

Рентгеновское измерение тензора микродисторсии и анализ на его основе дислокационной структуры толстых слоев GaN, полученных методом хлоргидридной газофазной эпитаксии

© В.В. Ратников, Р.Н. Кютт, Т.В. Шубина

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук,
194021 Санкт-Петербург, Россия

(Поступила в Редакцию 27 апреля 2000 г.)

Методами двух- и трехкристальной (ТКД) рентгеновской дифрактометрии изучена дислокационная структура толстых GaN слоев, выращенных хлоргидридной газофазной эпитаксией (ХГЭ) как на сапфире, так и на тонком GaN слое, выращенном методом металлоорганического синтеза (МОС). Из измерений дифрагированной интенсивности в геометриях Брэгга и Лауэ получены пять компонент тензора микродисторсии $\langle \varepsilon_{ij} \rangle$, размеры областей когерентного рассеяния вдоль поверхности образцов и по нормали к ней. На их основе проведен анализ типа и геометрии расположения дислокаций и проведен расчет плотности основных типов дислокаций. При росте на тонком слое GaN уменьшается плотность как вертикальных винтовых, так и краевых дислокаций (в 1.5–3 раза). Дифракционные характеристики толстого слоя на МОС-GaN подложке позволяют считать его монокристаллическим с включениями микроструктурных областей.

Работа проводилась при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проекты № 99-02-17103 и 00-02-16760), а также Программы Министерства науки Российской Федерации "Физика наноструктур" (97-2014а).

Одной из серьезных проблем при эпитаксиальном росте GaN является большая разница в постоянных решетки и температурных коэффициентах расширения слоев и обычно используемых для их роста подложках сапфира. В результате происходят изгиб образцов и генерация различных дефектов, приводящие к ухудшению оптоэлектронных характеристик слоев. Эта проблема может быть решена, в частности, при использовании гомоэпитаксиального роста GaN, однако до сих пор кристаллы и слои GaN редко используются в качестве подложек. Другим подающим надежды подходом является получение толстых GaN слоев, выращенных методом ХГЭ [1–4], которые могут использоваться для последующего роста гетероструктур. Недавно было показано, что применение МОС GaN тонких слоев (на сапфире) в качестве подложек для последующего роста ХГЭ GaN может заметно улучшить качество их структуры [5].

Для изучения дефектов в слоях GaN используются различные методы, включая фото- и катодоллюминесценцию, просвечивающую электронную микроскопию (ПЭМ), атомную силовую микроскопию, методы Рамана и рентгеновской дифрактометрии [1–6]. Согласно полученным данным, слои характеризуются высокой плотностью дефектов вблизи границы раздела слоя и подложки, уменьшающейся в направлении поверхности. Найдено также изменение размера микроблоков в слоях при удалении от интерфейса. Наряду с вертикальными винтовыми и краевыми, в слоях присутствуют и дислокации смешанного типа, хотя первых значительно больше [4].

Среди перечисленных выше метод рентгеновской дифрактометрии — единственный неразрушающий метод, позволяющий получать информацию сразу о большом объеме слоя. Как правило, для этой цели используются измерения симметричной дифракции в геометрии

Брэгга. В рамках мозаичной модели дисперсия оси с микроструктурных областей когерентного рассеяния (ОКР) приводит из-за мозаичного разброса (MP, tilt) к уширению кривых качания в направлении нормали к дифракционному вектору, которое одинаково для любого используемого рефлекса, в то время как так называемый размерный эффект из-за ограничения размеров ОКР зависит от угла дифракции. Это поведение симметричных дифракционных кривых широко используется для анализа дефектной структуры нитридов. В [7] авторы указывают на ограниченные возможности такого анализа и предлагают использовать также измерения асимметричных брэгговских отражений. Однако предлагаемое использование измерений асимметричных отражений в геометрии Брэгга, на наш взгляд, малоэффективно из-за того, что уширения асимметричных отражений содержат (в общем виде) сложную комбинацию вкладов микроразворотов и микродеформаций, параллельных и нормальных к поверхности плоскостей, а также уширений из-за ограничения ОКР вдоль и по нормали к образцу. Необходимость дополнительного моделирования соотношения компонент в измеряемых полуширинах в этом случае затрудняет проведение анализа дефектной структуры. Кроме того, обычно используемая мозаичная модель не рассматривает структурные дефекты и связанную с ними деформацию решетки в самих ОКР.

В этой статье используется комплексный подход, основанный на рентгеновском измерении тензора микродисторсии для слоев GaN, полученных методом ХГЭ, позволяющий избежать перечисленных выше недостатков. Микродисторсии из-за полей смещений вокруг структурных дефектов изменяют форму узла обратной решетки (ОР), вызывая его уширение и тем самым уширение соответствующей дифракционной кривой [8,9]. Мы включили

индуцируемые дефектами микродисторсии кристаллических плоскостей в микрзернах в наше рассмотрение и показываем, как, используя лишь две моды сканирования (θ - и $(\theta-2\theta)$) и две геометрии (Брэгг и Лауэ) симметричной дифракции, получить из дифракционных кривых тензор микродисторсии и размер ОКР вдоль и по нормали к поверхности образца. В статье проводится простой анализ связи между измеряемым тензором микродисторсии, типом и геометрией расположения дислокаций в GaN. Демонстрируются возможности предлагаемого анализа на примере сравнения структурного качества толстых ХГЭ слоев GaN, выращенных на сапфире и на МОС тонких подложках GaN.

1. Рентгеновская дифракция и микродисторсии кристаллической решетки в нитридах

Различное влияние МР и размерного эффекта при мозаичной структуре кристаллов на уширение брэгговских кривых качания анализируется обычно по методике, предложенной в [10]. Предполагая линейную суперпозицию вкладов, строят зависимости

$$\omega_{\theta}(\sin \theta / \lambda) = f(\sin \theta / \lambda) \quad (1)$$

и

$$\omega_{\theta-2\theta}(\cos \theta / \lambda) = f(\sin \theta / \lambda), \quad (2)$$

где ω_{θ} и $\omega_{\theta-2\theta}$ — угловая ширина на половине максимума интенсивности отражения (УШПМ) при θ - и $(\theta-2\theta)$ -сканировании, θ и λ — угол Брэгга и длина волны рентгеновского излучения соответственно. Из наклона (1) определяется вклад микроразориентаций ω_{tilt} в уширения. Наклон зависимости (2) дает значения микродеформации ε_c вдоль оси c . Из отрезков, отсекаемых зависимостями (1) и (2) на оси y , оцениваются размеры ОКР вдоль τ_x и по нормали к поверхности τ_z .

Недавно нами предложен [9] новый подход к характеристике структурного совершенства сильно рассогласованных эпитаксиальных слоев, основанный на рентгеновском измерении компонент тензора микродисторсии $\langle \varepsilon_{ij} \rangle$, представляющих собой среднеквадратичные отклонения компонент средней дисторсии. Из-за изотропности плоскости (0001) в гексагональном GaN тензор микродисторсии состоит лишь из пяти независимых компонент. Однако уширение симметричных θ - и $(\theta-2\theta)$ -отражений, каждое из которых связано лишь с одной из компонент $\langle \varepsilon_{ij} \rangle$, определяется также и размерами ОКР вдоль τ_x и по нормали к поверхности τ_z .

Чтобы разделить вклады от компонент тензора $\langle \varepsilon_{ij} \rangle$ и ОКР, мы предлагаем наряду с брэгговской отражательной геометрией использовать измерения дифрагированной интенсивности в симметричной геометрии Лауэ (прохождение). Тогда брэгговская трехкристалльная θ -кривая содержит информацию о ε_{zx} и τ_z , $(\theta-2\theta)$ -кривая — о ε_{zz} и τ_x . В Лауэ-геометрии из θ -кривой

получают ε_{xz} и τ_z , из $(\theta-2\theta)$ -кривой — ε_{xx} и τ_x . Таким образом, применение двух мод сканирования в двух симметричных геометриях дифракции позволяет измерить каждую из компонент тензора микродисторсии без дополнительных предположений о их соотношении в измеряемых полуширинах.

Как упоминалось выше, лишь МР и размерный эффект используются обычно при анализе структурного совершенства сильно рассогласованных эпитаксиальных слоев в рамках мозаичной модели. Однако наши измерения Лауэ-дифракции показали различия в уширениях брэгговской (B) и лауэвской (L) θ -кривых отражения (с учетом размерного эффекта), что дает основание считать мозаичную модель не вполне адекватной. Очевидно, необходимо рассматривать при анализе измеренных полуширин также вклад индивидуальных дефектов в самих микроблоках. Это важно делать и в связи с совершенствованием технологии получения все менее дефектных (вплоть до монокристаллических) слоев нитридов. Поэтому для θ -сканирования мы записываем

$$(\omega_{\theta}^{\text{B(L)}})^2 = (\omega_{\tau_x(\tau_z)}^{\text{B(L)}})^2 + (\omega_{\text{tilt}}^{\text{B(L)}})^2 + (\omega_{\varphi}^{\text{B(L)}})^2, \quad (3)$$

где слагаемое $\omega_{\tau_x(\tau_z)}^{\text{B(L)}} \sim \lambda / (\tau_{x(z)} \sin \theta)$ связано с размерным эффектом вдоль дифрагирующих плоскостей. Вклад $\omega_{\text{tilt}}^{\text{B(L)}}$ определяется МР разупорядочением ОКР, не зависит от угла Брэгга θ и одинаков при измерениях Брэгг- и Лауэ-дифракции ($\omega_{\text{tilt}}^{\text{B}} = \omega_{\text{tilt}}^{\text{L}}$). Вклад $\omega_{\varphi}^{\text{B(L)}} \sim \langle \varepsilon_{zx(xz)} \rangle$ пропорционален сдвиговой компоненте тензора микродисторсии и его источником являются микроразориентации дифрагирующих плоскостей вблизи дефектов в ОКР.

Уширение $(\theta-2\theta)$ -кривой определяется лишь двумя компонентами

$$(\omega_{\theta-2\theta}^{\text{B(L)}})^2 = (\omega_{\tau_z(\tau_x)}^{\text{B(L)}})^2 + (\omega_{\varepsilon}^{\text{B(L)}})^2, \quad (4)$$

где $\omega_{\tau_z(\tau_x)}^{\text{B(L)}} \sim \lambda / (\tau_{z(x)} \cos \theta)$ связан с размерным эффектом вдоль нормали к дифрагирующим плоскостям, $\omega_{\varepsilon}^{\text{B(L)}} \sim \langle \varepsilon_{zz(xx)} \rangle \text{tg } \theta$ пропорционален диагональной компоненте тензора и определяется микродеформациями дифрагирующих плоскостей.

Как в брэгговской, так и в лауэвской геометрии вклады в уширения θ - и $(\theta-2\theta)$ -отражений суммируются нами по квадратичному закону, так как кривые отражения имели гауссовскую форму (см. [9]).

Чтобы полностью характеризовать структурное совершенство нитридов, измерений уширения θ - и $(\theta-2\theta)$ -симметричных отражений недостаточно, так как имеются также как вращение ОКР в плоскости слоев, так и микроразвороты (MPB, twt) локальных областей кристаллов вблизи дефектов вокруг нормали к поверхности. Как недавно показано [11], корректная величина MPB-компоненты ω_{twt} может быть получена из зависимости полуширин ω_{OOP} серии симметричных брэгговских отражений типа (101l) от угла ξ , образуемого этими (out of plane, (OOP)) плоскостями с

Real Space	$\langle \varepsilon_{ij} \rangle$	Reciprocal space	
		θ -scan	θ - 2θ -scan
<p><i>a</i> vs</p>	$\langle \varepsilon_{zx} \rangle$		
<p><i>b</i> hs</p>	$\langle \varepsilon_{xz} \rangle$		
<p><i>c</i> ve</p>	$\langle \varepsilon_{xx} \rangle$		
<p><i>d</i> he</p>	$\langle \varepsilon_{xz} \rangle$ $\langle \varepsilon_{xx} \rangle$		
<p><i>e</i> he</p>	$\langle \varepsilon_{zx} \rangle$ $\langle \varepsilon_{zz} \rangle$		
<p><i>f</i> twt</p>	$\langle \varepsilon_{xy} \rangle$ $\langle \varepsilon_{xx} \rangle$		

Рис. 1. Связь компонент тензора микродисторсии $\langle \varepsilon_{ij} \rangle$ с формой узлов обратной решетки для разных типов и геометрии расположения дислокаций (*a-e*) и разворотов кристаллической решетки в плоскости слоя (*f*). vs — вертикальные винтовые, hs — горизонтальные винтовые, ve — вертикальные краевые, he — горизонтальные краевые дислокации, twt — twist, **b** — вектор Бюргерса, **H** — вектор дифракции, **n** — нормаль к поверхности.

базовой (0001) плоскостью, а не из обычно используемого ϕ -сканирования [7,12] или измерений скользящей брэгговской дифракции (СБД) [13]. В измеряемой при ϕ -сканировании полупространстве присутствуют как МР-, так и МРВ-вклады, а методологически верный метод СБД дает информацию лишь об очень тонком (~ 100 nm) приповерхностном слое. Когда ξ возрастает, влияние tilt на ω_{OOP} уменьшается при одновременном возрастании twist-компоненты, поэтому измерение ω_{OOP} как функции ξ и экстраполяция зависимости $\omega_{\text{OOP}} = f(\xi)$ на $\xi = 90^\circ$ дает величину ω_{tw} . Измеряемая методом ООР величина ω_{tw} связана с компонентами тензора микродисторсии

$$(\omega_{\text{tw}})^2 = \langle \varepsilon_{xx} \rangle^2 + \langle \varepsilon_{xy} \rangle^2. \quad (5)$$

2. Тензор микродисторсии и дислокации в GaN

Кроме дисперсии оси c микроблоков и связанным с нею присутствием в слоях малоугловых границ, состоящих из горизонтальных краевых дислокаций, основными дефектами в слоях являются вертикальные винтовые и краевые дислокации (см., например, [5–7,9]). При анализе дислокационной структуры слоев мы использовали связь компонент $\langle \varepsilon_{ij} \rangle$ с геометрией и типом дислокаций в GaN. Например, вертикальная винтовая дислокация с вектором Бюргерса, параллельным нормали к поверхности, вносит вклад лишь в $\langle \varepsilon_{zx} \rangle$ компоненту, в то время как вертикальная краевая дислокация с вектором Бюргерса, параллельным поверхности, вносит вклады как в $\langle \varepsilon_{xx} \rangle$ (L), так и в $\langle \varepsilon_{xy} \rangle$ (B). Аналогичный вид зависимости для основных типов дислокаций в геометрии их залегания в GaN иллюстрирует рис. 1. Геометрия съемки (B или L) определяет взаимную ориентацию нормали к поверхности \mathbf{n} и вектора дифракции \mathbf{H} . Плотность вертикальных винтовых дислокаций ρ_{vs} оценивается из $\langle \varepsilon_{zx} \rangle$ с использованием модифицированного нами выражения в [14]

$$\rho_{vs} = \langle \varepsilon_{zx} \rangle^2 / 0.92 \cdot b_{vs}^2, \quad (6)$$

где b_{vs} — вектор Бюргерса винтовой дислокации (0.5186 nm в GaN). Плотность хаотически распределенных вертикальных краевых дислокаций ρ_{ve} можно найти, также используя выражение (6), но заменив $\langle \varepsilon_{zx} \rangle$ на $\langle \varepsilon_{xy} \rangle$ и b_{vs} на $b_{ve} = 0.3185$ nm.

Когда вертикальные краевые дислокации образуют малоугловые границы, их плотность дается [14]

$$\rho_{ve}^{\text{lab}} = \langle \varepsilon_{xy} \rangle^2 / (2 \cdot 1 b_{ve} \tau_x), \quad (7)$$

где τ_x — расстояние между этими границами вдоль поверхности.

3. Эксперимент

Толстые слои GaN (25 μm), изучавшиеся в этой работе, были выращены при 1090°C методом ХГЭ, описанным ранее [3]. Образцы выращивались на (0001) сапфире без буфера (A206) и на тонком слое GaN(U296). Тонкий (2.5 μm) МОС-GaN слой (ATX5), использовавшийся

в качестве подложки, также выращивался на (0001) сапфире. Его структурные параметры также были изучены с целью оценки исходных условий для роста толстого слоя.

Рентгendifракционные измерения слоев проводились как на двухкристальном, так и трехкристальном дифрактометре в геометриях Брэгга ($\text{Cu } K_{\alpha 1}$) Лауэ ($\text{Mo } K_{\alpha 1}$). На трехкристальном дифрактометре измерялись кривые θ - и $(\theta - 2\theta)$ -сканирования следующих отражений слоев GaN (рис. 2): симметричные 0002 и 0004 рефлексы в геометрии Брэгга, симметричные $10\bar{1}0$ и $20\bar{2}0$ рефлексы в геометрии Лауэ (слой на выходе рентгеновского луча).

Двукристалльные кривые с широко открытым окном детектора измерялись для: асимметричных рефлексов в геометрии Брэгга при скользящем угле падения ($11\bar{2}4$) и отражения ($11\bar{2}4$) рентгеновского луча (нормаль к поверхности образца — в плоскости рассеяния), симметричных рефлексов типа $10\bar{1}l$ в геометрии Брэгга от плоскостей, образующих с поверхностью (0001) углы от 17 до 75 град соответственно (нормаль к поверхности образца — вне плоскости рассеяния).

В качестве монохроматора и анализатора использовались совершенные кристаллы Ge(220), дававшие разрешение не хуже 15 угловых секунд. Дисперсия в рентгенооптической схеме учитывалась при обработке дифракционных кривых.

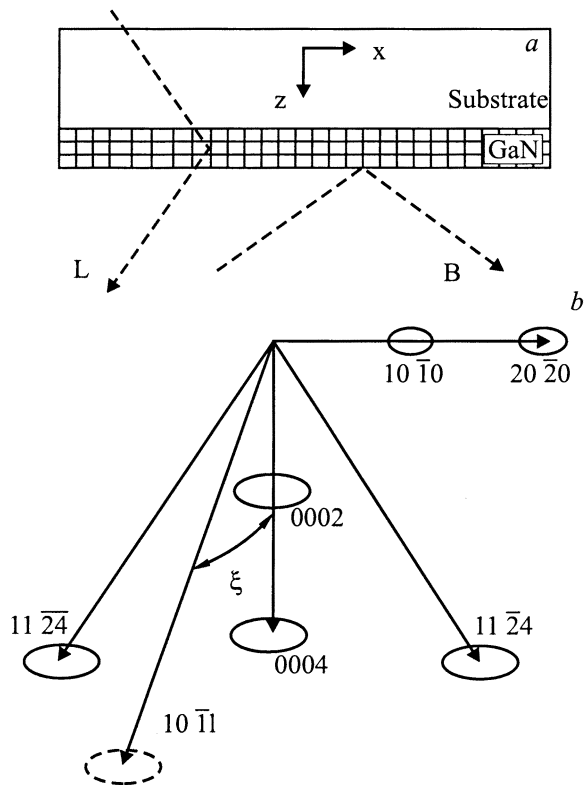


Рис. 2. Схемы Брэгг (B)- и Лауэ (L)-геометрий измерения рентгеновской дифракции в GaN (a) и взаимное расположение и форма узлов обратной решетки использованных рефлексов для слоев GaN (b).

Таблица 1. Полуширины УШПМ для слоев GaN (в arc.sec.)

Образец	ω_{twt}	11 $\bar{2}$ 4/11 $\bar{2}$ $\bar{4}$	Брэгг				Лауэ			
			θ 0002	$\theta-2\theta$ 0002	θ 0004	$\theta-2\theta$ 0004	θ 10 $\bar{1}$ 0	$\theta-2\theta$ 10 $\bar{1}$ 0	θ 20 $\bar{2}$ 0	$\theta-2\theta$ 20 $\bar{2}$ 0
A206	1400	560/920	591	42	535	90	525	44	510	85
ATX5	862	257/590	414	26	390	67	184	42	180	75
U296	675	153/261	215	17	200	69	62	22	75	42

4. Результаты и обсуждение

Полуширины дифракционных кривых образцов представлены в табл. 1. Поправка на макроизгиб образцов (~ 5 угловых секунд для образца A206 с наибольшей кривизной) учитывалась при обработке экспериментальных результатов согласно [15]. Для всех образцов наблюдаются следующие особенности измеренных полуширин: i) $\omega_{\theta} \gg \omega_{\theta-2\theta}$, что говорит о сильной анизотропии дифракционного рассеяния (формы узла в обратном пространстве); ii) $\omega_{\theta}^{0002} > \omega_{\theta}^{0004}$ указывает на присутствие размерного эффекта в измеренных полуширинах; iii) $\omega_{\theta-2\theta} \sim tg \theta$ свидетельствует о том, что уширение ($\theta-2\theta$)-кривых определяется в основном микродеформациями типа сжатие-растяжение; iv) $\omega^{11\bar{2}4} < \omega^{11\bar{2}4}$ и $\omega^{11\bar{2}4} < \omega^{0002}$ служит указанием на то, что узел обратной решетки вытянут не вдоль дифракционного вектора, а вдоль поверхности (или занимает промежуточное положение между ними); v) $\omega_{\theta}^{0002} > \omega_{\theta}^{10\bar{1}0}$.

Если бы слои состояли только из свободных от дефектов ОКР с некоторым мозаичным разбросом, следовало бы ожидать равенства ω_{θ}^{0002} и $\omega_{\theta}^{10\bar{1}0}$. Пункт v) говорит о неправомости такого допущения. Если учесть, что размерный эффект мал ($\omega_{\theta}^{0004,20\bar{2}0} / \omega_{\theta}^{0002,10\bar{1}0} \geq 0.9$), а влиянием горизонтальных краевых (несоответствия) дислокаций на $\omega_{\theta}^{10\bar{1}0}$ можно пренебречь, то можно считать, что $\omega_{\theta}^{10\bar{1}0} \cong \omega_{\text{шт}}$. Тогда разница между ω_{θ}^{0002} и $\omega_{\theta}^{10\bar{1}0}$ указывает на то, что ω_{θ}^{0002} содержит также вклад от дефектов, смещения от которых имеют ненулевую проекцию на дифракционный вектор. В проводимом далее анализе уширений рентгеновских рефлексов мы исходим из того, что наряду с размерным эффектом из-за ограниченного размера ОКР уширения θ -кривых определяются двумя компонентами разориентаций. Первая определяется угловым разворотом ОКР (так называемым мозаичным разбросом, второе слагаемое в формуле (3)) и не зависит от выбранного рефлекса и геометрии съемки. Причиной возникновения мозаичного разброса являются для нитридов сильное рассогласование параметров решеток слоя и подложки и связанный с этим трехмерный рост. Вторая компонента обусловлена дефектами в самих микроблоках, в основном прорастающими вертикальными винтовыми и краевыми дислокациями (третье слагаемое в формуле (3)).

Компоненты тензора микродисторсии, полученные из экспериментальных полуширин с использованием формул (1)–(5), приведены в табл. 2.

Для рассматриваемых слоев характерны следующие общие закономерности поведения компонент $\langle \varepsilon_{ij} \rangle$: i) $\langle \varepsilon_{zx} \rangle > \langle \varepsilon_{xz} \rangle$, т.е. микроразориентации плоскостей, параллельных поверхности больше, чем перпендикулярных к ней; ii) $\langle \varepsilon_{xx} \rangle > \langle \varepsilon_{zz} \rangle$, что соответствует более высокому уровню микродеформации плоскостей, перпендикулярных поверхности, в сравнении с параллельными поверхности плоскостями.

Кроме того, имеется сильное различие между компонентами для толстого ХГЭ GaN, выросшего на сапфире и на тонком МОС-GaN слое.

4.1. Нелегированный МОС-GaN (ATX5) и толстый слой (U296) на нем. Из табл. 2 видно, что для обоих образцов $\langle \varepsilon_{zx} \rangle > \langle \varepsilon_{xz} \rangle$. Значения $\langle \varepsilon_{zx} \rangle$ и $\langle \varepsilon_{xz} \rangle$, приведенные в табл. 2, включают в себя и мозаичный разброс ОКР, одинаковый для обеих геометрий дифракции $\omega_{\varphi}^B = \omega_{\varphi}^L$. Поэтому разница $\langle \varepsilon_{zx} \rangle$ и $\langle \varepsilon_{xz} \rangle$ обусловлена только типом и геометрией залегания дефектов (дислокаций) в самих микроблоках. Согласно рис. 1, лишь вертикальные винтовые дислокации вносят вклад в $\langle \varepsilon_{zx} \rangle$ и не влияют на $\langle \varepsilon_{xz} \rangle$, в то время как вертикальные краевые дислокации не влияют на обе компоненты тензора. Иными словами, разница компонент для двух геометрий дифракции дает возможность рассчитать плотность вертикальных винтовых дислокаций ρ_{vs} . В то же время разница в абсолютных значениях $\langle \varepsilon_{zx} \rangle$ и $\langle \varepsilon_{xz} \rangle$ для тонкого МОС-GaN и толстого слоя на

Таблица 2. Компоненты тензора микродисторсии $\langle \varepsilon_{ij} \rangle$, размеры ОКР τ_i и плотности дислокаций ρ в слоях GaN

Компоненты	A206	ATX5	U296
$\langle \varepsilon_{zz} \rangle, 10^{-4}$	2.29	2.36	2.59
$\langle \varepsilon_{zx} \rangle, 10^{-4}$	12.50	9.24	4.71
$\langle \varepsilon_{xx} \rangle, 10^{-4}$	7.57	6.74	3.75
$\langle \varepsilon_{xz} \rangle, 10^{-4}$	12.20	4.32	1.90
$\langle \varepsilon_{xy} \rangle, 10^{-4}$	67.40	41.25	32.52
τ_x (μm)	0.68	1.00	1.61
τ_z (μm)	0.40	1.29	$\gg 1$
$\rho_{vs}, 10^8 \text{ cm}^{-2}$	0.30	2.70	0.75
$\rho_{ve}, 10^{10} \text{ cm}^{-2}$	4.87	1.83	1.13
$\rho_{ve}^l, 10^7 \text{ cm}^{-2}$	1.01	0.25	0.10

нем может быть связана как с уменьшением плотности вертикальных винтовых дислокаций в растущем толстом слое (из-за их загибания в плоскость слоя и образования дислокационных полупетель), так и с удалением исследуемой области слоя от сильно дефектного интерфейса. Таким образом, не значения $\langle \varepsilon_{zx} \rangle$, а $\delta^2 = \langle \varepsilon_{zx} \rangle^2 - \langle \varepsilon_{xz} \rangle^2$ нужно использовать при расчете ρ_{vs} по соотношению (6).

Как следует из табл. 1, $\langle \varepsilon_{zz} \rangle$ определяется лишь горизонтальными краевыми дислокациями. Поскольку величина $\langle \varepsilon_{zz} \rangle$ практически одинакова в МОС-GaN подложке и толстом слое на ней, то плотность этого типа дислокаций (или дефектов с аналогичными полями смещений) не меняется при ХГЭ росте GaN.

$\langle \varepsilon_{xx} \rangle$ зависит от присутствия в слоях как вертикальных, так и горизонтальных краевых (несоответствия) дислокаций, и уменьшение почти в 2 раза $\langle \varepsilon_{xx} \rangle$ при переходе к толстому слою указывает на уменьшение плотности таких дислокаций. Поскольку дислокации несоответствия расположены преимущественно у интерфейса, уменьшение $\langle \varepsilon_{xx} \rangle$ может быть связано с падением их влияния на дифракционную кривую толстого образца. Однако уменьшение на 1/4 и $\langle \varepsilon_{xy} \rangle$ дает основание утверждать, что одновременно уменьшается и плотность вертикальных краевых дислокаций ρ_{ve} (аннигиляция дислокаций, их загиб в базовую плоскость). Величины ρ_{ve} , рассчитанные по (6) с использованием $\langle \varepsilon_{xy} \rangle$, представлены в табл. 2. Там же дается значение плотности вертикальных краевых дислокаций ρ_{ve}^{lab} (образующих малоугловые границы), получаемой из $\langle \varepsilon_{xy} \rangle$ и значений латерального размера ОКР τ_x по (7). Значение ρ_{ve}^{lab} на 3 порядка ниже, чем ρ_{ve} . Значения ρ_{ve} , полученные нами из $\langle \varepsilon_{xy} \rangle$ и $\langle \varepsilon_{xx} \rangle$ (аналогично [16]), говорят о преимущественном расположении вертикальных краевых дислокаций не в межзеренных границах, а в пределах самих зерен.

Необходимо отметить различие в значениях ρ_{ve} , полученных из наших измерений и методом ПЭМ [5]. Поскольку $\rho_{ve} \sim \omega_{OOP}^2$, то возможное присутствие в слоях дефектов упаковки может приводить к дополнительному уширению ω_{OOP} , не связанному с присутствием дислокаций, и, как следствие, к завышенной оценке ρ_{ve} . Однако эта коррективка не может устранить разницу с данными ПЭМ. Необходима также критическая оценка ПЭМ данных как с точки зрения улучшения статистики обработанных изображений, так и полноты выявления всех дислокаций.

Суммируя результаты для этих двух образцов, следует отметить 1.5–3-кратное уменьшение плотности дислокаций в ХГЭ GaN в сравнении с МОС-GaN подложкой наряду с одновременным увеличением размеров ОКР. Экстремально низкое значение полуширины θ -ТКД кривой отражения в геометрии Лауэ (62 угловые секунды), не наблюдавшееся ранее для нитридов, дает основание считать толстый ХГЭ слой GaN монокристаллическим, с включением незначительного количества микрокристаллических областей.

4.2. Толстый ХГЭ слой GaN (A206) на сапфире. Для него $\langle \varepsilon_{zx} \rangle$ близко к $\langle \varepsilon_{xz} \rangle$, что усложняет

анализ дислокационной структуры, так как разделение вкладов из-за мозаичного разброса и дислокаций использованным ранее способом невозможно. То, что полуширины всех (исключая 1124) θ -кривых дифракции близки, указывает на МР-вклад как на основную причину уширения дифракционной кривой в этом случае. Если, как и ранее, предположить, что $\omega_{tilt} \cong \omega_{\theta}^{10\bar{1}0}$, то расчет дает $\rho_{vs} = 0.25 \cdot 10^8 \text{ cm}^{-2}$, что ниже, чем для тонкого МОС-GaN и ХГЭ GaN на нем. В то же время все УШПМ при росте толстого слоя на сапфире без буфера выше. Это говорит о переоценке МР-вклада в $\omega_{\theta}^{10\bar{1}0}$ и влиянии дефектов на эту полуширину. Для более детального анализа этого слоя необходимы построение карты распределения дифрагированной интенсивности в обратном пространстве и детальный анализ дислокационной структуры на ее основе, аналогичный проведенному в [17].

Плотности вертикальных хаотически распределенных краевых дислокаций, рассчитанные из $\langle \varepsilon_{xy} \rangle$ по (6) и (7) для модели дислокаций, образующих малоугловые границы, приводятся в табл. 2. Их величина в этом слое в 4 раза выше (для хаотических дислокаций), чем для толстого ХГЭ слоя на МОС-GaN подложке и на порядок — для модели образования из вертикальных краевых дислокаций малоугловых границ.

Таким образом, в настоящей работе проведено комплексное рентгендифрактометрическое исследование дислокационной структуры толстых ХГЭ слоев GaN как на сапфире, так и на тонком МОС слое GaN как подложке.

В работе использован предложенный ранее авторами подход, связанный с рентгендифрактометрическим измерением тензора микродисторсии и анализом на его основе дефектной структуры эпитаксиальных слоев. Используются оптимальные рентгеновские схемы регистрации дифрагированной интенсивности и связи ее углового распределения с типом и положением дефектов в слоях.

Показаны недостатки мозаичной модели для анализа дислокационной структуры нитридов. При анализе уширений рентгеновских рефлексов предлагается кроме вкладов из-за мозаичного разброса и размерного эффекта выделять и анализировать компоненту, связанную с дефектами в ОКР (микрзернах).

Асимметрия формы узла обратной решетки характерна для всех образцов. Его положение меняется от вытянутого вдоль нормали к дифракционному вектору для образца A206 (из-за преобладания МР-эффекта) до вытянутого вдоль поверхности образца (из-за анизотропии как размеров ОКР, так и деформационных полей дефектов в них).

Дефектная структура всех исследовавшихся слоев характерна присутствием в них большего количества вертикальных винтовых и краевых (на 2 порядка больше) дислокаций. Найдено, что плотность вертикальных винтовых дислокаций снижается в толстом ХГЭ слое GaN в 2.5 раза в сравнении с МОС-GaN подложкой для его роста. Плотность вертикальных краевых дислокаций в толстом слое на подложке GaN ниже в 4 раза, чем при

росте толстого слоя непосредственно на сапфире. Экстремально низкое значение полуширины θ -ТКД кривой отражения в геометрии Лауэ (62 угловых секунды) дает основание считать толстый слой монокристаллическим с включением незначительного количества микрокристаллических областей.

Авторы выражают благодарность д-ру Т. Пасковой и проф. Б. Монемару (University of Linköping, Sweden) за предоставленные образцы и полезную дискуссию.

Список литературы

- [1] R.J. Molnar, W. Gotz, L.T. Romano, N.M. Johnson. *J. Cryst. Growth.* **178**, 147 (1997).
- [2] L.T. Romano, B.S. Krusor, R.J. Molnar. *Appl. Phys. Lett.* **71**, 2283 (1997).
- [3] H. Siegle, A. Hoffman, L. Eckey, C. Thomsen, J. Christen, F. Bertram, D. Schmidt, D. Rudloff, K. Hiramatsu. *Appl. Phys. Lett.* **71**, 2490 (1998).
- [4] Y. Golan, X.H. Wu, J.S. Speck, R.P. Vaudo, V.M. Phanse. *Appl. Phys. Lett.* **73**, 3090 (1998).
- [5] Т. Пашкова, S. Tungasmita, E. Valcheva, E.B. Svedberg, B. Arnaudov, S. Evtimova, P.A. Persson, A. Henry, R. Beccard, M. Heuken, B. Monemar. *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.* (2000), в печати.
- [6] E.M. Goldys, Т. Пашкова, I.G. Ivanov, B. Arnaudov, B. Monemar. *Appl. Phys. Lett.* **73**, 3583 (1998).
- [7] T. Metzger, R. Hople, E. Born, O. Ambacher, M. Stutzmann, R. Stommer, M. Schuster, H. Gobel, S. Christiansen, M. Albrecht, H.P. Strunk. *Phil. Mag.* **A77**, 1013 (1998).
- [8] R.N. Kyutt, T.S. Argunova. *Nuovo Cimento* **D19**, 267 (1997).
- [9] Р.Н. Кютт, В.В. Ратников, Г.Н. Мосина, М.П. Щеглов. *ФТТ* **41**, 1, 30 (1999).
- [10] G.K. Williamson, W.H. Hall. *Acta metall.* **1**, 22 (1953).
- [11] V. Srikant, J.S. Speck, D.R. Clarke. *J. Appl. Phys.* **82**, 9, 4286 (1997).
- [12] M.C. Lee, H.-C. Lin, Y.-C. Pan, C.-K. Shu, J. Ou, W.-H. Chen, W.-K. Chen. *Appl. Phys. Lett.* **73**, 2606 (1998).
- [13] K. Kobayashi, A. Yamaguchi, S. Kimura, H. Sanakawa, A. Kimura, A. Usui. *Jpn. Appl. Phys.* **38**, L611 (1999).
- [14] C.O. Dunn, E.F. Koch. *Acta metall.* **5**, 548 (1957).
- [15] J.E. Ayers. *J. Crystal Growth* **135**, 71 (1994).
- [16] P.F. Fewster. *J. Appl. Crystallogr.* **22**, 64 (1989).
- [17] P.F. Fewster. *Int. School of Crystallography: 23rd Course, X-ray and Neutron Dynamical Diffraction: Theory and Applications.* Erice, Italy (1996). P. 287.