. Niestety, technika ta jest destrukcyjna i wymaga specjalistycznego przygotowania badanych próbek. Jak będzie pokazane w następnej części rozprawy, kierunek wygięcia skrzydeł warstw ELO łatwo określić wykorzystując technikę SRXRD.

Warto zauważyć, że oprócz rozciągłości sygnału dyfrakcyjnego w kierunku osi ω , na mapie z rys. 4.4a widać również różne położenia 2θ pików od podłoża i różnych części warstwy ELO. Świadczy to o różnych wartościach stałych sieciowych w tych obszarach. Stałe sieci prostopadłe ($a_{\perp}$) wyznacza się z mapy refleksu symetrycznego natomiast równoległe ($a_{\parallel}$) z mapy refleksu asymetrycznego. Dla opisywanej struktury uzyskano następujące wartości stałych sieciowych:

- dla podłoża: $a_{\perp S} = (5,65420 \pm 6 \cdot 10^{-5}) \text{ \AA}$, $a_{\parallel S} = (5,65410 \pm 1,6 \cdot 10^{-4}) \text{ \AA}$,
- dla skrzydła warstwy: $a_{\perp Ls} = (5,65307 \pm 2,5 \cdot 10^{-4}) \text{ \AA}$, $a_{\parallel Ls} = (5,65343 \pm 1,1 \cdot 10^{-3}) \text{ \AA}$,
- dla warstwy nad oknem wzrostu: $a_{\perp Lo} = (5,65231 \pm 6,2 \cdot 10^{-4}) \text{ \AA}$, $a_{\parallel Lo} = (5,65356 \pm 10^{-3}) \text{ \AA}$.

Należy zauważyć, iż występuje różnica pomiędzy wartościami prostopadłych stałych sieciowych uzyskanych z krzywej $2\theta/\omega$ w geometrii $\varphi = 90^\circ$, a tymi z mapy w geometrii $\varphi = 0^\circ$.

Różne pozycje pików pochodzących od warstwy ELO i podłoża widoczne na mapach RSM wskazują na niedopasowanie sieciowe silnie domieszkowanej warstwy względem niedomieszkowanego podłoża. Jak omówiono w rozdziale II, ze względu na efekt rozmiarowy (Si ma mniejszy promień jonowy od Ga i As) stała sieci GaAs:Si typu *p* powinna być mniejsza od stałej sieci niedomieszkowanego GaAs [36, 39]. Efekt taki zaobserwowano w przeprowadzonych eksperymentach. Zmierzona wartość niedopasowania sieciowego $(\Delta a/a)_1 = (a_S - a_O)/a_S$ pomiędzy niedomieszkowanym podłożem GaAs (parametr sieci a_S) a centralną częścią domieszkowanej warstwy ELO GaAs (a_O) wyniosła $9,5 \times 10^{-5}$. Co więcej na rys. 4.4a widać, iż stała sieci warstwy części znajdującej się nad oknem wzrostu (a_O) jest nieznacznie mniejsza od stałej sieci krawędzi skrzydeł warstwy (a_w). Jak będzie to przedyskutowane w części 4.2 spowodowane jest to większą wydajnością wbudowywania się

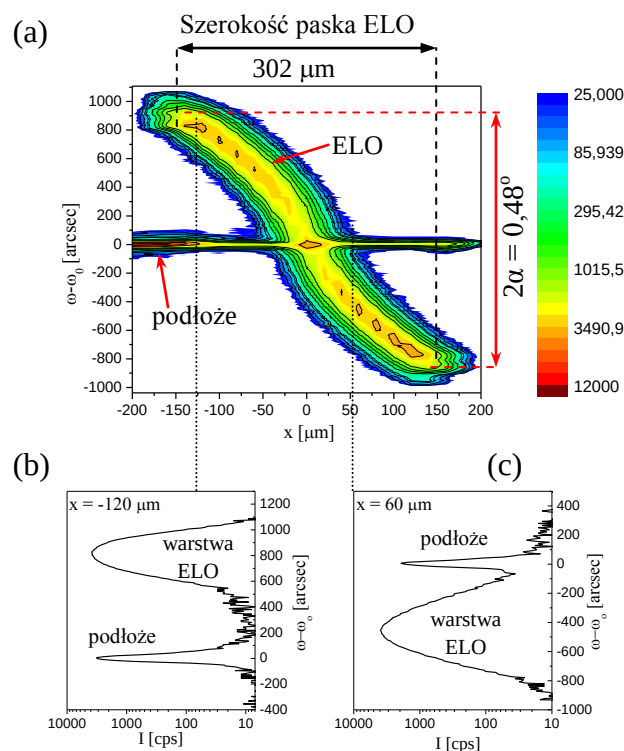
domieszki do środkowej części warstwy niż do części lateralnej [33, 61]. Dlatego też maksimum pików sygnału dyfrakcyjnego pochodzącego od środkowej części warstwy ma większą wartość kąta Bragga niż maksimum pochodzące od skrzydła ELO. Niedopasowanie sieciowe tych dwóch części warstwy wynosi $(\Delta a/a)_2 = (a_w - a_O)/a_S = 2,3 \times 10^{-5}$. Konsekwencje niedopasowania sieciowego wywołanego niejednorodnym domieszkowaniem zostaną opisane w dalszej części rozprawy.

Podsumowując, standardowe pomiary dyfrakcji rentgenowskiej przy użyciu dyfraktometru wysokorozdzielczego pozwalają pokazać, że warstwa jest wygięta, można określić wielkość kąta wygięcia oraz zbadać stałe sieciowe warstwy i podłoża. Niestety informacje te są uśrednione po bardzo szerokim obszarze. Ponadto, nie można określić kierunku wygięcia warstw. Wykorzystując technikę lokalnej dyfrakcji rentgenowskiej SRXRD można obejść te ograniczenia.

4.1.2. Wykorzystanie techniki SRXRD do analizy rozkładu naprężeń w pojedynczym pasku ELO

Jak zostało opisane w rozdziale 3.2 technika SRXRD polega na rejestrowaniu i analizie lokalnych krzywych odbić. Precyzja metody tkwi przede wszystkim w rozmiarze padającej wiązki rentgenowskiej oraz możliwości wykorzystania kryształu analizatora, który umieszcza się przed detektorem rejestrującym wiązkę ugiętą na badanej próbce. Pozwala to na detekcję sygnału dyfrakcyjnego z niezwykle dużą rozdzielczością kątową. Rozdzielczość przestrzenna jest ograniczona rozmiarami padającej wiązki rentgenowskiej i precyzją przesuwu próbki.

W niniejszej pracy technika SRXRD została wykorzystana w pierwszej kolejności do analizy struktur ELO o najprostszej budowie - pojedynczego homoepitaksjalnego paska ELO GaAs. Po wyjaśnieniu lokalnego rozkładu naprężeń w pojedynczym pasku ELO uzyskane wyniki będą używane do opisu rozkładu naprężeń w bardziej skomplikowanych strukturach lateralnych.

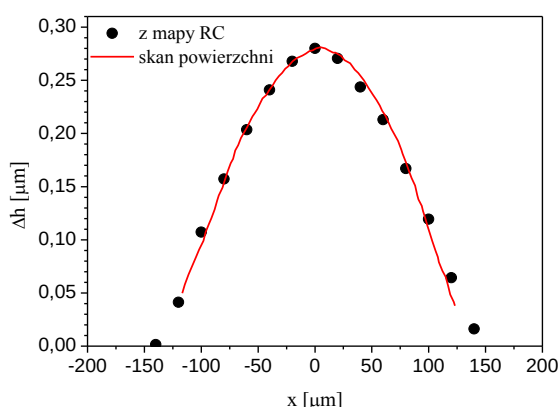


Rys. 4.5. Mapa RC (a) wykonana bez analizatora przy użyciu wąskiej wiązki rentgenowskiej o wymiarach $10 \mu\text{m} \times 10 \text{mm}$; α jest kątem maksymalnego wygięcia płaszczyzn sieciowych warstwy. Pokazano przykład dwóch lokalnych krzywych odbić wykonanych przy położeniu wiązki $x = -120 \mu\text{m}$ (b) i $x = 60 \mu\text{m}$ (c). Pozycja $x = 0$ oznacza środek okna wzrostowego.

Rys. 4.5 przedstawia mapę RC próbki z rys. 4.1 wykonaną w geometrii $\varphi = 0^\circ$. W eksperymencie rozmiar wiązki padającej wynosił $10 \mu\text{m} \times 10 \text{mm}$. Próbkę przesuwano w zakresie $x = \pm 200 \mu\text{m}$ z krokiem $20 \mu\text{m}$, aby przeanalizować cały obszar paska ELO. W części 3.2.2 rozprawy wyjaśniono sposób konstrukcji takiej mapy. Na rys. 4.5(b) i rys. 4.5(c) pokazano jej wybrane składowe – dwie lokalne krzywe odbić zmierzone w pozycjach próbki $x = -120 \mu\text{m}$ i $x = 60 \mu\text{m}$. Na mapie RC, na osi poziomej (x) zaznaczono kolejne położenia próbki, gdzie punkt $x = 0 \mu\text{m}$ odpowiada środkowi okna wzrostowego (środkowi paska ELO). Na osi pionowej ($\omega - \omega_0$) odłożono położenia kątowe maksimów lokalnych krzywych dyfrakcyjnych, gdzie $\omega = \omega_0$ oznacza wartość kątową maksimum piku pochodzącego od podłoża. Warto zauważyć, że przy oświetlaniu kolejnych punktów próbki sygnał pochodzący od podłoża nie zmienia swojego położenia kąowego. Gdy wiązka promieni X przesuwana się od lewego skrzydła do prawego sygnał dyfrakcyjny pochodzący od warstwy ELO przesuwana się ku większym kątom. Takie samo zachowanie sygnału dyfrakcyjnego obserwowano na mapie teoretycznej (rys. 3.12). Kształt mapy RC wskazuje więc, że płaszczyzny sieciowe badanego paska ELO są wygięte w dół, ku masce. Warto

podkreślić również, że krzywa odbić otrzymana metodą pomiaru standardowego w geometrii $\varphi = 0^\circ$ (rys. 4.3) może być odtworzona poprzez scałkowanie mapy RC po całej szerokości paska ELO. W szczególności, wartość maksymalnego kąta wygięcia płaszczyzn sieciowych warstwy pojedynczego paska ($\alpha = 0,24^\circ$) otrzymanego z mapy RC jest taki sam jak ten otrzymany ze standardowej krzywej odbić (porównaj rys. 4.3 i rys. 4.5).

Jak wspomniano w części 3.2, poprzez pomiar szerokości sygnału od warstwy ELO z mapy RC można łatwo wyznaczyć szerokość badanego paska. Jednak aby otrzymana wielkość była prawdziwa należy ustawić padającą wiązkę rentgenowską równolegle względem badanych pasków ELO. Dlatego etapem wstępnym analizy SRXRD było omówione wcześniej justowanie położenia próbki względem wiązki tak, aby precyzyjnie spełniony był warunek $\varphi = 0^\circ$. W takich warunkach z mapy RC (rys. 4.5) otrzymujemy szerokość paska ELO równą 302 μm , podczas gdy pomiary optyczne dają wartość $2L+w = 300 \mu\text{m}$. Taka zgodność jest miarą precyzji ustawienia próbki względem wiązki padającej.



Rys.4.6. *Kształt płaszczyzn sieciowych (001) obliczony z mapy RC oraz kształt powierzchni paska ELO GaAs wykonany za pomocą profilometru.*

Znając przestrzenny rozkład kąta wygięcia $\alpha(x)$ w poprzek paska ELO można wyznaczyć kształt wygiętych płaszczyzn sieciowych $h(x)$. Odpowiednia procedura została opisana w części 3.2.3. Na rysunku 4.6 przedstawiono kształt płaszczyzn sieciowych (001) obliczony z mapy RC. Założono, że lewej krawędzi paska ELO odpowiada przesunięcie płaszczyzn sieciowych $\Delta h = 0$. Na rys. 4.6 pokazano również profil grubości warstwy ELO w kierunku prostopadłym do okien wzrostowych wykonany przy pomocy profilometru (czerwona krzywa). Krzywa ta została przesunięta tak, aby jej maksimum pokrywało się z maksimum krzywej wyliczonej z pomiarów rentgenowskich. Kształt płaszczyzn sieciowych

badanego paska ELO jest zgodny z kształtem jego powierzchni. Z rysunku 4.6 widać również, że promień krzywizny płaszczyzn sieciowych paska ELO nie jest stały, w przeciwieństwie do przypadku teoretycznego rozpatrywanego wcześniej (rys. 3.12). Największe wygięcie płaszczyzn sieciowych zarejestrowano w części środkowej badanego paska, nad oknem wzrostowym. Tam promień krzywizny jest najmniejszy. Na skrzydłach paska ELO płaszczyzny sieciowe „wypłaszczają się” i tam promień krzywizny jest największy.

Taka zależność może sugerować mechanizm powstawania wygięcia skrzydeł warstwy ELO. Jeden z możliwych scenariuszy przewiduje, że wygięcie warstwy rozpoczyna się tuż po przekroczeniu przez rosnącą warstwę frontu maski, czyli tuż po rozpoczęciu wzrostu lateralnego. Wtedy warstwa jest bardzo cienka i elastyczna, co powoduje, iż jest bardziej podatna na wszelkie zmiany parametrów otoczenia. Początkowe wygięcie płaszczyzn sieciowych w dół może być odwzorowywane przy dalszym wzroście warstwy ELO.

Przyczyny wygięcia warstw ELO w kierunku maski nie są do końca wyjaśnione. Wiadomo, iż jest to efekt obserwowany powszechnie, nie tylko w warstwach arsenku galu, ale również Si [62] i GaN [63, 64, 65]. Efekt ten jest również niezależny od metody wytwarzania warstw: LPE (GaAs, Si) czy MOVPE (GaN). Odpowiedzialnym mechanizmem fizycznym może być oddziaływanie skrzydeł ze znajdującą się pod nimi maską. W pracy [62] autorzy twierdzą, że powodem wygięcia krzemowych warstw ELO na podłożu Si z maską SiO₂, krystalizowanych metodą LPE, mogą być procesy zachodzące podczas wzrostu na międzypowierzchni warstwa ELO/tlenek. Zbliżające się powierzchnie warstwy ELO i maski przyciągają się siłami van der Waalsa, które są duże kiedy dystans pomiędzy przyciągającymi się powierzchniami jest niewielki. W pracy tej autorzy sugerują, iż na skutek sił napięcia powierzchniowego roztworu, który jest w kontakcie z boczną ścianą paska ELO, następuje wygięcie warstwy do dołu, a gdy warstwa ELO jest odpowiednio blisko powierzchni maski, siły van der Waalsa utrzymują wygięcie warstwy nawet po usunięciu roztworu. Mechanizm ten nie tłumaczy jednak wygięcia warstw ELO GaN wytwarzanych technikami wzrostu z fazy gazowej. Ponadto, jak zostało wspomniane wcześniej, wygięcie skrzydeł ELO w strukturach GaN wydaje się być zbyt duże (w pracy [64] kąt wygięcia skrzydeł ELO α wynosi aż 1,36°), aby miało związek z adhezją do maski lub słabymi siłami van der Waalsa. Dlatego rozważa się również możliwy udział reakcji chemicznych takich jak formowanie ubocznych produktów (np. SiO_xN_y) oraz zjawisko zmiany struktury (gęstości) tlenku w wysokiej temperaturze i przy obecności agresywnych reagentów chemicznych (amoniak).

W celu potwierdzenia wpływu obecności maski SiO₂ na wygięcie warstw ELO GaAs przeprowadzono następujący eksperyment: w części badanej wcześniej próbki

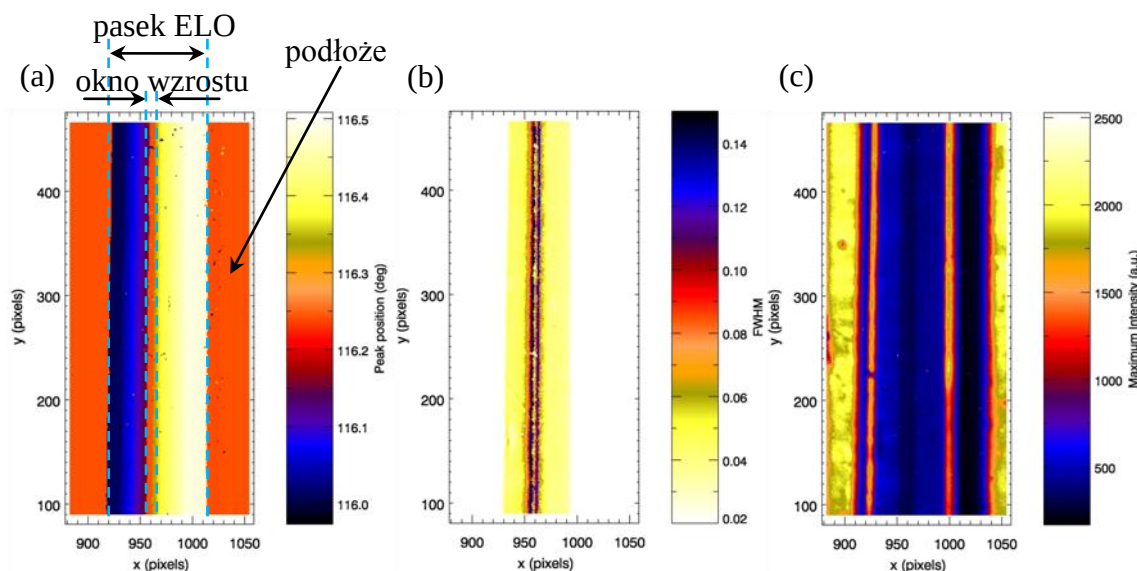
wytrawiono selektywnie maskę spod paska ELO i zbadano rozkład naprężeń w strukturze pozbawionej maski. Podobnie jak dla próbki *as-grown* przeprowadzono serię badań wykorzystując standardową metodę pomiarową XRD oraz technikę SRXRD. Uzyskane wyniki zostaną przedstawione w części 4.2 rozprawy.

4.1.3. Zastosowanie synchrotronowej techniki mikroobrazowania do pomiaru rozkładu naprężeń w strukturach ELO GaAs/GaAs

W celu weryfikacji wyników uzyskanych dla pojedynczego paska ELO wykorzystano, jako komplementarną do SRXRD, technikę *Rocking Curve Imaging*. Idea tej metody oraz sposób jej realizacji technicznej zostały przedstawione w części 3.3 niniejszej rozprawy. Główną zaletą metody RCI jest bardzo duże natężenie wykorzystywanej wiązki promieniowania synchrotronowego, co pozwala na obrazowanie bardzo słabych efektów zachodzących w badanych strukturach krystalicznych. Dodatkowo, wykorzystanie precyzyjnego układu detekcyjnego pozwala rejestrować obraz dyfrakcyjny z obszaru o szerokości $\sim 1,4 \mu\text{m}$, co wynika z rozmiaru jednego piksela kamery CCD. Tak wysoka rozdzielczość przestrzenna jest nieosiągalna w laboratoryjnych układach dyfrakcyjnych. Badania techniką RCI przeprowadzono dla tego samego paska ELO, który wcześniej analizowany był przy wykorzystaniu laboratoryjnych metod rentgenowskich. Tak jak poprzednio wykonano pomiary symetrycznego refleksu 004.

Rysunek 4.7a przedstawia przestrzenny rozkład kąta dyfrakcji lokalnych krzywych odbić na próbce. Ze względów technicznych zero na skali kątów przyjęte jest arbitralnie i dlatego bezwzględne wartości kątów podane na wykresie nie są realnymi wartościami kąta Bragga badanego refleksu przy długości fali $1,1279\text{\AA}$. Z mapy tej bardzo łatwo można wyróżnić sygnał pochodzący od niedomieszkowanego podłoża oraz od skrzydeł warstwy ELO. Wartość kątowa pików podłożowego zawiera się pomiędzy sygnałami pochodzącymi od skrzydeł warstwy ELO. Co więcej, przesuwając się w poprzek paska ELO wartość kąta dyfrakcji rośnie. Wynik ten jednoznacznie wskazuje na wygięcie warstwy ELO w stosunku do podłoża. Określenie kierunku wygięcia warstwy nie jest tu jednak tak oczywiste jak w technice SRXRD (rozdział 3.2). Przesuwając się w poprzek paska ELO, od skrzydła lewego do prawego, wartość kąta dyfrakcji rośnie, co jest odwrotne do zachowania obserwowanego w doświadczeniach laboratoryjnych. Nie świadczy to jednak o innym kierunku wygięcia skrzydeł ELO, a jedynie wynika z odmiennej konfiguracji układu

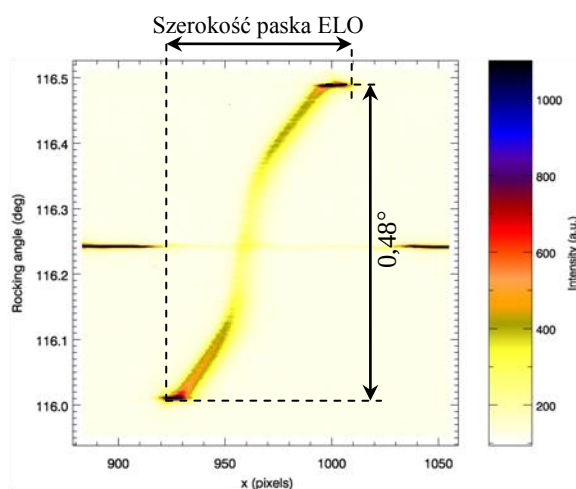
pomiarowego – sprawdzono, że obraz otrzymany w stosowanej kamerze CCD jest odwrócony, tzn. dla naszych próbek obraz RCI jest odbiciem zwierciadlanym obrazu realnego względem linii okna wzrostowego.



Rys. 4.7. Przestrzenny rozkład kąta Bragga (a), szerokości połówkowych (b) oraz maksymalnej intensywności (c) lokalnych krzywych odbić w pojedynczym pasku ELO GaAs/GaAs. Rozmiar piksela wynosi $1,4 \mu\text{m}$.

Po uwzględnieniu tej poprawki rys. 4.7a wskazuje, że skrzydła warstwy ELO GaAs wygięte są w kierunku maski. Wartość kąta wygięcia skrzydła wynosi $\Delta\alpha \approx 0,24^\circ$ i jest dokładnie taka sama jaką otrzymano przy wykorzystaniu techniki SRXRD. Najważniejsze jest jednak, że ten obraz dyfrakcyjny pokazuje bardzo dużą jednorodność sygnału w kierunku równoległym do okna wzrostowego. Trzeba przypomnieć, że chcąc uzyskać wysoką rozdzielczość przestrzenną w eksperymentach SRXRD stosowano bardzo wąską wiązkę promieniowania. Ponieważ w laboratoryjnym systemie dyfrakcyjnym uzyskuje się relatywnie niskie natężenie wiązki oznaczało to konieczność wydłużenia wiązki w kierunku y. Analizując warstwy ELO GaAs techniką SRXRD milcząco zakładano, że duży wymiar wiązki, a więc całkowanie sygnału w tym kierunku, nie wpływa na uzyskiwane wyniki. Innymi słowy, zakładano wysoką jednorodność warstw wzdłuż kierunku równoległego do okna wzrostowego. Jednak dopiero przestrzenny rozkład sygnału widoczny na rys. 4.7 dowodzi, że domieszkowane warstwy ELO GaAs na podłożu GaAs są jednorodne strukturalnie wzdłuż badanych pasków. Jak zostanie pokazane w części 4.5 taka jednorodność nie występuje dla heteroepitaksjalnych struktur ELO GaSb/GaAs.

Na rysunku 4.7b pokazano przestrzenny rozkład szerokości połówkowych (FWHM) lokalnych krzywych odbić na tym samym pasku ELO. Na mapie widać, iż wartość FWHM jest największa w środkowej części paska. Wynika to z faktu, iż promień wygięcia płaszczyzn sieciowych w tej części paska jest najmniejszy. Rysunek 4.7c przedstawia przestrzenny rozkład maksimum intensywności lokalnych krzywych odbić. Również tutaj natężenie promieniowania odbitego jest najmniejsze w obszarze ponad oknem wzrostu. Na tym rozkładzie obserwuje się również podbicie natężenia wiązki dyfrakcyjnej na krawędziach skrzydeł warstwy ELO. Występuje ono w obszarze końców skrzydeł o szerokości $\sim 30\text{-}40\text{ }\mu\text{m}$. Tak więc na krawędziach warstwy ELO lokalne krzywe odbić pokazują największe natężenie w pikie, natomiast ich szerokości połówkowe są mniejsze. Aby wyjaśnić ten efekt z rozkładu przestrzennego na rys. 4.7a wyodrębniono trójwymiarową mapę, która precyzyjnie pokazuje rozkład kąta dyfrakcji w poprzek paska ELO w konkretnym miejscu na próbce (tzn. dla danej wartości y). Mapa na rys. 4.8 przedstawia zmiany sygnału odbitego od próbki w pozycji $y = 255$. W szczególności pokazuje, że najszybsze zmiany kąta Bragga mają miejsce w obszarze okna wzrostowego warstwy. Jest to zrozumiałe, bo tam warstwa ma największe wygięcie. Również jak obserwowano na rozkładzie przestrzennym, natężenie sygnału dyfrakcyjnego na krawędziach pasków jest kilka razy większe niż w środku paska ELO.



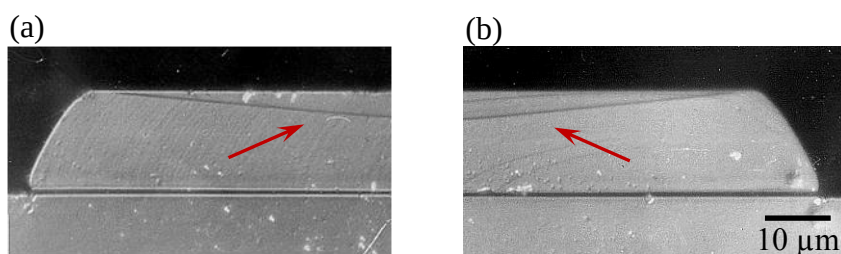
Rys.4.8. Mapa RC pojedynczego paska ELO GaAs/GaAs wykonana w punkcie $y=255$.

Warto zauważyć, że na samych krawędziach paska ELO pozycja kątowa sygnału dyfrakcyjnego jest stała. Oznacza to, że w tym obszarze płaszczyzny sieciowe są dokładnie płaskie, a dopiero dalej od krawędzi zaczynają się wykrzywiać. Podobny efekt ułożenia płaszczyzn sieciowych na krawędziach pasków ELO był już widziany na synchrotronowych

topografiach odbiciowych warstw ELO GaAs [66]. Jak pokazały raportowane w tej pracy symulacje numeryczne wynika to z kształtu krawędzi bocznych i specyficznej struktury sieci na brzegach pasków ELO. Wykorzystanie techniki RCI pozwoliło na pełne zobrazowanie tego efektu.

4.2. Charakterystyka homoepitaksjalnych warstw ELO GaAs z selektywnie wytrawioną maską SiO₂

W celu usunięcia maski SiO₂ spod warstwy, połowę próbki trawiono w rozcieńczonym kwasie fluorowodorowym przez 210 godzin. Zaletą stosowanego roztworu trawiącego jest to, że selektywnie usuwa on SiO₂ nie reagując z GaAs. Następnie ten sam co poprzednio pojedynczy pasek ELO przebadano z wykorzystaniem standardowej techniki dyfrakcyjnej jak i lokalnej techniki SRXRD.

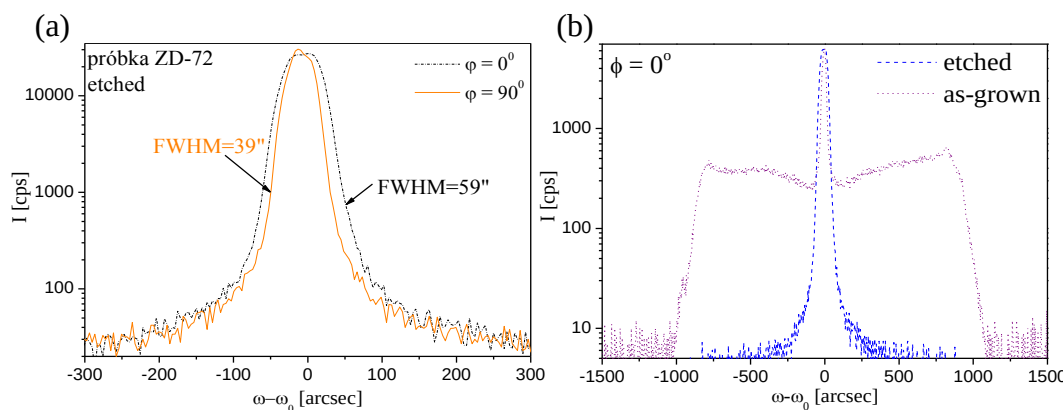


Rys. 4.9. Obrazy przełomu krańców skrzydeł lewego (a) i prawego (b) pojedynczego paska ELO GaAs:Si wykonane pod mikroskopem optycznym z różnicowym kontrastem Nomarskiego. Maska SiO₂ została selektywnie wytrawiona spod warstwy. Strzałki wskazują linie biegnące od górnych krawędzi ELO do krawędzi maski w oknie wzrostowym.

Na rysunku 4.9 przedstawiono obrazy przekrojów poprzecznych krańców skrzydeł badanej struktury GaAs:Si/GaAs. Zastosowane powiększenie pozwala zobaczyć przerwę pomiędzy spodnią częścią skrzydeł ELO a wierzchnią częścią podłoża, w miejscu gdzie poprzednio znajdowała się maska SiO₂, natomiast uniemożliwia sfotografowanie paska w całości. Dokładne pomiary rozmiarów szczeliny pomiędzy warstwą i podłożem pokazują, że jej szerokość rośnie, w miarę zbliżania się do krawędzi paska ELO. Może to wskazywać na zniknięcie wygięcia spowodowanego oddziaływaniem z maską. Warto również zwrócić uwagę na linie zaznaczone strzałkami, które biegną od górnych rogów paska ELO do krawędzi okna wzrostowego. Źródło tych linii i ich znaczenie zostaną opisane w dalszej części tego podrozdziału.

W celu zbadania rozkładu naprężeń w strukturze ELO, po wytrawieniu maski wykonano standardowe pomiary rentgenowskie. Najpierw zmierzono krzywe odbić refleksu symetrycznego 004 wiązką o wymiarach 1,2 mm × 10 mm bez analizatora (rys. 4.10a). Jak poprzednio, część próbki zamaskowano folią ołowianą w taki sposób, iż odsłonięty był

jedynie badany pasek. Widać, że w obu geometriach pomiarowych krzywa rentgenowska jest wąska, nawet nieco węższa od krzywej RC w geometrii $\varphi = 90^\circ$ dla próbki as-grown (rys. 4.2). Wskazuje to na brak deformacji płaszczyzn sieciowych (001) w pasku ELO. Drobnie zmniejszenie szerokości krzywej odbić może świadczyć o tym, iż wzdłuż paska ELO warstwa również lekko oddziaływała z maską SiO_2 , a jej usunięcie spowodowało zniesienie tego naprężenia.

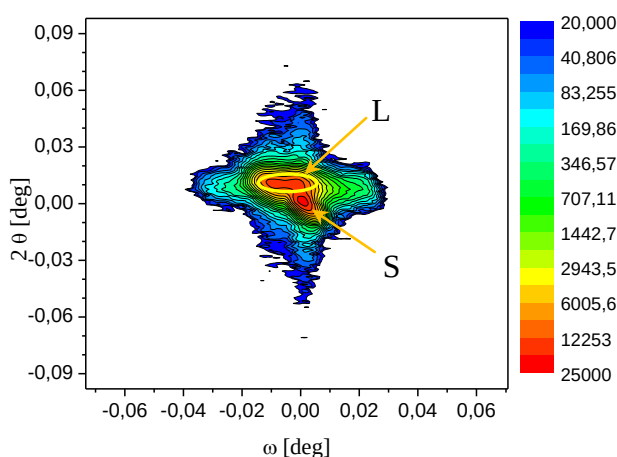


Rys. 4.10. Krzywe odbić struktury ELO GaAs:Si/GaAs bez maski SiO_2 (etched) (a) wykonane w dwóch geometriach pomiarowych: $\varphi = 0^\circ$ i $\varphi = 90^\circ$; (b) krzywe odbić w geometrii $\varphi = 0^\circ$ przed (as-grown) i po (etched) wytrawieniu maski SiO_2 .

Aby dokładniej pokazać wpływ wytrawienia maski, na rys. 4.10b porównano krzywe odbić warstwy ELO w geometrii $\varphi = 0^\circ$ przed i po usunięciu maski. Widać jak drastyczna zmiana nastąpiła po wytrawieniu maski. Poprzednio płaszczyzny sieciowe (001) w poprzek paska były zdeformowane i metoda SRXRD pozwoliła ustalić, że płaszczyzny te są wygięte w kierunku maski. Po jej selektywnym wytrawieniu rozpiętość krzywej odbić jest znacząco mniejsza, a jej szerokość połówkowa jest tylko o 20'' większa od szerokości połówkowej krzywej rentgenowskiej otrzymanej w geometrii $\varphi = 90^\circ$ (rys. 4.10a). Dla porównania, różnica pomiędzy szerokościami połówkowymi krzywych dyfrakcyjnych próbki as-grown wykonanych w dwóch geometriach pomiarowych wynosiła aż 814''. Ten eksperyment pozwala dowiedzieć, iż deformacja warstwy ELO jest spowodowana obecnością maski SiO_2 . Jej wytrawienie powoduje usunięcie więzów i relaksację elastycznej deformacji warstwy.

Również pomiar mapy RSM z analizatorem w geometrii $\varphi = 0^\circ$ wskazuje, iż po usunięciu maski spod warstwy ELO sygnał dyfrakcyjny pochodzący od niej nie jest tak szeroki (rys. 4.11). To kolejne potwierdzenie, iż wygięcie spowodowane maską SiO_2 znika po

jej usunięciu. Podobnie jak w przypadku mapy RSM próbki przed trawieniem (rys. 4.4a), widoczne jest niedopasowanie sieciowe pomiędzy domieszkowaną warstwą ELO i niedomieszkowanym podłożem. Wartość stałej sieciowej prostopadłej warstwy ELO uzyskana z tej mapy ($a_{\perp L0} = 5,65311 \text{ \AA}$) jest zbliżona do tej z części środkowej paska ELO uzyskanej z mapy próbki as-grown ($a_{\perp L0} = 5,65231 \text{ \AA}$).



Rys.4.11. Mapa węzła sieci odwrotnej 004 wykonana w geometrii $\varphi = 0^\circ$ dla struktury ELO z wytrawioną selektywnie maską. S oznacza sygnał od podłoża GaAs, natomiast L- sygnał od domieszkowanej warstwy ELO.

Wyniki otrzymane przy użyciu standardowej metody XRD pozwalają zaproponować następujący model deformacji płaszczyzn sieciowych ELO: w początkowym etapie lateralnego wzrostu warstwy ELO oba skrzydła przyciągane są przez maskę SiO_2 i wyginane w dół. Pomiary krzywych odbić jak i map RSM pokazują, że naprężenia jakie wówczas powstają, są poniżej progu generacji defektów. Prowadzą do elastycznej deformacji płaszczyzn sieciowych, która znika po selektywnym wytrawieniu maski. Rzeczywiście, wyniki analizy takich samych struktur techniką transmisyjnej mikroskopii elektronowej [67] pokazują brak generacji defektów w obszarze pojedynczego paska ELO. Zupełnie inaczej jest w strukturach ELO GaN. Jak wspomniano, kąty wygięcia warstw ELO GaN są tak duże, że pojawiające się naprężenia nie mogą być elastyczne. Badania TEM pokazują, że w strukturach ELO GaN powstają dyslokacje tworzące granicę niskokątową nad krawędziami maski [68, 60]. W takiej sytuacji wytrawienie maski może dawać jedynie częściowe zmniejszenie szerokości krzywych RC, gdyż usuwany jest tylko elastyczny składnik deformacji. Rzeczywiście, efekt taki obserwowano doświadczalnie w pracy [69].

Warto zwrócić uwagę, że na mapie z rys. 4.11 sygnał dyfrakcyjny warstwy ELO po wytrawieniu maski jest w dalszym ciągu nieco poszerzony w stosunku do sygnału podłoża. Ponadto, różnica szerokości połówkowych pomiędzy krzywymi odbić zmierzona w dwóch geometriach ($\varphi = 0^\circ$ i $\varphi = 90^\circ$) wynosi $20''$. Świadczyć może to o niewielkiej deformacji płaszczyzn sieciowych warstwy w poprzek paska pozostałej po usunięciu maski. Niestety standardowe pomiary XRD nie dają możliwości głębszej analizy natury tego zjawiska. Możliwość badania tak małych lokalnych odkształceń sieci daje metoda SRXRD.



Rys. 4.12. Przykładowy obraz przełomu pojedynczego paska ELO GaAs:Si wykonany przy pomocy mikroskopu optycznego z różnicowym kontrastem Nomarskiego. Strzałkami zaznaczono linie oddzielające obszary o różnej zawartości domieszki Si.

Jednak zanim zostaną zaprezentowane wyniki pomiarów przy wykorzystaniu techniki SRXRD, warto wspomnieć o niezwykle istotnym efekcie pojawiającym się w warstwach ELO. Jak wspomniano wcześniej (patrz rys. 4.9), na przekrojach poprzecznych skrzydeł ELO pojawiają się linie, które biegną od górnych rogów paska ELO do krawędzi maski w obszarze okna wzrostowego. Efekt ten widoczny jest również na rysunku 4.12 przedstawiającym obraz przekroju poprzecznego podobnej próbki ELO GaAs:Si/GaAs. Linie zostały ujawnione w wyniku trawienia przełomu próbki w roztworze $K_3Fe(CN)_6:KOH:H_2O$ (8:12:200) przez około 30 s w temperaturze pokojowej [14]. Zastosowany sposób trawienia jest czuły na zawartość domieszek w trawionym materiale. Zatem ujawnione linie oddzielają obszary warstwy ELO o różnej koncentracji krzemu. W rzeczywistości linie te są granicami pomiędzy obszarami warstwy ELO, które rosły w górę ponad oknem wzrostowym (*vertical growth*) i lateralnie (*lateral growth*). Obszary te różnią się między sobą mechanizmami wzrostu. Przypomnijmy, że dla optymalnego wzrostu orientacja okien wzrostowych wybierana jest w ten sposób, aby wolno rosnące powierzchnie atomowo gładkie (tzw. facetki) formowały się na powierzchni górnej warstwy ELO, natomiast na bocznych ścianach warstwy tworzyły się szybko rosnące płaszczyzny atomowo szorstkie [13]. Takie warunki pozwalają na otrzymywanie warstw ELO cienkich i szerokich. Wzrost atomowo szorstkiej ściany

bocznej jest doskonale równowagowy – dostarczane atomy (w tym również domieszki) łatwo znajdują optymalne miejsce do wbudowania się w kryształ. Zatem ich koncentracja w fazie stałej dokładnie odpowiada koncentracji równowagowej określonej z wykresu fazowego Ga-As-Si dla aktualnej temperatury. Natomiast na górnej powierzchni warstwy ELO pojawia się efekt segregacji domieszek. Wzrost następuje z roztworu wzbogaconego w Si, co prowadzi do silniejszego domieszkowania części wzrastanej pionowo w porównaniu z częściami wzrastanymi lateralnie. Dlatego też po wzroście rozkład domieszki w warstwie nie jest jednorodny, co ujawniają linie widoczne na rys. 4.9 i 4.12. Szczegółowy opis tego zjawiska można znaleźć w pracy [33].

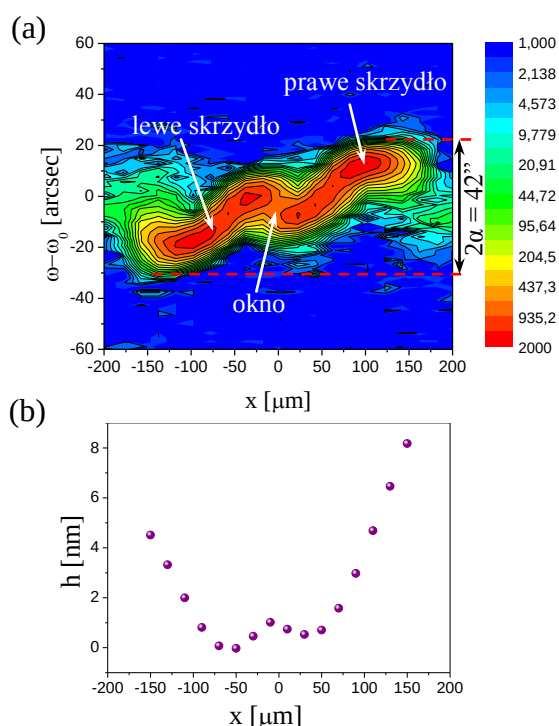
W dalszej części pracy pokazane będą konsekwencje opisanego powyżej mechanizmu niejednorodnego wbudowywania domieszki do warstw ELO na wyniki pomiarów rentgenowskich.

4.2.1. Analiza SRXRD homoepitaksjalnych warstw ELO GaAs z selektywnie wytrawioną maską SiO₂

Na rysunku 4.13a przedstawiono mapę RC w geometrii $\varphi = 0^\circ$ warstwy ELO GaAs domieszkowanej Si na podłożu GaAs po selektywnym wytrawieniu maski SiO₂. Wiązką o wymiarach $10\ \mu\text{m} \times 10\ \text{mm}$ przeskanowano obszar pojedynczego paska. Dodatkowo zastosowano analizator ustawiony na kątowne położenie pików od domieszkowanej warstwy GaAs (kąt Bragga GaAs:Si). Zarejestrowany sygnał pochodzi tylko od warstwy, więc sygnał od podłoża nie jest widoczny. Krzywa odbić wykonana przy użyciu standardowej metody rentgenowskiej w geometrii $\varphi = 0^\circ$ (rys. 4.10) sugeruje, iż po usunięciu maski wygięcie płaszczyzn sieciowych w dół znika. Jednak mapa RC zarejestrowana przy wykorzystaniu techniki SRXRD (rys. 4.13) wskazuje, iż płaszczyzny sieciowe warstwy ELO nie są płaskie. Dwa pasma dyfrakcyjne widoczne na mapie pochodzą od dwóch skrzydeł warstwy ELO.

W przeciwieństwie do mapy RC otrzymanej dla próbki z maską SiO₂ (rys. 4.5), gdy w tym przypadku zmieniamy położenie próbki x względem wiązki padającej, sygnał od warstwy ELO przesuwa się w stronę większych kątów. To wskazuje, iż płaszczyzny sieciowe wolnostojącej warstwy ELO wygięte są w górę (porównaj rys. 3.12). Efekt ten uwidacznia się dopiero po usunięciu maski. Kąt wygięcia skrzydła wynosi $\sim 20''$ i jest trudny do zmierzenia standardową metodą XRD. Dopiero zastosowanie techniki SRXRD pozwala na obserwację

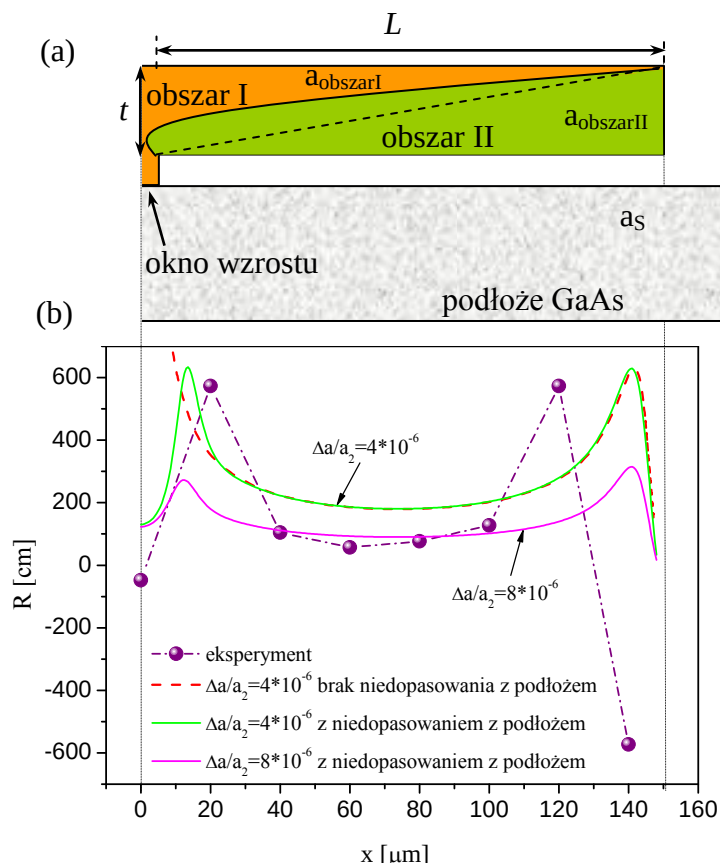
tego resztkowego wygięcia skrzydeł ELO. Jak było opisane wcześniej (rozdział 3.2.3) z mapy RC można łatwo wyliczyć kształt płaszczyzn sieciowych badanej struktury. Wynik obliczeń przedstawiono na rys. 4.13b. Punkt $x = 0$ odpowiada położeniu nad oknem wzrostu. W miejscu tym pojawia się punkt przegięcia krzywej $h(x)$, co świadczy o szczególnym charakterze płaszczyzn sieciowych w tym obszarze. Tylko tutaj warstwa ELO ma kontakt z podłożem. Zatem rozkład naprężeń w tym regionie jest inny od tego w skrzydłach.



Rys. 4.13. Mapa RC próbki ELO GaAs:Si/GaAs po selektywnym usunięciu maski zmierzona z analizatorem (a) oraz wyliczony kształt płaszczyzn sieciowych (001) (b).

Wyniki pokazane na rys. 4.13 można wytłumaczyć w następujący sposób: domieszkowana krzemem warstwa ELO GaAs jest wygięta w dół w wyniku oddziaływania z maską. Skutkuje to znacznym poszerzeniem sygnału na rentgenowskiej krzywej odcień (rys. 4.3). W przeciwieństwie do warstw ELO GaN na podłożu szafirowym [63, 64], gdzie relaksacja naprężeń jest częściowo plastyczna, w strukturach ELO GaAs/GaAs naprężenie wyginające jest całkowicie elastyczne i znika całkowicie po wytrawieniu maski SiO_2 . Przejawia się to znacznym zawężeniem rentgenowskiej krzywej odcień (rys. 4.10). W takich warunkach możliwa jest obserwacja resztkowych naprężeń wywołanych niejednorodnym rozkładem domieszki. W poprzedniej części omówiono mechanizm wbudowywania domieszki do warstwy ELO. Jak schematycznie zaznaczono na rys. 4.14a, z powodu różnych

mechanizmów wzrostu na bocznej i górnej powierzchni warstwy ELO, wydajność wbudowywania domieszki do środkowej, rosnącej do góry części warstwy (obszar I), jest większa od wydajności wbudowywania domieszki do części, która rosła lateralnie (obszar II) [33].



Rys. 4.14. (a) Schemat przekroju poprzecznego skrzydła ELO po usunięciu maski. Na skutek różnych koncentracji domieszki Si stała sieci w obszarze I (a_{obszarI}) jest mniejsza niż w obszarze II (a_{obszarII}) oraz od stałej sieci podłoża a_s ($a_{\text{obszarI}} < a_{\text{obszarII}} < a_s$). Linia przerywana reprezentuje uproszczony kształt granicy pomiędzy dwoma obszarami, tak jak przyjęto w obliczeniach numerycznych.

Rys. 4.14. (b) Wynik pomiaru i symulacji numerycznych rozkładu promienia krzywizny płaszczyzn sieciowych (100) w skrzydle ELO próbki z wytrawioną maską. Linie ciągłe pokazują wyniki obliczeń z uwzględnieniem niedopasowania sieciowego pomiędzy warstwą ELO a podłożem, natomiast linia przerywana pokazuje wynik bez jego uwzględnienia.

Ponieważ stała sieci GaAs zależy od koncentracji domieszki krzemu, w warstwie tej pojawia się niedopasowanie sieciowe pomiędzy górną i boczną częścią warstwy, jak również pomiędzy podłożem a górną częścią warstwy. Pomiary za pomocą techniki SRXRD lokalnych map RSM w tych częściach struktury pozwoliły określić wartość niedopasowania

sieciowego pomiędzy centralną częścią warstwy i podłożem $(\Delta a/a)_1 = \frac{(a_S - a_{obszarI})}{a_S} = \sim 2 \times 10^{-5}$ oraz pomiędzy częściami warstwy ELO $(\Delta a/a)_2 = \frac{(a_{obszarII} - a_{obszarI})}{a_S} = \sim 4 \times 10^{-6}$. Należy zauważyć, iż wartości te są kilka razy mniejsze od tych, jakie uzyskano z pomiarów standardowych (patrz część 4.1.1), co wynika z dużo lepszej rozdzielczości przestrzennej techniki SRXRD. Niedopasowanie sieciowe pomiędzy dwoma obszarami warstwy prowadzi do powstania momentu siły wyginającego skrzydło ELO do góry. Dopóki pomiędzy warstwą ELO a podłożem znajduje się maska, to resztkowe naprężenie związane z niejednorodnym rozkładem domieszki w warstwie jest ukryte przez deformację związaną z oddziaływaniem warstwy z SiO₂. Gdy tylko maska zostanie usunięta spod warstwy ELO jej skrzydła wyginają się lekko do góry i to resztkowe wygięcie można zarejestrować przy wykorzystaniu techniki SRXRD.

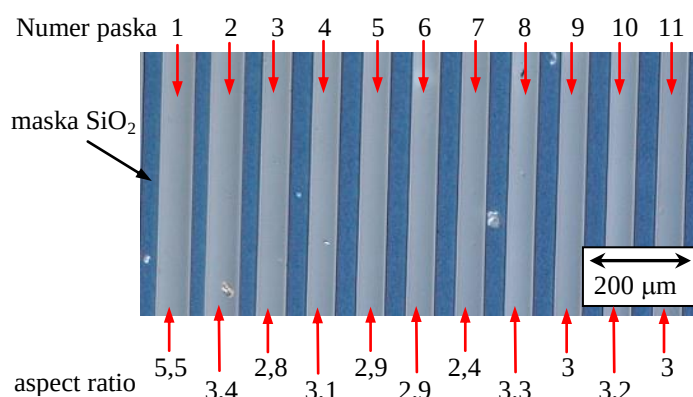
Aby potwierdzić słuszność postulowanego powyżej modelu resztkowego wygięcia warstwy ELO wykonano symulacje numeryczne [70] relaksacji naprężeń w niejednorodnie domieszkowanym, wolnostojącym skrzydle ELO. Do obliczeń użyto uproszczonego schematu przekroju skrzydła ELO przedstawionego na rys.4.14a i jego wymiarów zmierzonych przy pomocy mikroskopu optycznego. Dla uproszczenia przyjęto, że granica pomiędzy obszarami warstwy o różnej zawartości domieszki (obszar I i obszar II) jest linią prostą (patrz linia przerywana na rys. 4.14a). Do obliczeń użyto zrelaksowanych wartości parametrów sieciowych w obydwu obszarach warstwy i podłoża. Prosty model równowagi mechanicznej pozwolił obliczyć rozkład promienia krzywizny płaszczyzn (001) w funkcji położenia w poprzek paska ELO (rys. 4.14b). W obliczeniach numerycznych rozważano kilka przypadków. Początkowo zaniedbano niedopasowanie sieciowe pomiędzy domieszkowaną warstwą ELO a niedomieszkowanym podłożem. Wówczas otrzymano prawie płaski rozkład płaszczyzn sieciowych (duża wartość promienia krzywizny R) w tej części paska ELO gdzie styka się on z podłożem – patrz linia czerwona na rys. 4.14b. Takie zachowanie jest przeciwne do obserwowanego eksperymentalnie. Po uwzględnieniu niedopasowania sieciowego warstwa/podłoże charakter zależności $R(x)$ w obszarze ponad oknem wzrostowym radykalnie się zmienia. Pojawia się punkt przegięcia krzywej $h(x)$ tak jak widać to na krzywej doświadczalnej. W ten sposób uzyskano zgodność wyników pomiędzy eksperymentalnym i wyliczonym rozkładem krzywizny płaszczyzn sieciowych w poprzek całego paska ELO. Jak widać na rys. 4.14b, w środkowej części skrzydła dopasowanie obliczonej krzywej do danych eksperymentalnych może zostać poprawione przez zwiększenie niedopasowania sieciowego $(\Delta a/a)_2$ do wartości 8×10^{-6} . Ta rozbieżność nie jest

zaskakująca biorąc pod uwagę, że model jaki zastosowano do obliczeń jest bardzo uproszczony. Nie uwzględnia on wszystkich efektów, które mają wpływ na wygięcie płaszczyzn sieciowych warstwy ELO, w szczególności prawdziwej geometrii skrzydeł. Kształt bocznych ścian warstwy ELO jak również kształt granicy pomiędzy obszarem I i II skrzydeł różnią się od tych jakie występują w rzeczywistych strukturach ELO (por. zdjęcia na rys. 4.9 i 4.12 z kształtem modelowym na rys. 4.14a). Należy też pamiętać, że ze względu na większą liczbę stopni swobody relaksacja naprężeń niedopasowania sieciowego na krawędzi paska ELO różni się od relaksacji w środkowej części paska. Dlatego też w zakresie zastosowanych uproszczeń zgodność obliczeń z eksperymentem jest bardzo dobra. Przeprowadzone modelowanie pozwala potwierdzić, iż niejednorodny rozkład domieszki prowadzi do wygięcia do góry wolno stojących skrzydeł warstwy ELO.

Jak wcześniej wspomniano zjawisko niejednorodnego wbudowywania się domieszki do warstwy ELO jest zjawiskiem obserwowanym powszechnie nie tylko w strukturze GaAs:Si/GaAs. Efekt ten spowodowany jest poprzez podstawowe różnice pomiędzy modami wzrostu bocznej i górnej ściany warstwy ELO, zatem powinien być obserwowany we wszystkich warstwach ELO, nawet przy braku intencjonalnego domieszkowania. Warto jednak zaznaczyć, iż wyniki uzyskane w tej pracy to pierwszy eksperymentalny dowód, że tak niewielkie różnice w lokalnej koncentracji domieszek w warstwach ELO mogą prowadzić do makroskopowych wygięć płaszczyzn sieciowych. Badania tego efektu były możliwe dzięki wykorzystaniu tak precyzyjnych metod pomiarowych jak technika SRXRD.

4.3. Rozkład naprężeń w homoepitaksjalnej strukturze ELO złożonej z kilku pasków

W poprzedniej części rozprawy przedstawiono analizę rozkładu naprężeń w pojedynczym homoepitaksyjnym pasku ELO. Pozwoliła ona ustalić, jakie podstawowe zjawiska fizyczne są źródłem naprężeń w tej najprostszej strukturze. W praktyce wykorzystuje się struktury zawierające kilka lub kilkanaście pasków ELO. W tym rozdziale zostanie przedstawiona analiza rozkładu naprężeń w warstwie ELO GaAs domieszkowanej Si złożonej z wielu pasków. Tak jak zostało opisane to w części 2, wzrost ELO wykonano na podłożu GaAs pokrytym 100 nm warstwą maski SiO_2 . Proces wzrostu przerwano w odpowiednim momencie tak, aby sąsiednie paski ELO nie zrastały się ze sobą. Okna wzrostowe o szerokości 10 μm rozmieszczone co 100 μm zorientowano 15° od kierunku $\langle 110 \rangle$, aby otrzymać duży stosunek wielkości szerokości paska do jego grubości [14].



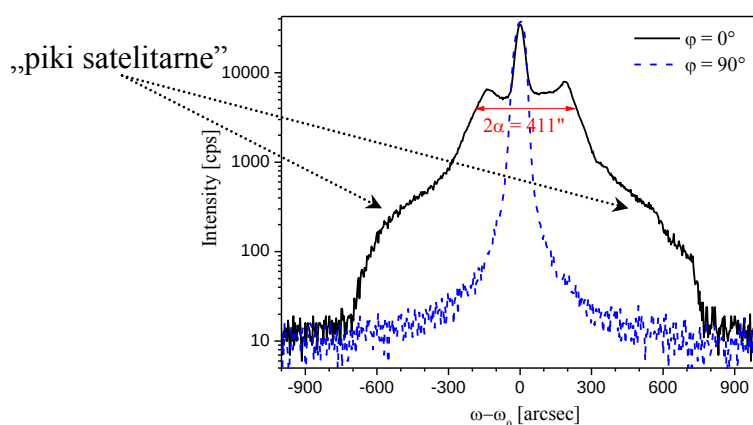
Rys. 4.15. Zdjęcie próbki ELO GaAs:Si/GaAs wykonane przy użyciu mikroskopu optycznego z różnicowym kontrastem Nomarskiego. Na rysunku zaznaczono wartości stosunku szerokości skrzydeł pasków ELO do ich grubości – tzw. *aspect ratio*.

Do badań wybrano obszar jedenastu pasków pokazany na rys.4.15. Spodziewano się, że każdy z nich posiada rozkład naprężeń podobny do prezentowanego w poprzednim rozdziale dla pojedynczego paska. W celu sprawdzenia jednorodności rozmiarów zmierzono szerokości oraz grubości każdego paska. Stosunek wielkości szerokości skrzydła paska ELO do jego grubości zwany $\text{aspect ratio} = L/t$ zaznaczono na rys. 4.15 dla każdego z pasków. Wielkość ta jest nieco większa w przypadku paska nr 1, zaś dla pozostałych wynosi średnio 3,

co wskazuje na dość dobrą rozmiarowo jednorodność otrzymanych warstw ELO. Średnia wartość pola przekroju poprzecznego dla 11-stu pasków wynosi $87 \times 9,3 \mu\text{m}^2$.

4.3.1. Podstawowe parametry struktury krystalograficznej uzyskane standardowymi technikami rentgenowskimi

Do pomiaru rozkładu naprężeń w homoepitaksyjnej strukturze ELO składającej się z kilkunastu niezrośniętych pasków zastosowano, tak jak poprzednio, laboratoryjne techniki rentgenowskie. Najpierw, w standardowych warunkach XRD, zarejestrowano zestaw krzywych odbić, a następnie zmierzono mapy sieci odwrotnej w dwóch geometriach pomiarowych $\varphi = 0^\circ$ i $\varphi = 90^\circ$. Rysunek 4.16 przedstawia eksperymentalne krzywe rentgenowskie zmierzone przy użyciu szerokiej ($1,2 \times 10 \text{ mm}^2$) wiązki padającej. Krzywa odbić obrazująca płaszczyzny sieciowe wzdłuż pasków ELO ($\varphi = 90^\circ$) jest wąska (FWHM = $49''$), natomiast zmierzona w geometrii $\varphi = 0^\circ$ jest szeroka (FWHM = $411''$). Zachowanie to jest podobne do obserwowanego dla pojedynczego paska ELO (rozdział 4.1.1) i świadczy o wygięciu skrzydeł warstwy wywołane oddziaływaniem z leżącą pod nimi maską. Średni kąt wygięcia skrzydeł badanych pasków ELO wynosi $\Delta\alpha = 205,5''$.



Rys. 4.16. Krzywe odbić struktury zawierającej kilka pasków ELO GaAs:Si/GaAs wykonane w dwóch geometriach pomiarowych $\varphi = 0^\circ$ i $\varphi = 90^\circ$. Szeroką wiązką padającą oświetlano obszar zawierający 11 pasków ELO.

Jednak powstaje pytanie czy podawanie takiej wartości uśrednionej po wielu paskach daje użyteczną informację o próbce. Jeżeli założymy, że parametry wszystkich pasków ELO

badanej struktury są podobne to wartość ta naturalnie opisuje kąt wygięcia skrzydeł ELO wchodzących w jej skład. Jednak tylko lokalne metody pomiarowe mogą pozwolić zweryfikować słuszność takiego założenia. Warto też zauważyć, że krzywa odbić wykonana dla tej struktury w geometrii $\varphi = 0^\circ$ zawiera dodatkowe piki zaznaczone na wykresie jako „piki satelitarne”. Przyczyną pojawienia się takiego sygnału może być wpływ poszczególnych pasków ELO na siebie, ale również gorsza krystalograficzna jakość warstwy. W szczególności, pojawienie się dodatkowych maksimów dyfrakcyjnych na krzywej odbić może wskazywać na występowanie w strukturze wielu ziaren o różnych orientacjach.

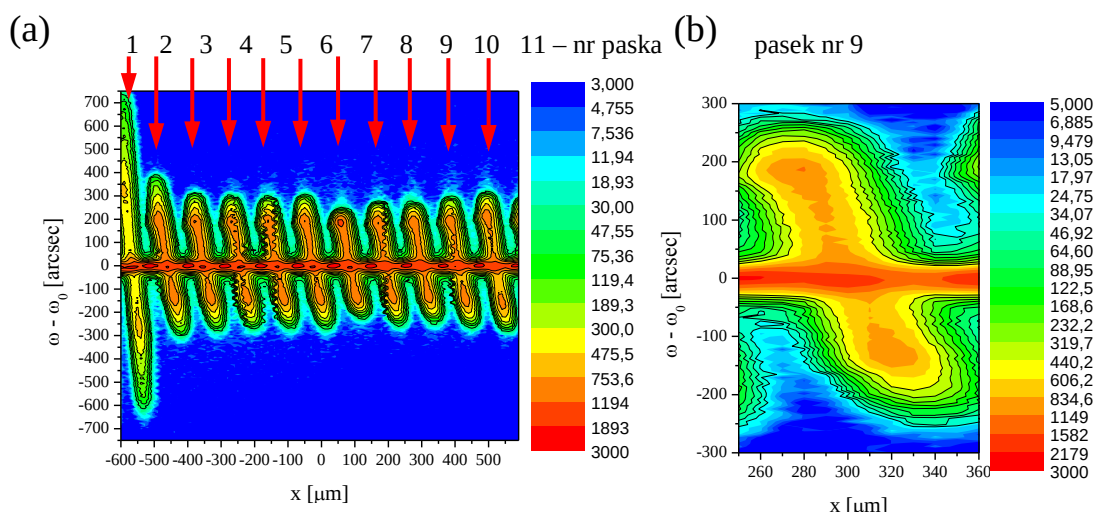
Jednak analiza map RSM oraz krzywych dyfrakcyjnych wykonanych w warunkach standardowych nie pozwala określić przyczyny pojawienia się tego typu efektów. Dopiero zastosowanie lokalnych technik pomiarowych umożliwi zobrazować rozkład naprężeń w całej strukturze.

4.3.2. Lokalny rozkład naprężeń w strukturze złożonej z wielu pojedynczych pasków ELO uzyskany techniką SRXRD

Aby wyjaśnić pochodzenie dodatkowych pików na standardowej krzywej odbić w geometrii $\varphi = 0^\circ$ (rys. 4.16), próbkę zmierzono wykorzystując technikę SRXRD. Rysunek 4.17a przedstawia mapę RC próbki zawierającej 11 pasków ELO. Sygnał zbierano z dokładnie tego samego obszaru próbki, który analizowano przy wykorzystaniu standardowej techniki pomiarowej. Lokalna mapa RC zmierzona została wiązką o szerokości $10\ \mu\text{m}$. Próbkę przesuwano z krokiem $\Delta x = 10\ \mu\text{m}$. Przeskanowano obszar o szerokości $1,2\ \text{mm}$, co pozwoliło zarejestrować krzywe odbić pochodzące od 11-stu niezrośniętych pasków. Kształt sygnału dyfrakcyjnego każdego z pasków na rys. 4.17a jest jakościowo podobny do tego, jaki omówiono w poprzednim rozdziale (rozdz. 4.1.2, rys. 4.5a) dla pojedynczego paska ELO. Podobieństwo widoczne jest lepiej na rys. 4.17b, gdzie pokazano powiększenie obrazu mapy RC dla jednego z pasków (paska o numerze 9). Tak jak poprzednio, sygnał dyfrakcyjny pochodzący od podłoża występuje w stałej pozycji kątowej $\omega = \omega_0$, co świadczy o braku deformacji płaszczyzn sieciowych (001) podłoża. Natomiast sygnał dyfrakcyjny warstwy zmienia się od położenia kątowego $\omega > \omega_0$ do położenia $\omega < \omega_0$, gdy wiązka padająca promieniowania rentgenowskiego oświetla pasek przesuwając się od lewej do prawej krawędzi. Tak jak poprzednio świadczy to o wygięciu płaszczyzn sieciowych warstwy ELO w dół w kierunku maski. Dlatego też, analiza pomiarowa jaka została przeprowadzona

w poprzedniej części może być powtórzona dla każdego paska próbki. W szczególności, można wyznaczyć rozkład kształtu płaszczyzn sieciowych (001), tak jak policzono to dla pojedynczego paska ELO (rys. 4.6, rozdz. 4.1.2).

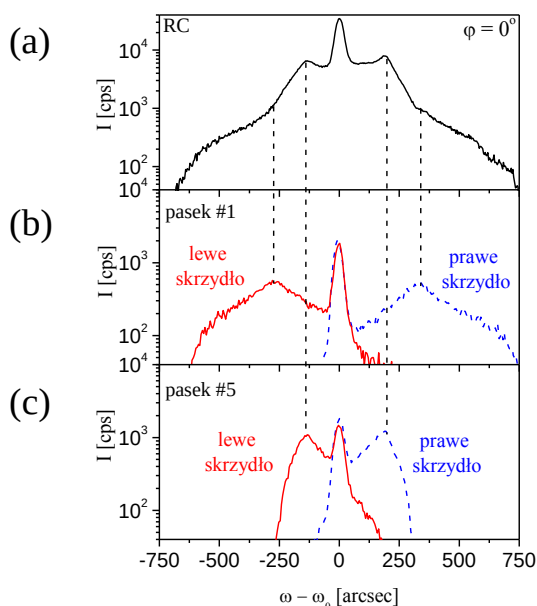
Należy zauważyć, że na lokalnej mapie RC szerokość kątowa sygnałów pochodzących od badanych pasków ELO jest różna. Świadczy to o zmianach kąta wygięcia skrzydeł warstwy ELO od paska do paska. W szczególności, wyróżnia się pasek o numerze 1. Pojawia się pytanie dlaczego kąt wygięcia paska nr 1 tak znacząco różni się od kąta wygięcia pozostałych pasków ELO. Zmierzono szerokości i grubości każdego z pasków ELO oglądając pod mikroskopem optycznym ich przekroje poprzeczne. Uzyskane wartości stosunku L/t (*aspect ratio*) zaznaczono na rys. 4.15. Średnia wartość tej wielkości wynosi ~ 3 dla pasków o numerach 2 – 11, natomiast dla paska nr 1 aż 5,5. Przyczyną takiej różnicy w rozmiarach jednego z pasków mogły być lokalne zaburzenia warunków wzrostu. Pasek nr 1 jest cieńszy i szerszy od pozostałych, dlatego łatwiej go wygiąć. Jego rozmiary powodują, że kąt wygięcia skrzydeł jest większy od kąta wygięcia pozostałych pasków. Taką zależność kąta wygięcia warstw od stosunku ich szerokości do grubości obserwowano dla warstw ELO Si [62] i warstw ELO GaAs [67] otrzymanych metodą LPE oraz warstw ELO GaN uzyskanych metodą MOVPE [64].



Rys. 4.17. Mapa RC 11-stu niezrośniętych pasków ELO wykonana bez analizatora w geometrii $\varphi = 0^\circ$ (a) oraz powiększenie obszaru mapy dla paska nr 9 (b).

W oparciu o uzyskane wyniki można łatwo wytłumaczyć nietypowy kształt krzywej odbić zarejestrowanej przy pomocy standardowej techniki pomiarowej (patrz rys. 4.16). W tym celu na rysunku 4.18 pokazano lokalne krzywe odbić od lewego i prawego

skrzydła pasków nr 1 (rys. 4.18b) i nr 5 (rys. 4.18c) wraz ze standardową krzywą odbić (rys. 4.18a). Na krzywej odbić, zarejestrowanej standardową techniką pomiarową, w punktach $\sim \omega_0 \pm 170$ arcsec widać boczne piki, które pochodzą od pasków ELO mających kąt wygięcia zbliżony do tego jak pasek nr 5. Podobnie, „piki satelitarne” widoczne na standardowej krzywej odbić to wkład do sygnału dyfrakcyjnego pochodzący od paska nr 1. W ten sposób zastosowanie techniki SRXRD pozwala udowodnić, że bardziej skomplikowany kształt szerokiej krzywej odbić nie musi wskazywać na pogorszenie jakości krystalograficznej wytworzonych warstw ELO, ale może świadczyć o różnej wartości kąta wygięcia poszczególnych pasków. Standardowa krzywa odbić to scałkowana po zmiennej x mapa RC z rys. 4.17a. Ze względu na rozrzut wartości kąta wygięcia pasków musi ona zawierać piki o różnych położeniach kątowych.



Rys. 4.18. Krzywa odbić wykonana przy użyciu standardowej techniki pomiarowej (a) oraz lokalne krzywe odbić prawego i lewego skrzydła paska nr 1 (b) i paska nr 5 (c).

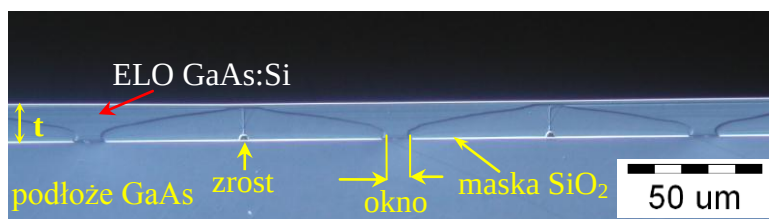
Podsumowując, technika SRXRD pozwala na precyzyjne wychwytywanie wszelkich niejednorodności badanych próbek. W szczególności pozwala na pomiar kąta wygięcia poszczególnych pasków ELO. Standardowe dyfrakcyjne techniki pomiarowe dają informacje uśrednione po dużym obszarze próbki. W konsekwencji prowadzi to do skomplikowanego obrazu krzywej odbić i może być przyczyną błędnego oszacowania dezorientacji sieci, jeśli wartości kąta wygięcia skrzydeł ELO znacząco różnią się od siebie.

4.4. Struktura krystalograficzna całkowicie zarośniętych struktur ELO

Po analizie rozkładu naprężeń w pojedynczym pasku ELO GaAs z domieszką Si na podłożu GaAs i w strukturze zawierającej układ oddzielnych pasków ELO można przystąpić do badań warstw ELO całkowicie pokrywających podłoże. Szczególnie interesujące są obszary, w których spotykają się paski ELO wyrastające z sąsiednich okien wzrostowych. Dlatego w tej części pracy właśnie obszary zrostu poddane zostaną szczegółowym badaniom.

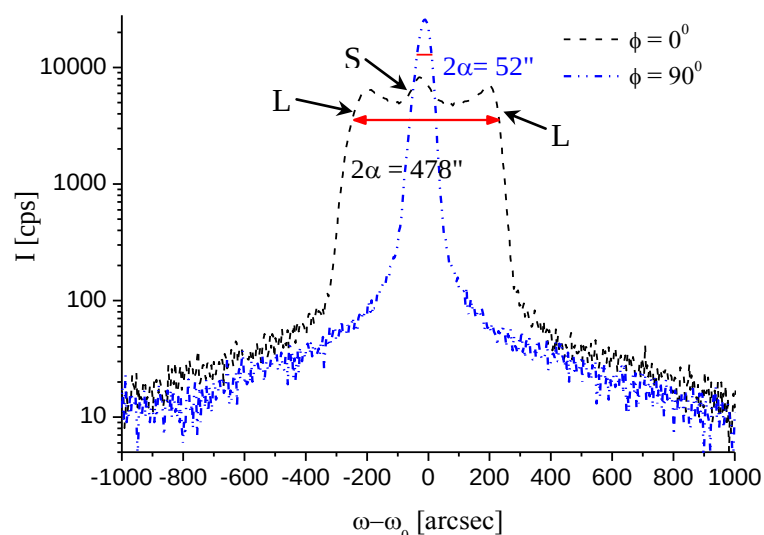
4.4.1. Parametry sieciowe próbki

Badana warstwa ELO GaAs:Si została otrzymana w ten sam sposób co poprzednie struktury. Wyhodowano ją metodą epitaksji z fazy ciekłej na niedomieszkowanym podłożu GaAs pokrytym maską SiO_2 o grubości $0,1\ \mu\text{m}$. Okna wzrostowe o szerokości $10\ \mu\text{m}$ rozmieszczono co $100\ \mu\text{m}$ i zorientowano 15° od kierunku $\langle 110 \rangle$. Tym razem proces wzrostu trwał tak długo, aby sąsiednie paski ELO zrosły się ze sobą tworząc planarną warstwę epitaksjalną. Rysunek 4.19 przedstawia zdjęcie przekroju poprzecznego badanej struktury. Zaznaczono na nim obszar okien wzrostowych oraz miejsca zrostu sąsiednich pasków ELO. Grubość warstwy ELO GaAs:Si wynosiła $t = 12\ \mu\text{m}$. Warto zwrócić uwagę, że podobnie jak na zdjęciach pokazanych na rys. 4.9 oraz rys. 4.12 (w części 4.2), na przekroju skrzydeł ELO pojawiają się linie biegnące od krawędzi maski w obszarze okna wzrostowego do górnych rogów zrośniętych ze sobą pasków ELO. Jak wspomniano wcześniej, ich obecność wywołana jest niejednorodnym rozkładem domieszki Si w warstwie.



Rys. 4.19. Zdjęcie przekroju poprzecznego próbki z całkowicie zarośniętą warstwą ELO wykonane przy użyciu mikroskopu optycznego z różnicowym kontrastem Nomarskiego. Zaznaczono obszar okna wzrostowego oraz obszar zrostu sąsiednich pasków ELO.

Pierwsze pomiary tej próbki wykonano przy użyciu standardowej techniki rentgenowskiej. Krzywe odbić w dwóch geometriach pomiarowych $\varphi = 0^\circ$ i $\varphi = 90^\circ$ przedstawiono na rys. 4.20. Podobnie jak dla pojedynczych pasków ELO, krzywa obrazująca płaszczyzny sieciowe (001) warstwy i podłoża w geometrii $\varphi = 90^\circ$ jest wąska (FWHM = $52''$). Świadczy to o braku deformacji tych płaszczyzn sieciowych wzdłuż paska ELO. Większa wartość szerokości połówkowej tej krzywej, w porównaniu z szerokością połówkową krzywej odbić typowego GaAs, związana jest z domieszkowaniem warstwy ELO. Zupełnie inny kształt sygnału dyfrakcyjnego zarejestrowano w geometrii $\varphi = 0^\circ$, gdzie krzywa odbić jest poszerzona.

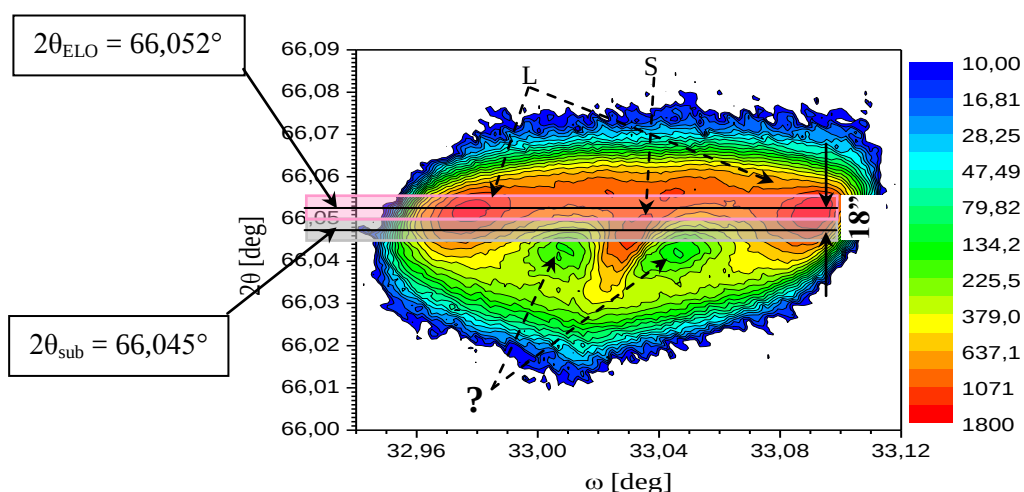


Rys. 4.20. Krzywe odbić struktury ELO GaAs/GaAs wykonane w dwóch geometriach pomiarowych $\varphi = 0^\circ$ i $\varphi = 90^\circ$.

W świetle wyników wcześniejszej analizy wskazuje to na wygięcie skrzydeł warstwy w dół wywołane oddziaływaniem skrzydeł ELO z maską SiO_2 . Warto zauważyć, że natężenie centralnego piksu pochodzącego od podłoża (oznaczonego jako S) jest takie samo jak sygnałów pochodzących od skrzydeł ELO (zaznaczonych jako L). Jest to zachowanie odmienne od obserwowanego dla krzywej dla pojedynczego paska ELO (porównaj rys. 4.3). Wytlumaczenie takiego zjawiska jest bardzo proste. W poprzednim eksperymencie wiązka promieni X była znacznie szersza niż pasek ELO. Obserwowano zatem duży wkład sygnału pochodzącego bezpośrednio od oświetlanego podłoża. Tym razem warstwa ELO całkowicie pokrywa podłoże z maską, a zatem tłumi dyfrakcyjny sygnał od podłoża. Charakterystyczna cecha wyróżniająca krzywe odbić całkowicie zarośniętej warstwy ELO od krzywych odbić pojedynczych pasków ELO, to pojawiający się na obrzeżach krzywych sygnał rozpraszania

dyfuzyjnego. Pojawienie się tego typu sygnałów może świadczyć o występowaniu pewnej struktury defektowej w badanej próbce [71, 72].

Rysunek 4.21 przedstawia mapę sieci odwrotnej próbki zmierzoną w warunkach $\varphi = 0^\circ$. Sygnał dyfrakcyjny pochodzący od warstwy ELO jest poszerzony w kierunku ω , co wskazuje na jej wygięcie. Różnica wartości kąta 2θ warstwy i podłoża wynika z domieszkowania warstwy, jednak jest ona niewielka ($18''$). Na mapie pojawiają się również dodatkowe dwa sygnały zaznaczone znakiem zapytania. Intensywność ich jest ~ 14 razy mniejsza od maksimum pików podłoża i warstwy, a położenie kątowe wskazuje na ich pochodzenie od takich obszarów struktury, dla których stała sieciowa $a_\perp$ jest nieznacznie większa od stałej sieci niedomieszkowanego podłoża. Tego typu sygnałów nie obserwowano na mapach pojedynczych pasków ELO, a ich pochodzenie nie jest proste do wyjaśnienia za pomocą techniki standardowej.



Rys. 4.21. Mapa sieci odwrotnej próbki z całkowicie zarośniętą warstwą ELO zmierzona wiązką rentgenowską o wymiarach $1,2\text{mm} \times 10\text{mm}$ w geometrii $\varphi = 0^\circ$. Zaznaczono kąty Bragga warstwy ELO (θ_{ELO}) oraz podłoża ($\theta_{\text{substrate}}$). Paskami różowym i szarym zaznaczono położenie kątowe sygnału warstwy ELO i podłoża, a szerokość tych pasków wskazuje zakres kątowy układu detekcyjnego - $18''$, co odpowiada rozdzielczości kątowej analizatora.

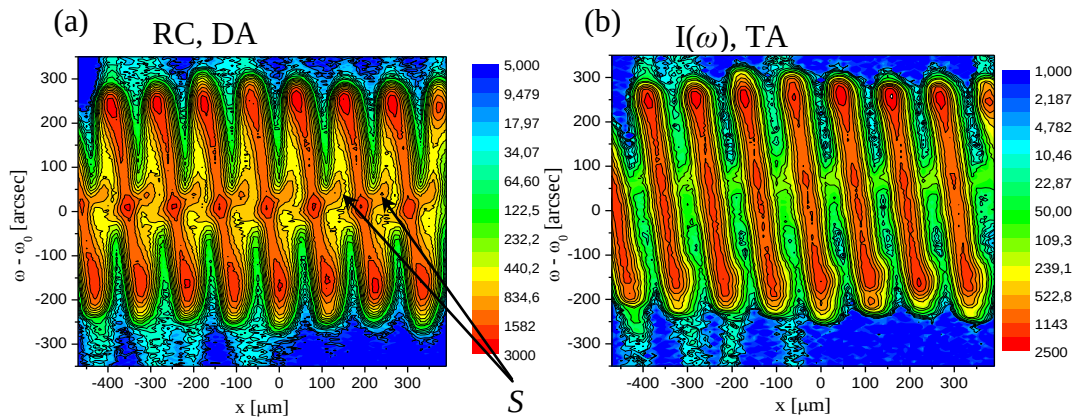
Wyniki standardowych pomiarów rentgenowskich uzyskane dla całkowicie zarośniętej warstwy ELO jakościowo przypominają rozkład sygnału dyfrakcyjnego, jaki uzyskano dla pojedynczych pasków ELO. Pojawiają się jednak pewne różnice. Jak wspomniano, skrzydła pasków ELO wyginają się w dół. Zatem podczas wzrostu, gdy skrzydła sąsiednich pasków ELO zaczynają łączyć się ze sobą, pojawia się duże naprężenie w obszarze ich zrostu. Zostało to zobrazowane w pracy [67]. Wykorzystując transmisyjną

mikroskopię elektronową pokazano tam, że w warstwie na zroście sąsiednich pasków ELO GaAs/GaAs tworzy się niskokątowa granica ziaren, co prowadzi do dostosowania wzajemnej dezorientacji łączących się skrzydeł (patrz rys. 4.27). Podobne efekty obserwowano również w układach ELO Si/Si otrzymanych metodą LPE [73], w strukturach GaN/Al₂O₃ wyhodowanych techniką MOVPE [60] oraz w warstwach GaN/Al₂O₃ uzyskanych techniką pendeo epitaksji [74]. Ponieważ są to zjawiska dobrze zlokalizowane przestrzennie ich analiza przy użyciu technik dyfrakcji z szeroką plamką promieniowania jest bardzo trudna. W celu dokładnego zbadania tego niezwykle interesującego obszaru należy stosować lokalne techniki pomiarowe.

4.4.2. Lokalny rozkład naprężeń w warstwie i podłożu

W celu dokładnego zobrazowania rozkładu naprężeń w całkowicie zarośniętych strukturach ELO zastosowano technikę SRXRD. Skupiono się głównie na obszarze zrostu sąsiednich pasków, gdyż obszar ten może charakteryzować się specyficznym rozkładem pola naprężeń.

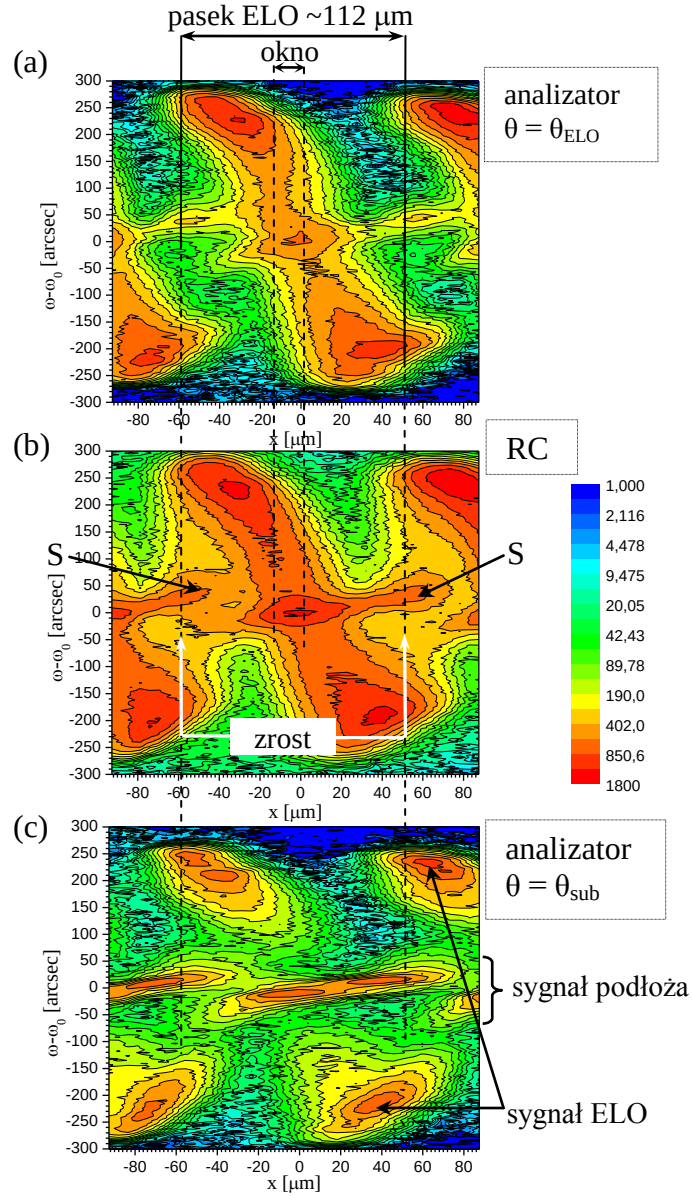
Na rysunku 4.22 przedstawiono mapy RC całkowicie zarośniętej homoepitaksjalnej warstwy ELO, złożone z lokalnych krzywych dyfrakcyjnych refleksu symetrycznego 004, wykonane bez analizatora (rys. 4.22a) oraz z analizatorem ustawionym w pozycji kątowej domieszkowanego GaAs (rys. 4.22b). W geometrii $\varphi = 0^\circ$, wiązką o rozmiarach $10\ \mu\text{m} \times 10\ \text{mm}$ przeskanowano obszar $\sim 900\ \mu\text{m}$ rejestrując krzywe dyfrakcyjne co $10\ \mu\text{m}$. Otrzymane mapy RC jakościowo są podobne do tych jakie otrzymano dla próbki zawierającej kilka niezrośniętych pasków (rys. 4.17). Tak jak poprzednio, kształt map wskazuje na wygięcie warstwy w kierunku maski SiO₂, zaś z rozciągłości kątowej sygnału można łatwo wyznaczyć kąt wygięcia pasków ELO ($\Delta\alpha = 243''$). Warto zauważyć, że na mapie złożonej z krzywych RC (rys. 4.22a), pomiędzy sygnałami pochodzącymi od sąsiednich pasków ELO pojawia się dodatkowy sygnał oznaczony symbolem „S”. Natomiast na rys. 4.22b, złożonym z krzywych dyfrakcyjnych $I(\omega)$ wykonanych w położeniu kątowym detektora z analizatorem dla domieszkowanej warstwy ELO, nie obserwuje się tego sygnału. Wskazuje to, iż pochodzi on od podłoża GaAs z obszaru zrostu sąsiednich pasków ELO.



Rys. 4.22. Mapy RC całkowicie zarośniętej warstwy ELO zmierzone w geometrii $\varphi = 0^\circ$ bez analizatora (a) oraz z analizatorem ustawionym na położenie kątowe domieszkowanej warstwy GaAs (b).

W celu dokładnej analizy obszaru zrostu pasków ELO padającą wiązkę rentgenowską zmniejszono do rozmiarów $\sim 5 \mu\text{m} \times 10 \text{ mm}$ i przeskanowano dwa takie obszary (rys. 4.23). Najpierw wykonano pomiar bez analizatora, a więc złożono mapę z krzywych odbić RC (rys.4.23b). Dodatkowy sygnał (oznaczony literą „S”) widoczny w obszarze zrostu sąsiednich pasków ma małą szerokość połówkową oraz dużą intensywność, porównywalną z sygnałem od skrzydeł ELO. Aby wyjaśnić pochodzenie tego sygnału („S”) przeskanowano ten sam obszar próbki z wykorzystaniem analizatora, który ustawiono na kąt Bragga domieszkowanej warstwy GaAs – θ_{ELO} (rys.4.23a). Sygnał dyfrakcyjny struktury ELO na tej mapie nie uległ zmianie, natomiast natężenie dodatkowego sygnału z obszaru zrostu sąsiednich pasków znacząco zmalało. Zatem tak jak poprzednio (rys. 4.22) można wnioskować, iż dodatkowy sygnał może pochodzić z obszaru podłoża. Dodatkowo wykonano pomiary tego samego obszaru próbki techniką SRXRD z analizatorem, który tym razem ustawiono w pozycji kąta dyfrakcji niedomieszkowanego podłoża – θ_{sub} (rys.4.23c). Na tej mapie sygnał dyfrakcyjny w miejscu zrostu skrzydeł sąsiednich pasków ELO ma duże natężenie, co potwierdza wcześniejszą hipotezę, że ten sygnał pochodzi od podłoża GaAs. Mapa ta zawiera również obraz dyfrakcyjny od domieszkowanej warstwy ELO (na rys.4.23c oznaczony jako sygnał ELO). Należy zwrócić uwagę, iż natężenie tego sygnału jest słabsze niż natężenie sygnału warstwy rejestrowanej na rys. 4.23 a i rys. 4.23b, gdyż na rysunkach tych zobrazowany jest sygnał maksimum pików warstwy. Natomiast na rys. 4.23c rejestrowany sygnał warstwy pochodzi ze zbocza krzywych dyfrakcyjnych, dlatego też jego natężenie jest słabsze. Obecność sygnału warstwy na mapie podłoża może być wytłumaczona

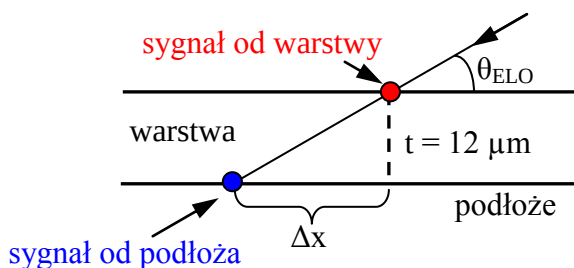
niewielką różnicą pomiędzy kątami Bragga warstwy ELO – θ_{ELO} i podłoża – θ_{sub} , oraz skończoną rozdzielczością kątową analizatora, która wynosi $\sim 18''$ (porównaj rys. 4.21). Z tego samego powodu na mapie obrazującej płaszczyznę sieciowe warstwy (rys. 4.23a) obecny jest słaby sygnał od podłoża.



Rys. 4.23. Mapy RC całkowicie zarośniętej warstwy ELO wykonane w geometrii $\varphi = 0^\circ$. Mapę środkową zmierzono bez analizatora (b), pozostałe z analizatorem ustawionym na kąt Bragga domieszkowanej warstwy ELO (a) oraz na kąt Bragga niedomieszkowanego podłoża (c).

Warto zwrócić uwagę na to, że na mapach RC wykonanych bez analizatora (rys. 4.23b) oraz z analizatorem ustawionym na kąt Bragga warstwy ELO GaAs:Si (rys. 4.23a),

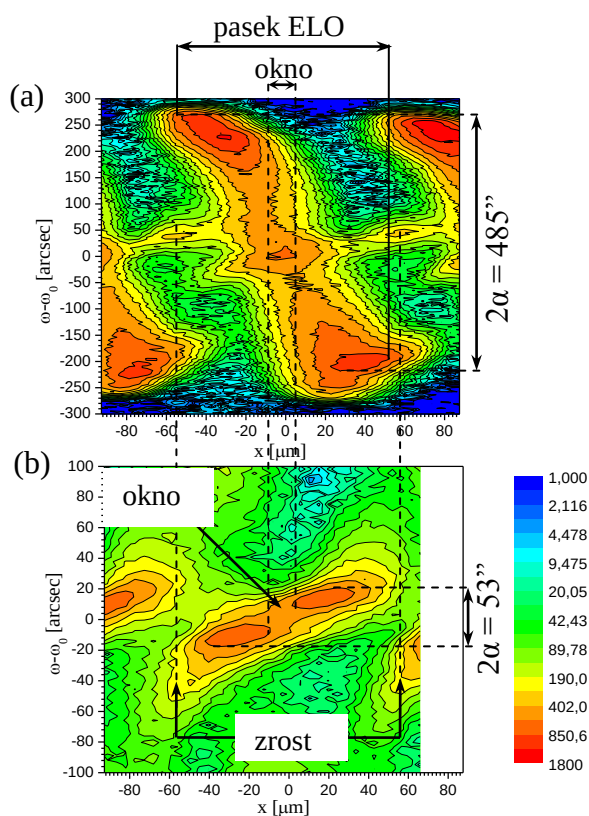
otrzymujemy bardzo dobrą zgodność położenia kąтового charakterystycznych sygnałów. Obrazy dyfrakcyjne pochodzące od skrzydeł warstwy ELO oraz od miejsc zrostu sąsiednich warstw występują dokładnie dla tych samych wartości x . Również przestrzenne położenie sygnału od warstwy ELO na rys. 4.23c dokładnie pasuje do dwóch pozostałych obrazów. Jednak sygnał od podłoża uwidoczniony na rys. 4.23c wydaje się być przesunięty w prawą stronę. Stwierdzono to na podstawie kształtu obrazu dyfrakcyjnego pochodzącego od okna wzrostowego, względem którego podłożowy sygnał dyfrakcyjny jest symetryczny. Spowodowane jest to przez czysto geometryczny efekt zilustrowany na rys. 4.24: ze względu na skończoną grubość warstwy ELO sygnał dyfrakcyjny od podłoża pochodzi z innego obszaru, przesuniętego o wartość $\Delta x = \frac{t}{\tan \theta_{ELO}}$ w stosunku do sygnału warstwy. We wzorze tym t oznacza grubość warstwy ELO, a θ_{ELO} jest kątem Bragga domieszkowanej warstwy. Na rysunku 4.25 wykreślono te same mapy uwzględniając przesunięcie przestrzenne sygnału dyfrakcyjnego podłoża względem warstwy. Dodatkowo, na mapie sygnału od podłoża (rys. 4.25b) ograniczono skalę kątową usuwając sygnał pochodzący od warstwy. W ten sposób otrzymuje się bardzo dobrą zgodność map zmierzonych z analizatorem ustawionym na kąt Bragga warstwy (rys. 4.25a) i na kąt Bragga niedomieszkowanego podłoża (rys. 4.25b). Dopiero po tej operacji można porównywać rozkłady przestrzenne sygnałów dyfrakcyjnych podłoża i warstwy. Pozwala to uzyskać wiele informacji o rozkładzie naprężeń w całej strukturze ELO.



Rys. 4.24. Schematyczny rysunek pokazujący przestrzenne przesunięcie sygnału (Δx) dyfrakcyjnego warstwy ELO i podłoża spowodowane skończoną grubością warstwy.

Warto zauważyć, że na mapach na rys. 4.25 kątowe położenie sygnałów dyfrakcyjnych pochodzących od warstwy i podłoża zmienia się w inny sposób. Gdy wiązka pierwotna oświetla kolejne miejsca na pasku ELO wzdłuż kierunku x (pomiędzy obszarami zrostu sąsiednich pasków) maksima krzywych dyfrakcyjnych dla warstwy przesuwają się ku mniejszym wartościom położenia kąтового ω , natomiast maksimum sygnału podłożowego

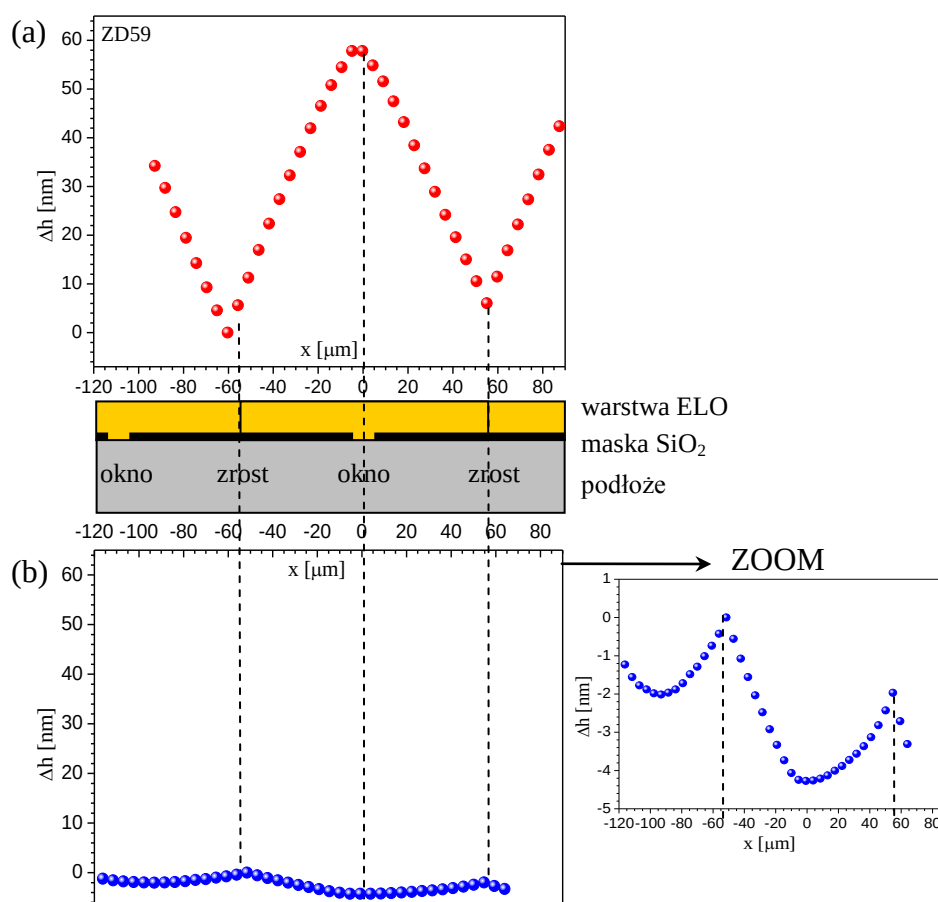
zmienia się w przeciwnym kierunku. Płaszczyzny sieciowe (001) domieszkowanej warstwy ELO wygięte są w dół ku masce SiO_2 , czyli tak samo jak miało to miejsce w próbkach zawierających pojedyncze paski. Wartość kąta wygięcia skrzydeł wynosi $\sim 243''$. Tak jak w poprzednich strukturach ELO GaAs:Si/GaAs wygięcie to spowodowane jest oddziaływaniem skrzydeł z maską. Natomiast płaszczyzny sieciowe podłoża GaAs wygięte są do góry, również w kierunku maski. Należy jednak zwrócić uwagę, iż wartość kąta wygięcia jest o rząd wielkości mniejsza niż w warstwie ELO i wynosi tylko $\sim 26''$. Może to być spowodowane tym, że maska SiO_2 wpływa również na strukturę niedomieszkowanego podłoża. Hipoteza ta wydaje się jednak mało prawdopodobna, gdyż w strukturach pojedynczych pasków ELO nie obserwowano zaburzeń podłożowego sygnału dyfrakcyjnego.



Rys. 4.25. Porównanie map RC całkowicie zarośniętej warstwy ELO zmierzonych z analizatorem ustawionym na kąt Bragga domieszkowanej Si warstwy GaAs (a) oraz kąt Bragga niedomieszkowanego podłoża GaAs (b). Zastosowano przesunięcie przestrzenne sygnału podłożowego wynikające z grubości warstwy.

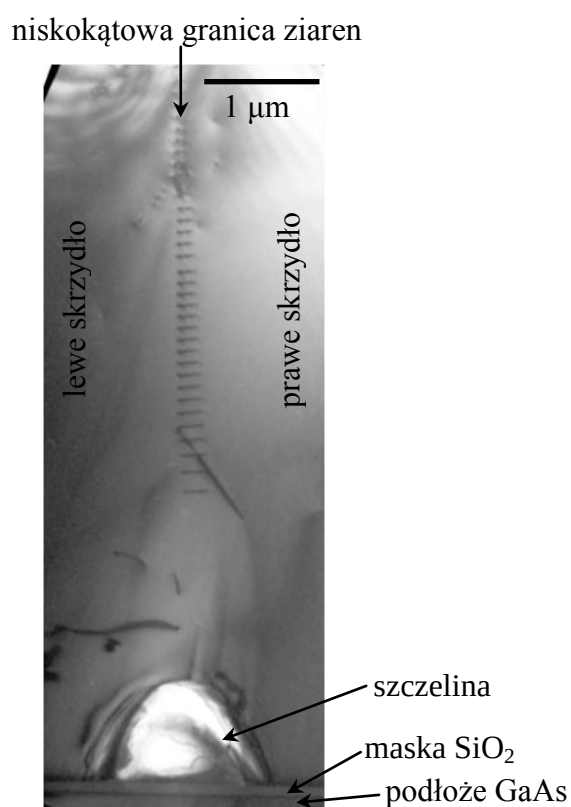
Jak zostało opisane wcześniej, wykorzystując rozkład sygnału dyfrakcyjnego na mapach RC można łatwo odtworzyć kształt badanych płaszczyzn sieciowych (001). Rysunek 4.26 pokazuje wynik obliczeń kształtu płaszczyzn sieciowych domieszkowanej warstwy ELO

(rys. 4.26a) oraz niedomieszkowanego podłoża (rys. 4.26b), które otrzymano z map na rys. 4.25. Przyjęto przesunięcie płaszczyzn sieciowych $\Delta h = 0$ w punkcie zrostu sąsiednich warstw ELO. Dla łatwiejszego porównania wyniki przedstawiono w tej samej skali. W miejscu zrostu sąsiednich pasków ELO, zarówno w obszarze warstwy jak i podłoża, widać punkt gwałtownej zmiany orientacji płaszczyzn sieciowych. Może to prowadzić do powstania dużego naprężenia i ewentualnie jego relaksacji przez generowanie nowych defektów strukturalnych. W podłożu (rys. 4.26b) w miejscu zrostu sąsiednich pasków ELO zmiana orientacji płaszczyzn sieciowych jest niewielka i można ją zobaczyć zmniejszając skalę zmiennej Δh . Wygięcie płaszczyzn sieciowych podłoża oraz ich dezorientacja są ok. 12 razy mniejsze niż w warstwie. To powoduje, że relaksacja naprężeń poprzez tworzenie nowych defektów w podłożu jest mniej prawdopodobna.



Rys. 4.26. Kształt płaszczyzn sieciowych warstwy ELO (a) i podłoża (b) obliczony z map RC na Rys. 4.25. W środku umieszczono schematyczny rysunek przekroju poprzecznego struktury ELO GaAs/GaAs. Na powiększeniu widoczne są zmiany sygnału dyfrakcyjnego w obszarze zrostu sąsiednich pasków ELO.

Powyższe wyniki są zgodne z obrazem uzyskanym przy pomocy transmisyjnej mikroskopii elektronowej jaki raportowano dla podobnej struktury ELO GaAs:Si/GaAs w pracy [67]. Na rysunku 4.27 przedstawiono zdjęcie obszaru zrostu sąsiednich pasków ELO tej próbki. Obraz ten pokazuje, że w tym miejscu na próbce pojawia się niskokątowa granica ziaren w obszarze warstwy, natomiast w podłożu nie występują żadne nowe defekty. Maksymalny kąt wygięcia warstwy ELO wywołany oddziaływaniem z maską wynosi $270''$, czyli nieznacznie więcej niż w badanej tutaj warstwie. Dodatkowo, na zdjęciu widoczna jest szczelina, która wytworzyła się tuż nad maską pod warstwą ELO w miejscu zrostu sąsiednich pasków. Przyczyną jej powstawania jest charakterystyczny kształt powierzchni bocznych łączących się ze sobą pasków ELO. Szczegóły procesu powstawania przerwy pomiędzy łączącymi się skrzydłami ELO dokładnie opisano w pracy [73]. Wyniki te pozwalają przypuszczać, że w badanej tutaj strukturze ELO występują tego samego typu efekty prowadzące do relaksacji naprężeń w całkowicie zarośniętej warstwie.



Rys. 4.27. Zdjęcie TEM obszaru zrostu sąsiednich pasków GaAs w próbce z całkowicie zarośniętą warstwą GaAs [67].

Podobne efekty generacji nowych dyslokacji w obszarze zrostu sąsiednich pasków obserwowano również w całkowicie zarośniętych strukturach ELO Si otrzymywanych metodą LPE [73]. Ponieważ wraz ze wzrostem grubości łączących się skrzydeł ELO wzrasta wartość kąta wygięcia skrzydła $\Delta\alpha$, tzn. wzrasta wzajemna dezorientacja zrastających się skrzydeł, dla warstw cieńszych niż 3 – 4 μm obserwowano obszar zrostu wolny od defektów przy kącie wygięcia mniejszym niż 360° . Dla warstw grubszych i z większym kątem wygięcia pojawiała się niskokątowa granica ziaren. Analogiczne zachowanie tworzenia niskokątowej granicy ziaren w obszarze zrostu sąsiednich pasków obserwowano w całkowicie zarośniętych krzemowych warstwach ELO, które otrzymano metodą chemicznego osadzania z fazy pary (CVD – Chemical Vapor Deposition) na masce SiO_2 i podłożu Si [75]. W strukturach tych wraz ze wzrostem grubości tlenku liniowo zwiększa się ilość defektów na froncie zrostu sąsiednich pasków ELO. Powodem takiego zachowania jest coraz większy kąt wygięcia skrzydeł ELO ($\Delta\alpha$) dla grubszych warstw, przez co następuje akumulacja naprężeń na zroście.

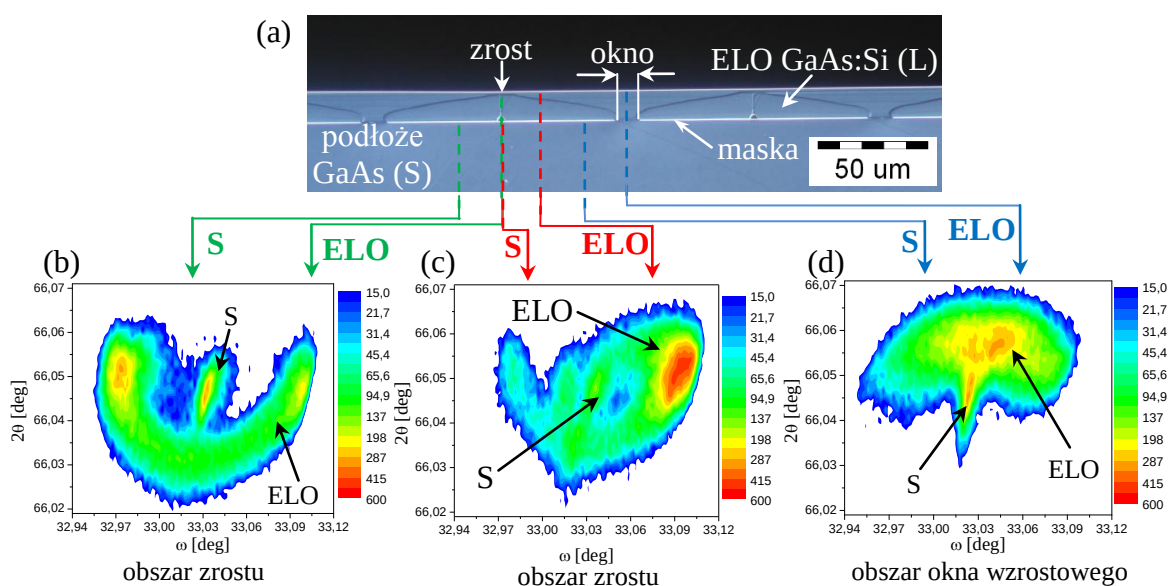
Zjawisko relaksacji naprężeń poprzez tworzenie układu dyslokacji granicy niskokątowej było obserwowane również w strukturach ELO GaN [60]. Defekt, który nazwano tam *D1* jest podobny do tego jaki obserwuje się w badanych tutaj strukturach ELO GaAs:Si/GaAs. Obserwowano go w obszarze zrostu skrzydeł ELO. Jednak mechanizm jego powstawania był odmienny. W przeciwieństwie do struktur ELO GaAs gęstość dyslokacji przechodzących (TD) w strukturach ELO GaN jest bardzo duża ($\sim 10^7 - 10^{10} \text{ cm}^{-2}$) [76,60]. Z tego względu do powstania granicy niskokątowej nie była potrzebna generacja nowych dyslokacji. Granica taka tworzona była z dyslokacji przechodzących, które zaginały się nad krawędzią maski i rozprzestrzeniały lateralnie w skrzydłach warstwy GaN, a następnie zmieniały swój kierunek na pionowy w obszarze zrostu sąsiednich pasków. Kąt wygięcia skrzydeł ELO dla tych struktur wynosi aż 1° .

4.4.3. Mapowanie rozkładu parametrów sieciowych na froncie zrostu sąsiednich pasków ELO

Wykorzystując technikę SRXRD zanalizowano rozkład naprężeń w całkowicie zarośniętych warstwach ELO GaAs:Si oraz w niedomieszkowanym podłożu. Analiza naprężeń przeprowadzona z wykorzystaniem rentgenowskich technik pomiarowych pozwala

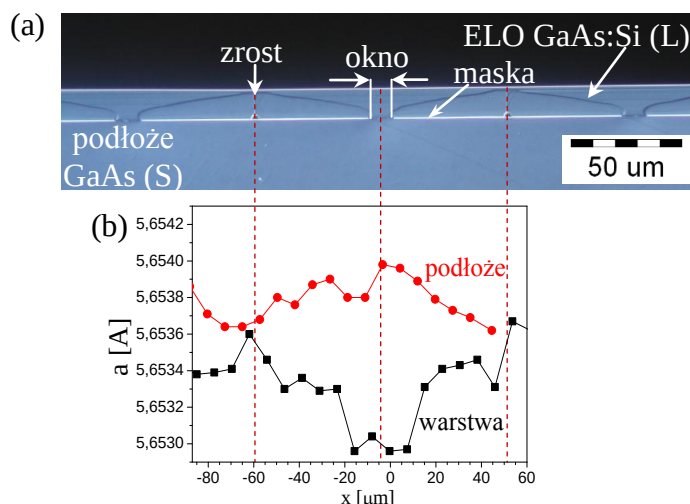
przypuszczać, iż w obszarze warstwy w miejscu zrostu skrzydeł sąsiednich pasków ELO może tworzyć się niskokątowa granica ziaren z kompleksem nowo powstałych dyslokacji. Dyfrakcyjny obraz niedomieszkowanego podłoża pozwala przypuszczać, iż relaksacja powstałych tutaj naprężeń jest elastyczna. Przeprowadzono dodatkowy eksperyment mający na celu zobrazowanie przestrzennego rozkładu stałych sieciowych $a_{\perp}$ podłoża i warstwy w geometrii $\varphi = 0^{\circ}$. Polegał on na kolejnych pomiarach lokalnych map RSM z obszaru $\sim 150 \mu\text{m}$ wiązką o szerokości $5 \mu\text{m}$, które rejestrowano zmieniając położenie próbki co $1 \mu\text{m}$ wzdłuż osi z.

Na rysunkach 4.28 b-d przedstawiono wybrane trzy lokalne mapy RSM. Przedstawiają one obraz dyfrakcyjny zarejestrowany w obszarze zrostu sąsiednich pasków ELO i okna wzrostowego. Interpretując dane doświadczalne należy pamiętać, iż obrazy te zawierają zarówno sygnał dyfrakcyjny od warstwy jak i podłoża (porównaj mapę na rys. 4.21). Ważne jest również to, iż sygnały dyfrakcyjne warstwy i podłoża są przesunięte względem siebie ze względu na grubość warstwy ELO (porównaj rys. 4.24). Przykładowo oznacza to, że mapa pokazana na rys. 4.28b zawiera informacje o sieci krystalicznej warstwy ELO w punkcie zrostu (zaznaczonym zieloną strzałką ELO) oraz o podłożu w punkcie oznaczonym zieloną strzałką z symbolem „S”. W podobny sposób na rysunkach 4.28 c i d kolorowymi strzałkami zaznaczono z jakiego miejsca na próbce pochodzi sygnał dyfrakcyjny warstwy, a z jakiego od podłoża.



Rys. 4.28. Zdjęcie przekroju poprzecznego próbki ELO z całkowicie zarośniętą warstwą (a). Lokalne mapy RSM (b) – (d) wykonano przy użyciu wąskiej wiązki w obszarze zrostu sąsiednich pasków ELO oraz ponad oknem wzrostu.

Zauważmy, że kształt sygnału dyfrakcyjnego od warstwy ELO na tych mapach zmienia się w zależności od położenia plamki na próbce. W obszarze okna wzrostowego kształt mapy jest podobny do tego, jaki otrzymywano wykorzystując technikę standardową dla pojedynczych pasków ELO. Jednak w miejscu zrostu sąsiednich pasków ELO (rys. 4.28b) rozkład na mapie sygnału dyfrakcyjnego warstwy zmienia się zupełnie przeciwnie niż nad oknem wzrostu. Składając te dwie mapy w jedną całość otrzyma się mapę RSM podobną do tej jaka została zmierzona w warunkach standardowych (rys. 4.21). Ponadto, położenie kątowe pików ELO na lokalnej mapie 4.28b wskazuje, że niewyjaśnione dotąd sygnały dyfrakcyjne oznaczone symbolem „?” na standardowej mapie RSM na rys. 4.21 pochodzą właśnie od obszarów zrostu pasków ELO. Interpretacja taka dodatkowo wzmocniona jest argumentem, że sygnałów tych nie rejestrowano na mapach pojedynczych pasków ELO.



Rys. 4.29. Zdjęcie przekroju poprzecznego próbki ELO z całkowicie zarośniętą warstwą (a) oraz odpowiadające wartości stałych sieciowych $a_{\perp}$ zmierzone z lokalnych map RSM dla warstwy i podłoża.

Z lokalnych map RSM wyznaczono przestrzenne rozkłady stałych sieciowych $a_{\perp}$ podłoża i warstwy ELO. Wyniki przedstawiono na rys. 4.29b. Jak widać stałe sieciowe domieszkowanej warstwy ELO w poprzek całego paska są zawsze mniejsze od stałych sieciowych niedomieszkowanego podłoża, jednak w obszarze zrostu sąsiednich pasków ELO osiągają wartość bliską wartości podłożowej. Tuż nad oknem wzrostowym osiągają wartość najmniejszą. Niezwykle ciekawy wydaje się być rozkład parametrów sieciowych niedomieszkowanego podłoża. Przeciwnie do warstwy ELO stała sieciowa $a_{\perp}$ jest największa w obszarze okna wzrostowego zaś najmniejsza pod obszarem zrostu sąsiednich pasków ELO.

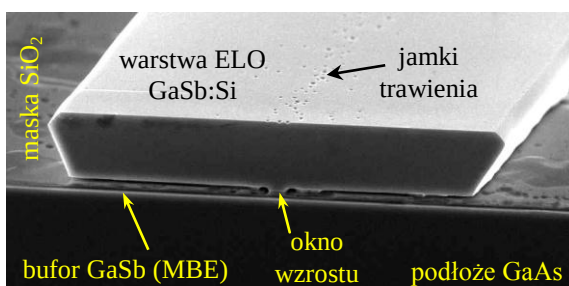
O ile przestrzenne zmiany $a_{\perp}$ w warstwie można próbować tłumaczyć niejednorodnym rozkładem domieszki w warstwie ELO i efektem rozmiarowym to zmiany tego parametru w podłożu nie da się wytłumaczyć w ten sam sposób. Podobny rozkład naprężeń w podłożu obserwowano na topografiach synchrotronowych w strukturach ELO InP na Si [19]. Tam jednak efekt ten tłumaczono różnicą współczynników rozszerzalności cieplnej pomiędzy warstwą a podłożem. Zbliżone pole naprężeń w podłożu otrzymano również jako wynik symulacji numerycznych w strukturach GaMnAs/GaAs z maską Ti [77]. Niestety, nie dyskutowano fizycznych przyczyn jego powstawania.

Pełna interpretacja wyników przedstawionych na rys. 4.28 i 4.29 nie jest łatwa. Trzeba pamiętać, że struktura próbki jest bardzo skomplikowana. Należy uwzględnić niejednorodny rozkład domieszki w warstwie, oddziaływanie skrzydeł ELO z maską i ze skrzydłami sąsiadujących pasków, a także różne rozszerzalności termiczne warstwy, podłoża i maski. W obszarze zrostu obraz dodatkowo komplikowany jest przez obecność szczeliny pokazanej na rys. 4.27 i ewentualnej obecności w niej wychwyconego galu. Dlatego przedstawione powyżej unikatowe wyniki doświadczalne należy raczej traktować jako wyjściowy materiał do symulacji numerycznych pola naprężeń w całej strukturze. Nieliczne przykłady takich badań są już znane w literaturze i dotyczą warstw ELO GaN na podłożach szafirowym, SiC oraz Si z maską SiN [78], a także struktur ELO GaN/GaN z maską SiO₂ na podłożu SiC z warstwą buforową AlN [79].

4.5. Rozkład naprężeń w strukturach ELO GaSb na podłożach GaAs

Dotychczasowa część rozprawy poświęcona była badaniom właściwości strukturalnych homoepitaksjalnych warstw ELO. Niedopasowanie parametrów sieciowych warstwy i podłoża było bardzo małe i wynikało jedynie z różnic w poziomie domieszkowania. Takie struktury są ciekawym obiektem badań. Są też przydatne do wytwarzania przyrządów przedstawionych w rozdziale II lub w układach warstwowych z trójwymiarową architekturą [80, 81]. Jednak w typowych strukturach ELO wykorzystuje się podłoże z dużym niedopasowaniem sieciowym względem materiału warstwy. Zazwyczaj, na podłożu osadza się wówczas zrelaksowaną, planarną warstwę buforową, a po nałożeniu maski usuwane są defekty propagujące się od międzypowierzchni bufor/podłoże poprzez wzrost ELO takiego samego materiału co bufor. W tym sensie, nawet w takich przypadkach, ELO pozostaje techniką wzrostu homoepitaksjalnego, ale na podłożu o bardzo dużej gęstości defektów i skomplikowanej mikrostrukturze. Jak będzie pokazane, prowadzi to do specyficznych właściwości strukturalnych warstw ELO.

Ta część rozprawy obejmie analizę heteroepitaksjalnych struktur ELO GaSb domieszkowanych Si na podłożu GaAs pokrytym maską SiO_2 . Opierając się na wynikach uzyskanych dla prostszych struktur zostanie podjęta próba charakteryzacji strukturalnej tej warstwy.



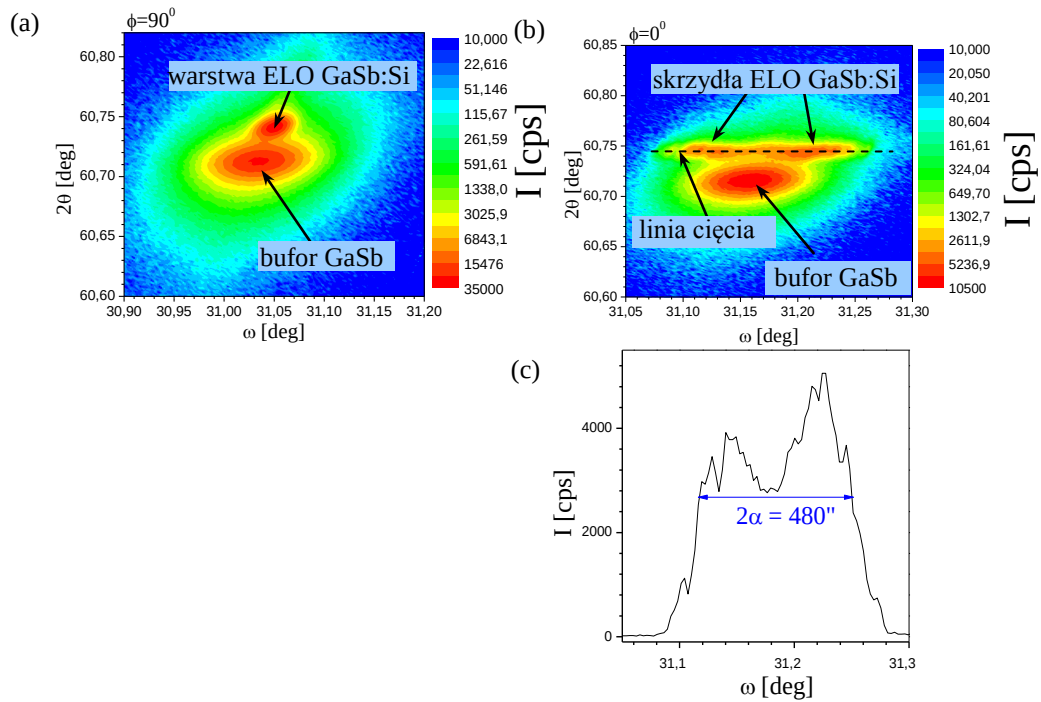
Rys. 4.30. Zdjęcie SEM struktury ELO GaSb:Si/GaAs. Selekttywne trawienie ujawniło występowanie jamek trawienia tuż nad oknem wzrostu.

Na rys. 4.30 przedstawiono zdjęcie jednego z pasków badanej struktury ELO wykonane przy użyciu skaningowego mikroskopu elektronowego. Widać podłoże GaAs,

planarną warstwę buforową GaSb o grubości 2 μm wykonaną techniką MBE, maskę SiO_2 z wytrawionym oknem wzrostowym i warstwę ELO GaSb otrzymaną techniką LPE. Szerokości badanych warstw ELO GaSb:Si wynosiły $2L + W \sim 130 \mu\text{m}$, natomiast grubości $\sim 18 \mu\text{m}$. Ze względu na dużą odległość okien wzrostowych od siebie (500 μm) paski ELO były za wąskie aby stykać się ze sobą. Warstwę poddano selektywnemu trawieniu w celu ujawnienia rozkładu jamek dyslokacji. Na rysunku widać, że dyslokacje przechodzące, które powstały z powodu dużego nieodpasowania sieciowego pomiędzy podłożem GaAs a warstwą buforową GaSb, propagują się do domieszkowanej warstwy ELO tylko w obszarze wąskich okien wzrostowych. Części lateralne warstwy są jednorodne i prawie wolne od dyslokacji, pomimo że w warstwie buforowej GaSb leżącej pod nimi gęstość dyslokacji jest bardzo duża ($\sim 10^8 \text{ cm}^{-2}$). Obraz ten, jak i wiele raportów literaturowych [32, 33, 13, 26], potwierdzają wysoką wydajność filtrowania defektów w technice ELO.

4.5.1. Analiza warstw ELO GaSb/GaAs przy użyciu standardowej techniki dyfrakcyjnej

Pomiary rozkładu naprężeń w wybranym pojedynczym pasku ELO GaSb:Si/GaSb/GaAs przeprowadzono tak jak poprzednio stosując w pierwszej kolejności standardową technikę dyfrakcyjną. Rysunek 4.31 przedstawia mapy sieci odwrotnej (RSM) refleksu symetrycznego 004 warstwy ELO GaSb na podłożu GaAs, wykonane w dwóch geometriach pomiarowych $\varphi = 90^\circ$ (rys. 4.31a) i $\varphi = 0^\circ$ (rys.4.31b). Z map wynika, iż stała sieci domieszkowanej warstwy jest nieco mniejsza od stałej sieci niedomieszkowanego bufora GaSb, co wywołane jest dyskutowanym już wcześniej efektem rozmiarowym. Zjawisko to pozwala na separację sygnałów dyfrakcyjnych bufora i warstwy i ich oddzielną analizę. Sygnał dyfrakcyjny pochodzący od bufora GaSb jest szeroki niezależnie od konfiguracji pomiarowej. Jego szerokość połówkowa w geometrii $\varphi = 0^\circ$ wynosi ok. 226'' natomiast w przeciwniej 212''. Wartości te są porównywalne z tymi, jakie otrzymuje się dla planarnych warstw o dużym niedopasowaniu sieciowym z podłożem. Z drugiej strony, szerokość połówkowa sygnału dyfrakcyjnego pochodzącego od warstwy ELO GaSb zmierzona w geometrii $\varphi = 90^\circ$ wynosi tylko 86''. Takie silne zmniejszenie wartości szerokości połówkowej krzywej RC świadczy o poprawie jakości krystalograficznej otrzymanej warstwy, przynajmniej wzdłuż kierunku okien wzrostowych.

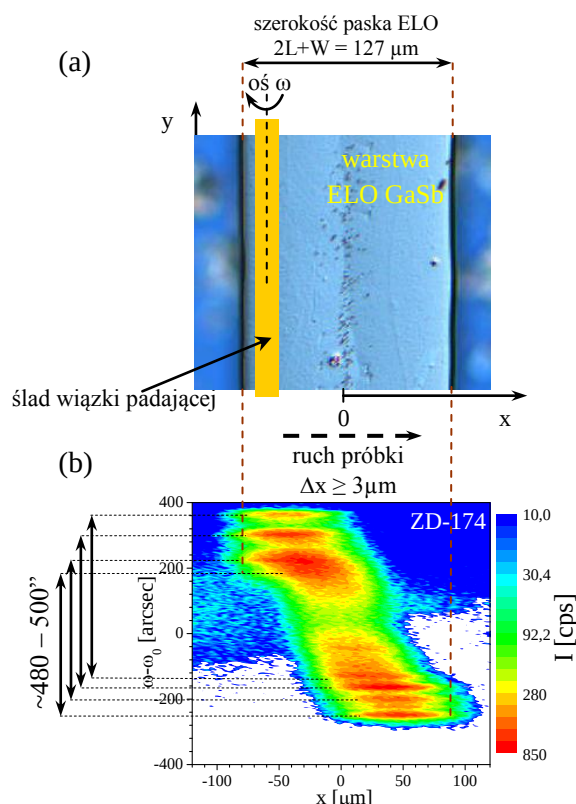


Rys. 4.31. Mapy sieci odwrotnej próbki ELO GaSb:Si/GaAs zmierzone w geometrii $\phi = 0^\circ$ (a) i $\phi = 90^\circ$ (b) oraz krzywa odbić (c) zmierzona z analizatorem ustawionym na kąt Bragga domieszkowanej warstwy ELO w geometrii $\phi = 0^\circ$. Linia, jaką zaznaczono na mapie (b) wskazuje miejsce, w którym została zmierzona krzywa odbić (c); α jest kątem wygięcia skrzydeł warstwy ELO.

Jednak analizując sygnał dyfrakcyjny warstwy ELO w geometrii $\phi = 0^\circ$ widać znaczne jego poszerzenie w stosunku do sygnału bufora (rys. 4.31 b). Co więcej, sygnał ten nie jest tak jednorodny jak obserwowano w warstwach ELO GaAs. Zawiera kilka maksimum o różnych wartościach kąta ω . Widać to dokładnie na krzywej dyfrakcyjnej (rys. 4.31c), która obrazuje przecięcie mapy RSM wzdłuż sygnału dyfrakcyjnego warstwy (linia cięcia na rys. 4.31b). Składa się ona z dwóch głównych pików, które mogą świadczyć o wygięciu skrzydeł warstwy ELO. Zawiera jednak również dodatkowe, słabsze piki dyfrakcyjne. Taki kształt krzywej odbić oraz map RSM może wskazywać na strukturę ziarnistą otrzymanej warstwy. Jednak jej precyzyjna analiza jest trudna przy użyciu standardowej techniki dyfrakcyjnej. Informacja jaką odczytać można z rys. 4.31c to wygięcie warstwy ze średnim kątem wygięcia $\sim 240''$.

4.5.2. Analiza warstw ELO GaSb/GaAs przy użyciu techniki SRXRD

Aby wyjaśnić kształt mapy RSM oraz krzywej dyfrakcyjnej $I(\omega)_{TA}$ otrzymanych w geometrii $\varphi = 0^\circ$ przy użyciu standardowej techniki dyfrakcyjnej, zastosowano metodę SRXRD. Na rysunku 4.32a przedstawiono zdjęcie badanego paska ELO GaSb:Si wykonane przy użyciu mikroskopu optycznego z różnicowym kontrastem Nomarskiego. Selektywne trawienie ujawniło obecność dyslokacji przechodzących tylko w obszarze okna wzrostowego, zaś ich brak w obszarach skrzydeł warstwy. Na zdjęciu zaznaczono też, w tej samej skali, ślad wiązki oświetlającej badaną strukturę podczas pomiaru techniką SRXRD (szerokość wiązki $10\ \mu\text{m}$, jej długość $\sim 500\ \mu\text{m}$).

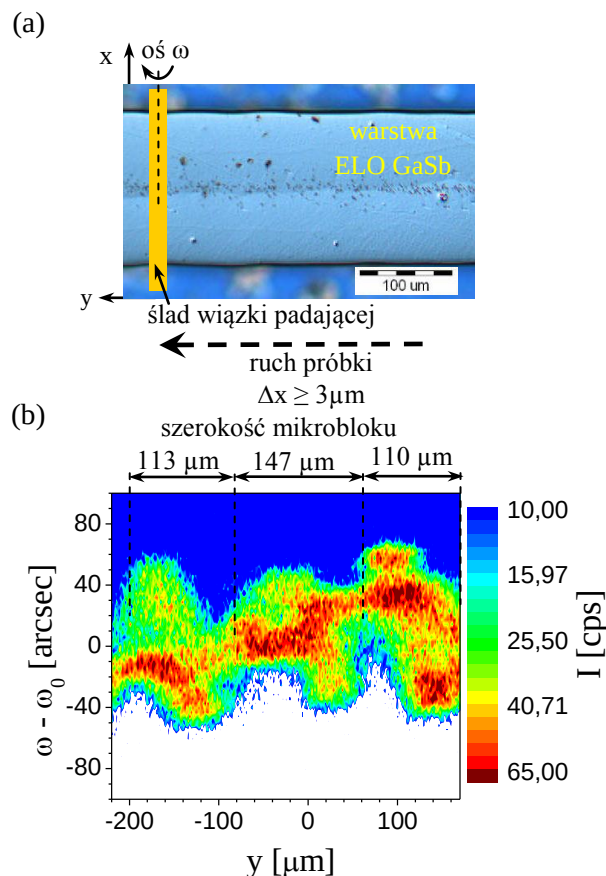


Rys. 4.32. Zdjęcie próbki ELO GaSb:Si/GaAs wykonane przy użyciu mikroskopu optycznego z różnicowym kontrastem Nomarskiego (a) oraz mapa RC zmierzona w geometrii $\varphi = 0^\circ$ z analizatorem ustawionym na pozycję kątową domieszkowanej warstwy GaSb (b). Na rysunku (a) zaznaczono kształt jaki wiązka padająca znaczy na próbce oraz kierunek przesuwu próbki.

Rysunek 4.32b przedstawia mapę RC, która została zmierzona w geometrii $\varphi = 0^\circ$ z analizatorem ustawionym na kąt Bragga domieszkowanej warstwy GaSb. Próbkę przesuwano wzdłuż osi z co $2\ \mu\text{m}$ ($\Delta x = 3,5\ \mu\text{m}$) rejestrując krzywe $I(\omega)_{TA}$ refleksu

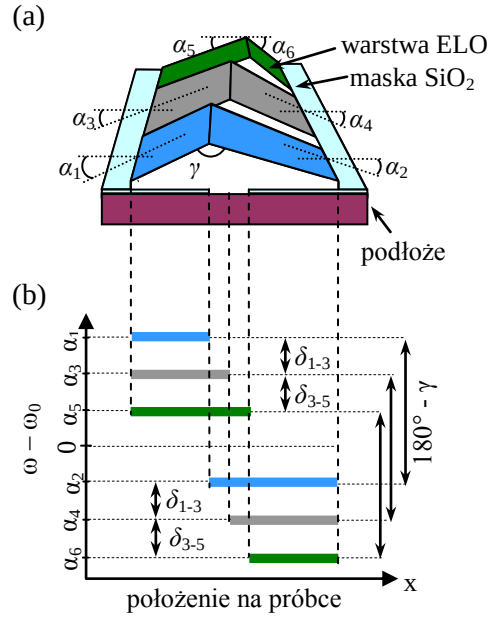
symetrycznego 004 GaSb. Zebrany sygnał dyfrakcyjny pochodził z obszaru $x = \pm 120 \mu\text{m}$. Obraz pokazany na rys. 4.32b jest bardzo podobny do tego, jaki otrzymano dla homoepitaksjalnych struktur ELO. Opierając się na analizie map RC jaką przeprowadzono poprzednio można stwierdzić, że warstwa ELO GaSb:Si jest wygięta w dół ku masce. Średni kąt wygięcia skrzydeł ELO wynosi ok. $240''$, co jest zgodne z wartością otrzymaną przy użyciu standardowej techniki XRD. Jednak mapa ta zawiera dodatkowe elementy nie obserwowane wcześniej. Widać na niej dyskretne prążki rozmieszczone poziomo jeden nad drugim (zaznaczono je poziomymi przerywanymi liniami). Takie rozłożenie sygnału dyfrakcyjnego może świadczyć o ziarnistości lub niejednorodności struktury. Co więcej, odległości pomiędzy maksimami dyfrakcyjnymi są bardzo regularne. Prążki te można pogrupować w pary w taki sposób, że odstępów pomiędzy nimi są takie same ($\sim 480'' - 500''$). Z każdej pary prążków jeden pochodzi od lewego a drugi od prawego skrzydła. Obserwowany efekt wydaje się być zjawiskiem wskazującym na pewną regularność występującą w badanej strukturze. Ponieważ sygnały dyfrakcyjne pochodzące od domieszkowanej warstwy i niedomieszkowanego bufora są dobrze odseparowane mamy pewność, że dodatkowe prążki rejestrowane na mapie RC pochodzą od warstwy ELO GaSb:Si. Aby znaleźć ich źródło wykonano pomiary lokalnej dyfrakcji w geometrii $\varphi = 90^\circ$.

Próbkę ustawiono względem wiązki padającej tak jak pokazano na rys. 4.33a. Aby sygnał dyfrakcyjny pochodził tylko od pojedynczego paska ELO zastosowano metalową maskę ograniczającą pionowy rozmiar wiązki (patrz część 3.2). Zbierano krzywe dyfrakcyjne przesuwając próbkę wzdłuż osi z co $2 \mu\text{m}$, co odpowiada zmianie położenia w poprzek paska ELO co $3,5 \mu\text{m}$. Dla każdego położenia próbki mierzono lokalne krzywe dyfrakcyjne $I(\omega)_{\text{TA}}$ z analizatorem ustawionym na położenie kąta dyfrakcji domieszkowanej warstwy ELO GaSb. Zatem, tak samo jak w geometrii pomiarowej $\varphi = 0^\circ$, zarejestrowana mapa pokazana na rys. 4.33b pokazuje tylko sygnał pochodzący od warstwy.



Rys.4.33. Zdjęcie próbki ELO GaSb:Si/GaAs wykonane przy użyciu mikroskopu optycznego z różnicowym kontrastem Nomarskiego (a) oraz mapa RC zmierzona w geometrii $\varphi = 90^\circ$ wzdłuż (y) paska ELO (b). Na rysunku (a) zaznaczono kształt wiązki padającej oraz kierunek przesuwu próbki.

Sygnał dyfrakcyjny rejestrowany na mapie RC ma periodyczny kształt powtarzający się co $\sim 110\text{--}150\text{ }\mu\text{m}$. Tak więc również w tym kierunku obserwujemy charakterystyczny rozkład sygnału dyfrakcyjnego. Interpretacja tego rozkładu jest znacznie trudniejsza niż w przypadku geometrii $\varphi = 0^\circ$, ale wydaje się, że kształt mapy wskazuje, iż płaszczyzny sieciowe (001) warstwy ELO wygięte są w dół również w geometrii $\varphi = 90^\circ$. Wielkość kąta wygięcia wynosi $\sim 50''$, a więc znacznie mniej niż w geometrii $\varphi = 0^\circ$. Jak widać, w obszarze skanowanego obszaru sygnał dyfrakcyjny powtarza się periodycznie 3 razy, co może wskazywać, że zarejestrowano sygnały dyfrakcyjne pochodzące od trzech powtarzających się obiektów. W dalszej części zostanie podjęta próba wyjaśnienia co jest przyczyną powstawania takiego obrazu na mapie RC.



Rys. 4.34. Schemat hipotetycznej struktury ELO (a) oraz odpowiadająca jej mapa RC mierzona z analizatorem ustawionym na kąt Bragga warstwy (b). α_i to kąt wygięcia i -tego skrzydła warstwy ELO, γ to kąt dezorientacji skrzydeł wewnątrz każdego mikrobloku, zaś δ to kąt dezorientacji mikrobloków względem siebie.

Aby zinterpretować uzyskane wyniki pomiarowe rozpatrzmy prostą hipotetyczną strukturę ELO złożoną z trzech mikrobloków rozłożonych wzdłuż paska ELO tak jak pokazano na rysunku 4.34. Załóżmy, że każde ze skrzydeł warstwy ELO jest płaskie i wygięte w stronę maski z kątem wygięcia α_i . Założono, że kąt $\gamma = 180^\circ - \alpha_i - \alpha_{i+1}$ pomiędzy skrzydłami w każdym pojedynczym mikrobloku jest taki sam, natomiast występuje pewna dezorientacja pomiędzy sąsiednimi mikroblokami $\delta_{1-3} = \alpha_1 - \alpha_3$ oraz $\delta_{3-5} = \alpha_3 - \alpha_5$. Przy warunkach dyfrakcji jakie zastosowano do pomiaru mapy RC w geometrii $\varphi = 0^\circ$ (rys. 4.32b) teoretyczna mapa RC dla takiej struktury ma kształt przedstawiony na rysunku 4.34b. W szczególności założono, że padająca wiązka rentgenowska jest na tyle długa, aby jednocześnie oświetlać trzy bloki. Tak samo jak dla mapy eksperymentalnej, brany jest pod uwagę tylko sygnał dyfrakcyjny pochodzący od warstwy. Mapa nie zawiera więc sygnału pochodzącego od niedomieszkowanego bufora. W związku z tym, że mikrobloki są lekko zdeorientowane względem siebie, sygnał dyfrakcyjny pochodzący od każdego z nich, rejestrowany jest dla nieco innego kąta padania $\omega - \omega_0$. Ponieważ w zaprezentowanym modelu teoretycznym powierzchnie skrzydeł są płaskie, sygnał dyfrakcyjny każdego mikrobloku rejestrowany jest jako pozioma linia. Położenie katowe każdej z nich różni się nieznacznie od siebie. Dla skrzydła lewego sygnał dyfrakcyjny występuje w położeniach katowych $\alpha_1, \alpha_3, \alpha_5$, natomiast

dla prawego skrzydła $\alpha_2, \alpha_4, \alpha_6$. Spowodowane jest to różnicą w wartościach kąta wygięcia skrzydeł ELO w poszczególnych mikroblokach. Odległość kątowa pomiędzy prążkami sygnału daje wartość wzajemnej dezorientacji mikrobloków względem siebie ($\delta_{1-3}, \delta_{3-5}$), natomiast kąt pomiędzy skrzydłami w obrębie tego samego mikrobloku (γ) jest stały.

Zauważmy, że kształt doświadczalnej mapy RC z rys. 4.32b jest podobny do kształtu mapy teoretycznej z rys. 4.34b. Obwiednia sygnału wskazuje na wygięcie skrzydeł ELO ku masce. Wówczas poziome prążki odpowiadałyby dyfrakcji na pojedynczym mikrobloku lub grupie mikrobloków o takiej samej orientacji. Jeśli tak, to realna struktura badanej warstwy ELO byłaby podobna do zaprezentowanej na rysunku 4.34a: domieszkowana krzemem warstwa GaSb złożona jest z układu mikrobloków regularnie rozłożonych wzdłuż paska ELO i zdezorientowanych względem siebie. Taki układ daje na mapie RC sygnał w postaci prążków oddalonych od siebie o wzajemny kąt dezorientacji pomiędzy mikroblokami $\delta_{i-j} = 30'' - 80''$. Prążki na mapie RC można pogrupować w pary w taki sposób, że odstępów pomiędzy nimi są takie same ($\sim 480'' - 500''$). Świadczy to o tym, że kąt wygięcia skrzydeł ELO w każdym z mikrobloków jest taki sam. Ponieważ długość wiązki promieniowania X wynosiła $\sim 500 \mu\text{m}$, a mapa pokazuje dyfrakcję na co najmniej 4 mikroblokach, ich rozmiar należy szacować na ok. $100 \mu\text{m}$. Szerokość badanego paska ELO określona z mapy RC jest zgodna z wynikiem jaki otrzymano z mikroskopii optycznej ($\sim 127 \mu\text{m}$).

Precyzyjniejsze informacje o rozmiarach mikrobloków można otrzymać analizując mapę RC tej samej próbki otrzymaną w geometrii $\varphi = 90^\circ$ (rys. 4.33b). Na mapie RC zarejestrowano wiązkę ugiętą na płaszczyznach sieciowych układu trzech mikrobloków. Zgodnie z oczekiwaniami ich typowy rozmiar to $100 - 150 \mu\text{m}$. Widać również, że sygnał dyfrakcyjny pojedynczego mikrobloku jest podobny do tego, jaki rejestruje się dla pasków ELO wygiętych w dół mierzonych w geometrii $\varphi = 0^\circ$, ale z kątem wygięcia o prawie rząd wielkości mniejszym. Otrzymany obraz dyfrakcyjny wskazuje zatem, iż każdy z mikrobloków w pojedynczym pasku ELO GaSb:Si wygięty jest również wzdłuż paska, lecz kąt wygięcia jest bardzo mały i wynosi ok. $50''$. Właśnie ten efekt jak również wzajemna dezorientacja mikrobloków powoduje poszerzenie do $\sim 86''$ sygnału dyfrakcyjnego od warstwy widocznego na standardowej mapie RSM w geometrii $\varphi = 90^\circ$.

W końcu warto zauważyć, że selektywne trawienie nie ujawniło występowania defektów pomiędzy mikroblokami (rys. 4.32a i rys. 4.33a). Mimo iż każdy z nich wygięty jest w dół (wzdłuż i w poprzek paska) oraz zdezorientowany względem sąsiedniego mikrobloku,

to granice pomiędzy nimi nie zawierają nowych defektów. Świadczy to o tym, że relaksacja naprężeń w tych obszarach jest elastyczna.

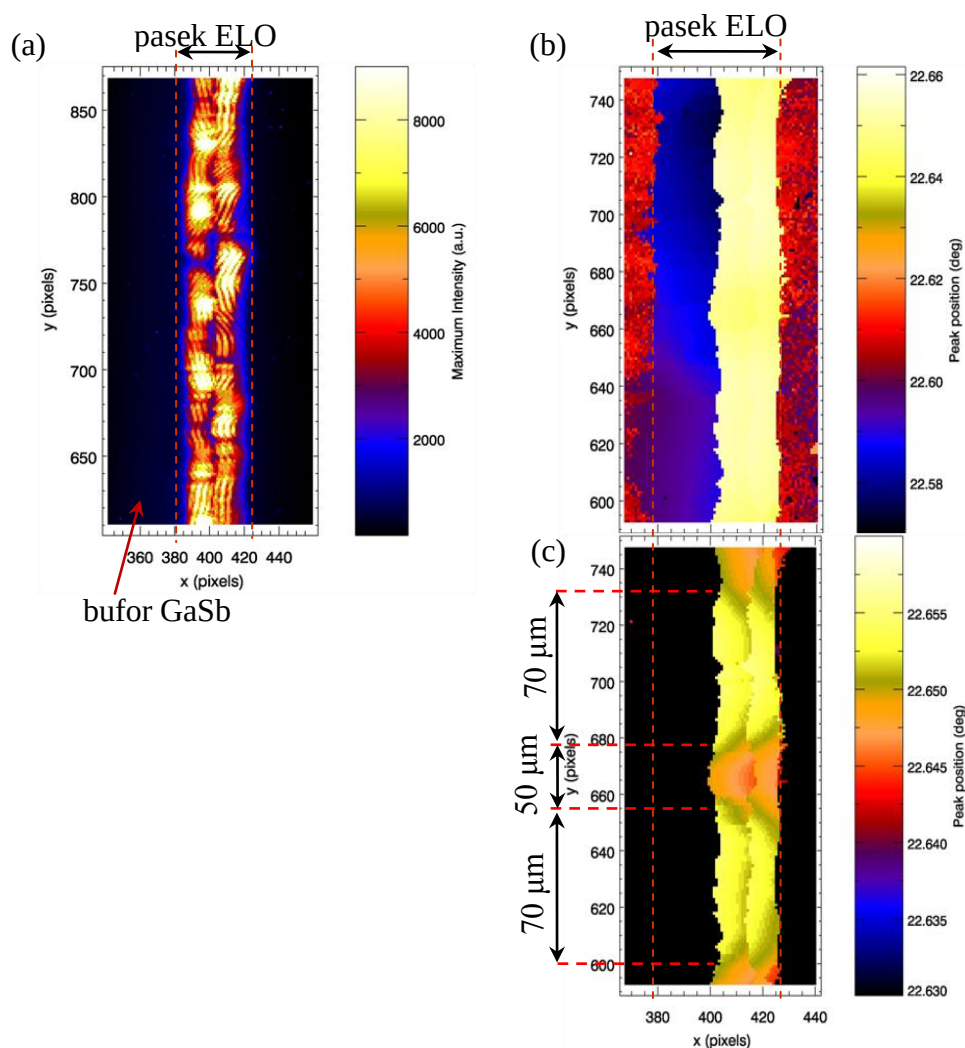
4.5.3. Analiza struktur ELO GaSb/GaAs przy pomocy techniki RCI

W poprzedniej części rozprawy przedstawiono blokową strukturę warstw ELO GaSb na podłożach GaAs z buforem GaSb. Model warstwy stworzono na podstawie mapy RC uzyskanej techniką SRXRD. Dysponując dostępem do synchrotronowego układu RCI postanowiono zweryfikować uzyskane wcześniej informacje poprzez bezpośrednie zobrazowanie mikrostruktury warstwy ELO. Do pomiarów wykorzystano te same próbki, które wcześniej badane były przy użyciu techniki laboratoryjnej.

Rysunek 4.35a przedstawia rozkład maksymalnej intensywności lokalnych krzywych dyfrakcyjnych w pojedynczym pasku ELO GaSb/GaAs. Łatwo odróżnić można sygnał pochodzący od niedomieszkowanego bufora GaSb oraz warstwy ELO GaSb:Si. Jednak tym razem intensywność sygnału od paska ELO jest znacznie większa od intensywności sygnału warstwy buforowej (podłoża) odwrotnie niż obserwowano to w strukturach homoepitaksjalnych (rys. 4.7c). To dowód na polepszenie jakości krystalograficznej otrzymanej warstwy w porównaniu z buforem.

Drugą niezwykle istotną cechą widoczną na tej mapie jest niejednorodny rozkład sygnału dyfrakcyjnego wzdłuż paska, co wskazuje na występowanie tekstury w warstwie ELO. Na rys. 4.35b przedstawiono przestrzenny rozkład kąta dyfrakcji lokalnych krzywych odbić pojedynczego paska ELO GaSb. Bardzo łatwo rozróżnić można sygnał pochodzący od skrzydeł paska, niedomieszkowanego bufora oraz obszaru okna wzrostowego. Rozkład ten został wykonany w dużym zakresie kątowym celem pokazania obu skrzydeł warstwy. Dlatego niejednorodności struktury są słabo widoczne. Aby dokładniej przyjrzeć się strukturze krystalograficznej warstwy ELO zawężono skalę kątową rozkładu sygnału dyfrakcyjnego (rys. 4.35c). Widać wtedy sygnał tylko od jednego skrzydła, ale zabieg taki pozwala zobaczyć mikroblokową strukturę warstwy ELO. W prezentowanej części paska ELO znaleziono układ 3 mikrobloków. Kąt wygięcia skrzydła warstwy ELO wynosi $\sim 150''$. Jest to wartość mniejsza w porównaniu z tą jaką otrzymano stosując laboratoryjną technikę SRXRD ($\sim 240''$). Podobnie, mniejsze od widzianych poprzednio są wymiary zobrazowanych mikrobloków. Nie mamy jednak pewności czy w obu technikach analizowany był dokładnie

ten sam obszar próbki. Względna dezorientacja mikrobloków wynosi $\sim 40''$ i jest to wartość podobna do otrzymanej techniką SRXRD.



Rys.4.35. Przestrzenny rozkład maksimum intensywności (a) oraz kąta dyfrakcji lokalnych krzywych odbić w warstwie ELO GaSb/GaAs w szerokiej (b) i zawężonej skali kątowej (c). Rozmiar 1 piksela wynosi $1,4 \mu\text{m}$.

Podsumowując, technika RCI potwierdziła poprawność analizy warstw ELO GaSb/GaAs jaka została przeprowadzona z wykorzystaniem metody SRXRD. Skrzydła warstwy ELO są wygięte w dół w kierunku maski. Pasek warstwy ELO złożony jest z układu mikrobloków, z których każdy jest zdeorientowany względem drugiego.

V. Podsumowanie

Celem niniejszej rozprawy doktorskiej była kompleksowa analiza, przy wykorzystaniu technik dyfrakcji oraz topografii rentgenowskiej, źródeł naprężeń sieci krystalicznej w strukturach ELO oraz mechanizmów ich relaksacji.

W ramach pracy zrealizowano następujące zadania.

- 1) Opracowano metodykę precyzyjnego mapowania przestrzennego deformacji sieci krystalicznej struktur ELO przy wykorzystaniu techniki SRXRD. Metoda ta pozwala badać z dużą rozdzielczością przestrzenną lokalne parametry strukturalne analizowanego kryształu. Jest to niezwykle ważne przy analizie warstw ELO, których specyficzna budowa prowadzi do powstania silnie zlokalizowanych pól naprężeń. W ramach rozwoju techniki SRXRD opracowano również procedurę precyzyjnego justowania położenia kąтового próbki. Wykorzystuje ona fakt, iż na mapie RC rozciągłość przestrzenna sygnału od warstwy odpowiada fizycznej szerokości paska ELO.
- 2) Zanalizowano naturę deformacji sieciowej warstw ELO GaAs na podłożach GaAs z maską SiO₂. Pokazano, że wygięcie skrzydeł ELO wywołane jest oddziaływaniem z maską. Pomiary SRXRD udowadniają, iż szerokość połówkowa standardowej krzywej odbić rzeczywiście określa maksymalną wartość kąta wygięcia płaszczyzn sieciowych α warstwy ELO. Informacja ta jest ważna, gdyż pomiar krzywych odbić jest dużo szybszy niż rejestracja całej mapy RC. Gdy istnieje potrzeba szybkiego sprawdzenia wielkości kąta wygięcia płaszczyzn sieciowych warstwy ELO należy wykonać najprostszy pomiar dyfrakcyjny w warunkach standardowych. Jednak taka procedura może być zastosowana tylko wówczas, gdy badaniu poddany jest tylko pojedynczy pasek ELO jednorodny wzdłuż kierunku okna wzrostowego. Analiza większego obszaru próbki (zawierającego kilka pasków ELO) lub próbki niejednorodnej strukturalnie wymaga zastosowania lokalnych technik pomiarowych. Dodatkowo, standardowe warunki pomiarowe pozwalają jedynie na określenie

wielkości wygięcia, podczas gdy technika SRXRD pozwala jednoznacznie określić również kierunek wygięcia płaszczyzn sieciowych warstwy ELO.

- 3) Określono rozkład przestrzenny wygięcia lateralnych części warstwy ELO GaAs. Największe wygięcie płaszczyzn sieciowych zarejestrowano w części środkowej pojedynczego paska, nad oknem wzrostowym. W tym obszarze promień krzywizny jest najmniejszy. Zaobserwowano, iż na skrzydłach paska ELO płaszczyzny sieciowe „wypłaszczają się” i tam promień krzywizny jest największy. Zależność ta może wskazywać na mechanizm powstawania wygięcia skrzydeł warstwy ELO. Przewiduje się, że wygięcie warstwy rozpoczyna się tuż po rozpoczęciu wzrostu lateralnego. Wtedy warstwa jest bardzo cienka i elastyczna, co powoduje, iż jest bardziej podatna na wygięcie spowodowane oddziaływaniem z maską. Początkowe wygięcie płaszczyzn sieciowych w dół jest najprawdopodobniej odwzorowywane przy dalszym wzroście warstwy ELO. Zaproponowano, że powodem wygięć lateralnych części warstwy ELO mogą być procesy zachodzące podczas wzrostu na międzypowierzchni warstwa ELO/SiO₂. Zbliżające się powierzchnie warstwy ELO i maski przyciągają się siłami van der Waalsa, które są duże kiedy dystans pomiędzy przyciągającymi się powierzchniami jest niewielki. Siły te utrzymują wygięcie warstwy nawet po zakończeniu wzrostu i usunięciu roztworu.
- 4) Przeprowadzono badania homoepitaksjalnych warstw ELO GaAs przy pomocy synchrotronowej techniki RCI. Pozwoliło to wykazać wysoką jednorodność strukturalną warstw ELO wzdłuż kierunku równoległego do okna wzrostowego. Potwierdzono również poprawność analizy wyników uzyskanych wcześniej przy wykorzystaniu techniki SRXRD. Zarejestrowano dodatkowe, subtelne efekty strukturalne na krawędziach pojedynczego paska ELO. W tym obszarze płaszczyzny sieciowe są dokładnie płaskie, a dopiero dalej od krawędzi zaczynają się wykrzywiać. Wynika to z kształtu krawędzi bocznych i specyficznej struktury sieci na brzegach pasków ELO. Wykorzystanie techniki RCI pozwoliło na pełne zobrazowanie tego efektu.
- 5) Przeprowadzony eksperyment polegający na selektywnym wytrawieniu maski SiO₂ pozwolił dowiedzieć, iż deformacja warstwy ELO spowodowana jest obecnością maski.

Jej wytrawienie skutkuje usunięciem więzów i relaksacją elastycznej deformacji warstwy.

- 6) Zaobserwowano wpływ niejednorodnego rozkładu domieszki na rozkład pola naprężeń w warstwie ELO. Zjawisko niejednorodnego wbudowywania domieszki do warstwy ELO jest zjawiskiem obserwowanym powszechnie nie tylko w strukturze GaAs:Si/GaAs. Efekt ten wywołany jest poprzez podstawowe różnice pomiędzy modami wzrostu bocznej i górnej ściany warstwy ELO, zatem powinien być obserwowany we wszystkich warstwach ELO, nawet przy braku intencjonalnego domieszkowania. Niedopasowanie sieciowe pomiędzy dwoma obszarami warstwy prowadzi do powstania momentu siły wyginającego skrzydło ELO do góry. Dopóki pomiędzy warstwą ELO a podłożem znajduje się maska, to reszkowe naprężenie związane z niejednorodnym rozkładem domieszki w warstwie jest ukryte przez deformację związaną z oddziaływaniem warstwy z SiO₂. Gdy tylko maska zostanie usunięta spod warstwy ELO jej skrzydła wyginają się lekko do góry i reszkowe wygięcie może zostać zarejestrowane przy wykorzystaniu techniki SRXRD. Badania numeryczne potwierdzają słuszność zaproponowanego modelu. Wyniki uzyskane w ramach niniejszej pracy to pierwszy eksperymentalny dowód, że niewielkie różnice w lokalnej koncentracji domieszek w warstwach ELO mogą prowadzić do makroskopowych wygięć płaszczyzn sieciowych. Badania tego efektu były możliwe tylko dzięki wykorzystaniu tak precyzyjnych metod pomiarowych jak technika SRXRD.
- 7) Udowodniono, że technika SRXRD pozwala na precyzyjne wychwytywanie niejednorodności badanych próbek. Pokazano, że bardziej skomplikowany kształt szerokiej krzywej odbić rejestrowanej w eksperymencie standardowym nie musi wskazywać na pogorszenie jakości krystalograficznej wytworzonych warstw ELO, ale może świadczyć o różnej wartości kąta wygięcia poszczególnych pasków. Standardowe dyfrakcyjne techniki pomiarowe dają informacje uśrednione po dużym obszarze próbki. W konsekwencji prowadzi to do skomplikowanego obrazu zarówno krzywej odbić jak i mapy sieci odwrotnej. To może być źródłem błędnego oszacowania dezorientacji płaszczyzn sieciowych jeśli wartości kąta wygięcia skrzydeł ELO różnych pasków znacząco różnią się od siebie.

- 8) Przeprowadzono analizę naprężeń i sposobów ich relaksacji w całkowicie zarośniętych homoepitaksjalnych warstwach ELO GaAs. W miejscu zrostu sąsiednich pasków ELO, zarówno w obszarze warstwy jak i podłoża, zarejestrowano gwałtowne zmiany orientacji płaszczyzn sieciowych. Analiza naprężeń przeprowadzona z wykorzystaniem rentgenowskiej techniki SRXRD sugeruje, iż w obszarze warstwy w miejscu zrostu skrzydeł sąsiednich pasków ELO może tworzyć się niskokątowa granica ziaren z kompleksem nowo powstałych dyslokacji. Dyfrakcyjny obraz niedomieszkowanego podłoża pozwala przypuszczać, iż relaksacja powstałych tutaj naprężeń jest elastyczna. Uzyskane wyniki doświadczalne są unikatowe. Jednak ich pełna interpretacja wymaga wykorzystania procedur modelowania numerycznego uwzględniających skomplikowaną strukturę i geometrię badanych warstw.
- 9) Przeprowadzono analizę deformacji sieci w strukturach ELO GaSb/GaAs. Pokazano, że sygnał dyfrakcyjny pochodzący od bufora GaSb świadczy o jego silnym zdefektowaniu. Natomiast polepszenie sygnału dyfrakcyjnego warstwy ELO świadczy o poprawie jej jakości krystalograficznej, przynajmniej wzdłuż kierunku okien wzrostowych. Udowodniono, iż otrzymany obraz dyfrakcyjny wskazuje, iż badana warstwa ELO GaSb złożona jest z układu mikrobloków. Każdy z mikrobloków w pojedynczym pasku ELO GaSb:Si wygięty jest zarówno w poprzek jak i wzdłuż paska, lecz kąt wygięcia wzdłuż paska jest bardzo mały. Zaobserwowano również, iż każdy z mikrobloków jest zdeorientowany względem sąsiedniego. Selektywne trawienie nie ujawniło defektów pomiędzy mikroblokami. Świadczy to o tym, że relaksacja naprężeń w tych obszarach jest całkowicie elastyczna.
- 10) Topograficzne pomiary synchrotronowe heteroepitaksjalnych warstw ELO GaSb/GaAs potwierdziły zaproponowany wcześniej model deformacji płaszczyzn sieciowych w takich strukturach. Pokazano, iż skrzydła warstwy ELO GaSb są wygięte w dół w kierunku maski, a każdy pasek warstwy ELO złożony jest z układu mikrobloków, z których każdy jest zdeorientowany względem drugiego.

Podsumowując, zaprezentowane wyniki analizy rozkładu naprężeń w homo- i heteroepitaksjalnych strukturach ELO pokazują przewagę techniki SRXRD nad standardowymi metodami rentgenowskimi, gdy stosowane są one do analizy własności

strukturalnych mikrostruktur krystalicznych. Jako precyzyjna i nieniszcząca metoda SRXRD może być wykorzystywana do ciągłej analizy jakości otrzymywanych struktur ELO.

Autorka rozprawy wyraża przekonanie, że kompleksowa analiza rozkładu naprężeń w homo- i heteroepitaksjalnych warstwach ELO przeprowadzona w ramach niniejszej rozprawy doktorskiej zaowocuje dalszym rozwojem techniki ELO i szerszym wykorzystaniem takich struktur w przyrządach opto- i mikroelektronicznych.

Wyniki prezentowane w niniejszej rozprawie zostały opublikowane w 8 pracach w periodykach o zasięgu międzynarodowym. Zaprezentowano je również na 6 konferencjach międzynarodowych oraz przedstawiono w formie 2 referatów:

- 1) J.Z. Domagala, **A. Czyzak**, Z.R. Zytkeiwicz
Imaging of strain in laterally overgrown GaAs layers by spatially resolved x-ray diffraction
Appl. Phys. Lett. **90** (2007) 241904.
- 2) **A. Czyzak**, J.Z. Domagala, G. Maciejewski, Z.R. Zytkeiwicz
X-ray diffraction micro-imaging of strain in lateralny overgrown GaAs layers. Part I: analysis of single GaAs stripe
Appl. Phys. A **91** (2008) 601-607.
- 3) **A. Czyzak**, J.Z. Domagala, Z.R. Zytkeiwicz
X-ray diffraction micro-imaging of strain in lateralny overgrown GaAs layers. Part II: analysis of multi-stripe and fully overgrown layers
Appl. Phys. A **91** (2008) 609-614.
- 4) J.Z. Domagala, **A. Czyzak**, Z.R. Zytkeiwicz
Spatially resolved x-ray diffraction technique for crystallographic quality inspection of semiconductor microstructures
Acta Phys. Pol. A **114** (2008) 963-969.

- 5) **A. Wierzbicka**, J.Z. Domagala, Z.R. Zytkeiwicz
Spatially resolved x-ray diffraction study of GaSb layers grown laterally on SiO₂-masked GaAs substrates
 J. Appl. Phys. **106** (2009) 043521.
- 6) **A. Wierzbicka**, J. Z. Domagala, M. Sarzynski, Z. R. Zytkeiwicz
Spatially resolved X-ray diffraction as a tool for strain analysis in laterally modulated epitaxial structures
 Cryst. Res. Technol., **44** (2009) 1089.
- 7) **A. Wierzbicka**, D. Lübbert, J.Z. Domagala, Z. R. Zytkeiwicz
Rocking curve imaging studies of laterally overgrown GaAs and GaSb epitaxial layers
 Acta Phys. Pol. A, **116** (2009) 976-978.
- 8) D. Lübbert, J.Z. Domagala, **A. Wierzbicka**, Z.R. Zytkeiwicz
Investigation of strain distribution in epitaxial lateral overgrown GaAs and GaSb layers using the X-ray rocking curve imaging technique
 European Synchrotron Radiation Facility report in ESRF Publications and Scientific Documentation, project MA-623, 06.02.2009 – 10.02.2009, ID19, Grenoble,
http://ftp.esrf.eu/pub/UserReports/40286_A.pdf

Prezentacje konferencyjne:

- 1) J.Z. Domagala, **A. Czyzak** and Z.R. Zytkeiwicz
Distribution of strain in laterally overgrown GaAs determined by x-ray diffraction
 5th Int. Conference on Solid State Crystals & 8th Polish Conference on Crystal Growth,
 May 20-24, 2007, Zakopane, Poland.
- 2) D. Dobosz, **A. Czyzak**, J.Z. Domagala, Z.R. Zytkeiwicz, K. Golaszewska,
 M. Czapkiewicz, T.T. Piotrowski
Liquid phase growth and characterization of laterally overgrown GaSb epitaxial layers
 5th Int. Conference on Solid State Crystals & 8th Polish Conference on Crystal Growth,
 May 20-24, 2007, Zakopane, Poland.

- 3) J.Z. Domagala, **A. Czyzak** and Z.R. Zytkeiwicz
Distribution of strain in laterally overgrown GaAs determined by x-ray diffraction
 XXXVI Int. School on the Physics of Semiconducting Compounds, June 9 – 15, 2007,
 Jaszowiec, Poland.
- 4) J.Z. Domagala, **A. Czyzak** and Z.R. Zytkeiwicz
Strain in laterally overgrown GaAs layers studied by spatially resolved x-ray diffraction
 15th Int. Conf. Crystal Growth, August 12-17, 2007, Salt Lake City, Ut, USA (poster).
- 5) **A. Czyzak**, J.Z. Domagala, Z.R. Zytkeiwicz
Spatially resolved x-ray diffraction study of GaSb layers grown laterally on SiO₂-masked GaAs substrates,
 9th Biennial Conference on High Resolution X-Ray Diffraction and Imaging,
 September 15-19, 2008, Linz, Austria.
- 6) **A. Wierzbicka**, J.Z. Domagala, M. Sarzynski, Z.R. Zytkeiwicz
Examination of strain in lateral epitaxial structures by spatially resolved X-ray diffraction,
 The 16-th International Conference on Crystal Growth, August 8-13, 2010, Beijing, China.
- 7) **A. Wierzbicka**, J.Z. Domagala, Z.R. Zytkeiwicz
Distribution of lattice parameters in fully overgrown lateral GaAs layers studied by local X-ray diffraction,
 10th Biennial Conference on High Resolution X-Ray Diffraction and Imaging,
 September 20-23, 2010, Warwick, UK.

Wygłoszone referaty:

- 1) **A. Wierzbicka**
Naprężenia i defekty w półprzewodnikowych lateralnych strukturach epitaksjalnych badane technikami dyfrakcji i topografii rentgenowskiej
 Sympozjum doktoranckie IF PAN, 16-17.05.2009r., Jadwisin, Poland.

2) **A. Wierzbicka**, D. Lübbert, J.Z. Domagała, Z. R. Żytkiewicz

Rocking curve imaging studies of laterally overgrown GaAs and GaSb epitaxial layers

VIII Krajowe Sympozjum Użytkowników Promieniowania Synchrotronowego,
KSUPS 2009, 24-26.09.2009r., Podlesice, Poland.

Aneks A. Procedura wyznaczania parametrów sieciowych $a_{\perp}$ oraz $a_{\parallel}$

W celu obliczenia wartości parametrów sieciowych badanego kryształu z map sieci odwrotnej wyznacza się położenia katowe maksimum sygnału ugiętego na badanej strukturze. W niniejszej pracy do pomiaru stałej sieciowej prostopadłej $a_{\perp}$ użyto refleksu symetrycznego 004, natomiast do pomiaru stałej sieciowej równoległej $a_{\parallel}$ użyto refleksu asymetrycznego 335. Uwzględniając teorię dynamiczną dyfrakcji promieniowania rentgenowskiego oraz geometryczne warunki pomiaru, położenie katowe maksimum sygnału ugiętego na badanej strukturze θ_{mea} jest przesunięte względem kąta wyznaczonego z podstawowego równania Bragga θ_B o następujące czynniki [54]:

- 1) Kąt $\Delta\theta_{\text{ref}}$ – związany z załamaniem fali w ośrodku materialnym;
- 2) Kąt $\Delta\theta_{\text{div}}$ – związany z pionową rozbieżnością padającej wiązki promieniowania X;
- 3) Kąt $\Delta\theta_{\text{abs}}$ – związany z pochłanianiem promieniowania rentgenowskiego przez badany kryształ;
- 4) Kąt $\Delta\theta_{\text{set}}$ – związany z nieprecyzyjnym wyjustowaniem próbki, co powoduje, iż nie znajduje się ona dokładnie w osi goniometru.

Zatem realne położenie pików dyfrakcyjnych można zapisać jako:

$$\theta_{\text{mea}} = \theta_B + \Delta\theta_{\text{ref}} + \Delta\theta_{\text{div}} + \Delta\theta_{\text{abs}} + \Delta\theta_{\text{set}}. \quad (\text{A.1})$$

W celu dokładnego pomiaru stałych sieciowych warstw ELO brano pod uwagę przesunięcia sygnału dyfrakcyjnego związane z załamaniem wiązki pierwotnej w strukturze ($\Delta\theta_{\text{ref}}$) oraz rozbieżnością fali padającej ($\Delta\theta_{\text{div}}$). Pozostałe czynniki można pominąć, ponieważ błędy pomiarowe wynikające z tych czynników są rzędu ($\delta a/a \sim 10^{-7}$) [82].

Człony $\Delta\theta_{\text{ref}}$ oraz $\Delta\theta_{\text{div}}$ wyznaczane są według następujących wzorów [54, 82]:

$$\Delta\theta_{\text{ref}} = \frac{r_e N_e \lambda^2}{2\pi \sin\theta_B} (1 - b), \quad (\text{A.2})$$

gdzie $r_e = 2,82 \cdot 10^{-15} \text{ m}$ – klasyczny promień elektronu, $N_e = \frac{n_e}{V_e}$ – liczba elektronów w komórce elementarnej o objętości V_e , zaś $b = \frac{-\sin(\theta - \varepsilon)}{\sin(\theta + \varepsilon)}$ jest współczynnikiem asymetrii

zależnym od kąta nachylenia płaszczyzn sieciowych względem powierzchni kryształu ε . W przypadku geometrii odbiciowej dla refleksu symetrycznego $b = -1$.

$$\Delta\theta_{div} = -\frac{\zeta^2}{12}tg\theta_B, \quad (A.3)$$

gdzie $\zeta = \frac{h_{szcz}}{l_{szcz}}$ jest rozbieżnością pionową wiązki, $h_{szcz} = 1mm$ jest wysokością szczeliny monochromatora, zaś $l_{szcz} = 220 mm$ jest odległością tej szczeliny od ogniska lampy.

Stałe sieciowe wyznaczano korzystając z prawa Bragga uwzględniając skorygowaną wartość kąta θ_{mea} :

$$a_{\perp,\parallel} = \frac{\lambda}{2\sin\theta_{mea}}\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}, \quad (A.4)$$

gdzie h, k, l są współczynnikami Millera równymi 004 dla $a_{\perp}$ i 335 dla $a_{\parallel}$.

Zrelaksowane wartości stałych sieciowych wyznaczono według wzoru:

$$a_{relax} = \frac{(a_{\perp} + 2(\frac{1-\nu}{1+\nu})a_{\parallel})}{(1 + (\frac{1-\nu}{1+\nu}))}, \quad (A.5)$$

gdzie $\nu = \frac{c_{12}}{(c_{11} + c_{12})}$ jest współczynnikiem Poissona, c_{12}, c_{11} to stałe elastyczne [83].

Wartości błędów wyznaczenia stałych sieciowych wynika z różniczkowej postaci prawa Bragga [54]:

$$\frac{\delta a}{a} = \frac{\delta \lambda}{\lambda} + ctg\theta_{mea}\delta\theta. \quad (A.6)$$

Tak więc na dokładność wyznaczenia stałych sieciowych mają takie czynniki jak dokładność wyznaczenia długości fali promieniowania padającego oraz dokładność pomiaru kąta Bragga.

Przyjęto tutaj $\frac{\delta \lambda}{\lambda} = 1,8 \cdot 10^{-4}$ ze względu na zastosowany monochromator Bartelsa [84].

Zastosowanie analizatora do pomiarów pozwala oszacować dokładność wyznaczenia kąta 2θ na 1'' [85].

Bibliografia

- [1] M. Leszczyński, „Podstawowe problemy dotyczące niedopasowanych sieciowo warstw epitaksjalnych”, Materiały Konferencji „Pierwsze Ogólnopolskie Spotkanie N. T. Wysokorozdzielczej Dyfraktometrii i Topografii Rentgenowskiej”, Szklarska Poręba (1996).
- [2] F. Capasso, Science, **235** (1987) 172-176.
- [3]http://people.seas.harvard.edu/~jones/ap216/images/bandgap_engineering/bandgap_engineering.html
- [4] J. E. Ayers, „Heteroepitaxy of semiconductors. Theory, growth and characterization”, Taylor & Francis Group, London (2007).
- [5] S. D. Lester, F. A. Ponce, M. G. Craford, D. A. Steigerwald, Appl. Phys. Lett. **66** (1995) 1249.
- [6] S. Uchida, M. Takeya, S. Ikeda, T. Mizuno, T. Fujimoto, O. Matsumoto, S. Goto, T. Tojyo, M. Ikeda, Dev. Center, Sony Shiroishi Semicond. Inc., Miyagi, Japan, IEEE J. of Selected Topics in Quantum Electronics **9** (2003) 1252-1259.
- [7] Z. R. Zytkeiwicz, *Epitaxial Lateral Overgrowth of Semiconductors*, in: Springer Handbook of Crystal Growth, ed. G. Duhanaraj, K. Byrappa, V. Prasad, M. Dudley, Springer 2010.
- [8] C.O. Bozler, R.W. McClelland, J.C.C.C.Fan, Proc. 8th Symp. GaAs and Related Compounds, Vienna, 1980 (Institute of Physics, London, 1981) p. 283.
- [9] R.W. McClelland, C.O. Bozler, J.C.C.C.Fan, Appl. Phys. Lett. **37** (1980) 560.
- [10] L. Jastrzebski, J. F. Carboy, R. Soydan, J. Electrochem. Soc. **136** (1989) 3506.
- [11] A. Gupta, C. Jacob, Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials **51** (2005) 43-69.
- [12] Z. I. Kazi, P. Thilakan, T. Egawa, M. Umeno, T. Jimbo, Jpn. J. Appl. Phys. **40** (2001) 4903 – 4906.
- [13] T. Nishinaga, Cryst. Prop. Prep. **31** (1991) 92.
- [14] Z. R. Zytkeiwicz, Cryst. Res. Technol. **34** (1999) 573.
- [15] K. Hiramatsu, J. Phys.: Condens. Matter **13** (2001) 6961-6975.
- [16] S. Nakamura, M. Senoh, S. Nagahama, N. Iwasa, T. Yamada, T. Matsushita, H. Kiyoku, Y. Sugimoto, T. Kozaki, H. Umemoto, M. Sano, K. Chocho, Jpn. J. Appl. Phys. **36** (1997) L1568-L1571.

-
- [17] C. Mack „*Fundamental Principles of Optical Lithography: The Science of Microfabrication*”, West Sussex, Willey (2007).
 - [18] <http://www.lithoguru.com/scientist/lithobasics.html>
 - [19] A. Lankinen, T. Tuomi, M. Karilahti, Z. R. Zytkeiwicz and J. Z. Domagala, P. J. McNally, Y-T. Sun, F. Olsson, and S. Lourdudoss, *Cryst. Growth Design* **6** (2006) 1096.
 - [20] S. Sakawa, T. Nishinaga, *Jpn. J. Appl. Phys.* **31** (1992) L359-L361.
 - [21] M. Sugo, M. Yamaguchi, *Appl. Phys. Lett.* **54** (1989) 1754.
 - [22] Y. T. Sun, K. Baskar, S. Lourdudoss, *J. Appl. Phys.* **94** (2003) 2746.
 - [23] X. Ni, U. Ozgur, and H. Morkoc, Z. Liliental-Weber, H. O. Everitt, *J. Appl. Phys.* **102** (2007) 053506.
 - [24] B-Y. Tsaur, R.W. McClelland, J.C.C. Fan, R.P. Gale, J.P. Salerno, B.A. Vojak, C.O. Bozler, *Appl. Phys. Lett.* **41** (1982) 347.
 - [25] P.O. Hanson, A. Gustafsson, M. Albrecht, R. Bergmann, H.P. Strunk, E. Bauser, *J. Cryst. Growth* **121** (1992) 790.
 - [26] T.S. Zheleva, O-H. Nam, M.D. Bremser, R.F. Davis, *Appl. Phys. Lett.* **71** (1997) 2472.
 - [27] R. Bergmann, E. Czech, I. Silier, N . Nagel, E. Bauser, H.J. Queisser, R.P. Zingg, B. Httflinger, *Appl. Phys. A* **54** (1992) 103-105.
 - [28] H. Asai, S. Adachi, S. Ando, K. Oe, *J. Appl. Phys.* **55** (1984) 3868.
 - [29] J. Poortmans, V. Arkhipov, „*Thin Film Sollar Cells. Fabrication, Characterization and Applications*”, p. 17, England (2006).
 - [30] J. C-H. Chang, “*Fabrication and characterization of SOI-MOSFETs with a novel buried body contact*”, <http://docs.lib.purdue.edu/dissertations/AAI3055493/>
 - [31] H. Matsushima, M. Yamaguchi, K. Hiramatsu, N. Sawaki, *J. Cryst. Growth* **189-190** (1998) 78-82.
 - [32] Z.R. Zytkeiwicz, *Thin Solid Films* **412** (2002) 64.
 - [33] Z. R. Zytkeiwicz, D. Dobosz, M. Pawlowska, *Semicond. Sci. Technol.* **14** (1999) 465.
 - [34] S. Sakawa, T. Nishinaga, *Jpn. J. Appl. Phys.* **31** (1992) L359.
 - [35] Z. R. Zytkeiwicz, D. Dobosz, *Heterostructure Epitaxy and Devices - HEAD'97*, Eds. P. Kordos, J. Novak, Kluwer, Dordrecht, 1998.
 - [36] P. F. Fewster and A. F. Willoughby, *J. Cryst. Growth* **50** (1980) 648.
 - [37] J.O. McCaldin and R. Harada, *J. Appl. Phys.* **31** (1960) 2065.
 - [38] B. H. Ahn, R. R. Shurtz, C. W. Trussel, *J. Appl. Phys.* **42** (1971) 4512.

-
- [39] M. Leszczynski, J. Bak-Misiuk, J. Domagala, J. Muszalski, M. Kaniewska, J. Marczewski, Appl. Phys. Lett. **67** (1995) 539-541.
- [40] J. Bak-Misiuk, M. Leszczynski, W. Paszkowicz, J. Dmagala, Appl. Phys. Lett. **69** (1996) 3366 – 3368.
- [41] M. Schuster, H. Goebel, J. Phys. D. Appl. Phys. **28** (1995) A270.
- [42] „PANalitycal X’Pert PRO MRD. User Manual” Instrukcja obsługi oraz parametry techniczne dyfraktometru.
- [43] X. Shunsheng, C. Jingyi, L. Runshen, J. Appl. Cryst. **21** (1988) 218-223.
- [44] Z. Bojarski, E. Łągiewka „Rentgenowska analiza strukturalna”, PWN, Warszawa 1988, str. 80.
- [45] D. K. Bowen, B. K. Tanner „High resolution X-ray diffractometry and Topography”, Taylor&Francis, London 1998, str. 78, 86.
- [46] C. G. Darwin, Philos. Mag. **27** (1914) 315, 675.
- [47] A. Authier, „Dynamical Theory of X-Ray Diffraction”, Oxford University Press, New York 2001.
- [48] S. Takagi, Acta Crystallogr. **15** (1962) 1311; J. Phys. Soc. Japan **26** (1969) 1239.
- [49] D. Taupin, Bull. Soc. franc. Mineral. Cristall. **87** (1964) 469.
- [50] J. Gronkowski, „Elementy teorii dynamicznej dyfrakcji promieni X”, materiały dla studentów, r. akad. 1995/96.
- [51] A. Authier, D. Simon, Acta Crystallogr. **A24** (1968) 517.
- [52] V. Holy, U. Pietsch, T. Baumbach, “High-Resolution X-Ray Scattering from Thin Films and Multilayers”, Springer, Berlin 1999.
- [53] M. A. G. Halliwell, M. H. Lyons and M. J. Hill, J. Cryst. Growth **68** (1984) 523.
- [54] K. Wokulska, „Precyzyjny pomiar parametrów sieciowych i jego zastosowanie do badania struktury kryształów roztworów stałych”, Wydawnictwo Uniwersytetu Śląskiego, Katowice 1997.
- [55] D. Luebbert, P. Mikulik, P. Pernot, L. Helfen, M. D. Craven, S. Keller, S. DenBaars, T. Baumbach, Phys. Stat. Sol. (a) **203** (2006) 1733–1738.
- [56] J.-C. Labiche, J. Segura-Puchades, D. van Brussel, J. Moy, ESRF Newsletter **25** (1996) 41.
- [57] D. Luebbert, T. Baumbach, J. Appl. Cryst. **40** (2007) 595.
- [58] H. Kim, C. Sone, O.-H. Nam, Y.-J. Park, and T. Kim, Appl. Phys. Lett. **75** (1999) 4109.

-
- [59] S. Tomiya, K. Funato, T. Asatsuma, T. Hino, S. Kijima, T. Asano, M. Ikeda, Appl. Phys. Lett. **77** (2000) 636.
- [60] A. Sakai, H. Sunakawa, and A. Usui, Appl. Phys. Lett. **73** (1998) 481-483.
- [61] S. Zhang, T. Nishinaga, Japan. J. Appl. Phys. **29** (1990) 545.
- [62] H. Raidt, R. Kohler, F. Benhart, B. Janichen, A. Gutjahr, M. Konuma, I. Silier, E. Bauser, J. Appl. Phys. **80** (1996) 4101-4107.
- [63] B. Beaumont, Ph. Vennegues, P. Gibart, Phys. Status Solidi B **227** (2001) 1.
- [64] P. Fini, H. Marchand, J.P. Ibbetson, S.P. DenBaars, U. K. Mishra, J. S. Speck, J. Cryst. Growth **209** (2000) 581.
- [65] D. Luebbert, T. Baumbach, P. Mikulik, P. Pernot, L. Helfen, R. Köhler, T. M. Katona, S. Keller, S.P. DenBaars, J. Phys. D: Appl. Phys. **38** (2005) A50–A54.
- [66] R. Rantamaki, T. Tuomi, Z. R. Zytkeiwicz, J. Domagala, P. J. McNally, A. N. Danilewsky, J. Appl. Phys. **86** (1999) 4298-4303.
- [67] Z. R. Zytkeiwicz, J. Z. Domagala, D. Dobosz, L. Dobaczewski, A. Rocher, C. Clement, J. Crestou, J. Appl. Phys. **101** (2007) 013508.
- [68] Z. Z. Chen, Z. X. Qin, X. D. Hu, T. J. Yu, Z. H. Li, Z. J. Yang, M. Lu, G. Y. Zhang, R. Zhang, J. M. Zhu, B. Shen, Y. D. Zheng, L. F. Kuech, Physica B: Condensed Matter **327** (2003) 34-38.
- [69] G. Feng, X.H. Zheng, Y. Fu, J.J. Zu, X.M. Shen, B.S. Zhang, D.G. Zhao, Y.T. Wang, H. Yang, J.W. Liang, J. Cryst. Growth **240** (2002) 368-372.
- [70] A. Czyzak, J. Z. Domagala, G. Maciejewski, Z.R. Zytkeiwicz, Appl. Phys. A **91** (2008) 601–607.
- [71] J. Bąk-Misiuk, E. Dynowska, P. Romanowski, A. Shalimov, A. Misiuk, J. Trela, W. Szuszkiewicz, Synchrotron Radiation in Natural Science **5** (2006) No 3.
- [72] V. M. Kaganer, O. Brandt, H. Riechert, K. K. Sabelfeld, Phys. Rev. B **80** (2009) 033306.
- [73] F. Banhart, N. Nagel, F. Phillipp, E. Czech, I. Silier, and E. Bauser, Appl. Phys. A **57** (1993) 441.
- [74] Y. Chen, R. Schneider, S.Y. Wang, R.S. Kern, C.H. Chen, and C.P. Kuo, Appl. Phys. Lett. **75** (1999) 2062.
- [75] Y. -C. Shih, J. -C. Lou, W. O. Oldham, Appl. Phys. Lett. **65** (1994) 1638-1640.
- [76] A. Usui, H. Sunakawa, A. Sakai, and A. A. Yamaguchi, Jpn. J. Appl. Phys. Part 2 **36** (1997) L899.

-
- [77] R. G. Dengel, C. Gould, J. Wenisch, K. Brunner, G. Schmidt, L. W. Molenkamp, *New J. Phys.* **10** (2008) 073001.
- [78] M. Benyoucef, M. Kuball, G. Hill, M. Wisnom, B. Beaumont, P. Gibart, *Appl. Phys. Lett.* **79** (2001) 4127.
- [79] T. S. Zheleva, W. M. Ashmawi, O. Nam, and R. F. Davis, *Appl. Phys. Lett.* **74** (1999) 2492.
- [80] C.A. Wang, D.A. Shiau, P.G. Murphy, P.W. O'Brien, R.K. Huang, M.K. Connors, A.C.A. Anderson, D. Donetsky, S. Anikeev, G. Belenky, D.M. Depoy, G. Nichols, *J. Electr. Mat.* **33** (2004) 213.
- [81] C.A. Wang, D.A. Shiau, P.G. Murphy, P.W. O'Brien, R.K. Huang, M.K. Connors, A. C. Anderson, D. Donetsky, S. Anikeev, G. Belenky, D.M. Depoy, G. Nichols, *Wafer Bonding and Epitaxial Transfer of GaSb based Epitaxy to GaAs for Monolithic Interconnection of Thermophotovoltaic Devices*, Electronic Materials Conference, Salt Lake City, Utah **25-27** June 2003.
- [82] J. Z. Domagała, „*Mikrostruktura warstw GaN na szafirze badana metodą wysokorozdzielczej dyfrakcji rentgenowskiej*”, Instytut Fizyki PAN, Warszawa 2002.
- [83] <http://www.ioffe.ru/SVA/NSM/Semicond/GaAs/mechanic.html>.
- [84] M. O. Moller, „*Apparatus function of five crystal x-ray diffractometer with a four reflection monochromator*”, *J. Appl. Cryst.* **27** (1994) 369.
- [85] P. F. Fewster, *J. Mat. Science: Mat. Electr.* **10** (1999) 175.