

УДК 548.732

ВЛИЯНИЕ ДИСЛОКАЦИЙ НЕСООТВЕТСТВИЯ НА БРЭГГОВСКУЮ ДИФРАКЦИЮ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ ОТ ГЕТЕРОСТРУКТУР

Р. Н. Кютт, Т. С. Аргунова

Методом трехкристального спектрометра изучен характер брэгговской дифракции рентгеновских лучей в эпитаксиальных структурах на основе соединений GaSb и InP с дислокациями несоответствия и без них. Показано, что дислокационные сетки вызывают уширение дифракционной картины в обратном пространстве в направлении, перпендикулярном вектору обратной решетки H . Из характера рассеяния вытекает, что поля смещений дислокационных сеток распространяются аномально далеко как к поверхности пленки, так и в глубь подложки. Различный вид трехкристальных кривых для систем с дислокациями несоответствия и без них позволяет фиксировать наличие дислокационных сеток в кристалле. Построение распределения интенсивности вдоль вектора H дает возможность исключить влияние дислокаций несоответствия и повысить разрешение рефлексов от пленки и подложки.

Один из основных методов изучения структуры поверхностных слоев монокристаллов основан на измерении кривых брэгговского отражения рентгеновских лучей. Получаемые при этом данные позволяют характеризовать деформации и напряжения в системе пленка — подложка [1-3], определять профиль деформации по глубине [4, 5], а также контролировать структурное совершенство эпитаксиальных пленок [6].

Одним из наиболее распространенных видов несовершенств в эпитаксиальных структурах являются сетки дислокаций несоответствия. Известно, что дислокации произвольной конфигурации, хаотически распределенные в объеме кристалла, вызывают уширение кривых дифракционного отражения [7, 8]. Априори считается, что дислокационные сетки в гетероструктурах вызывают аналогичный эффект. Однако детально их влияние на характер брэгговской дифракции не изучено. В литературе рассматривался лишь вопрос о соотношении тангенциальных и нормальных компонент деформации, получаемых из брэгговских кривых [3], в зависимости от присутствия дислокационных сеток.

Настоящая работа посвящена изучению дифракции рентгеновских лучей в гетероэпитаксиальных системах. Поскольку получаемые на двухкристальном спектрометре кривые брэгговского отражения содержат интегральную (по углу выхода) информацию, представляется целесообразным использовать дифференциальную дифрактометрию, реализуемую на трехкристальном спектрометре [9], что позволяет получать двухкоординатную развертку интенсивности в плоскости рассеяния. Исследовались кристаллы InP с эпитаксиальными пленками InGaAsP (ориентация поверхности (100)) и кристаллы GaSb с пленкой $Ga_{1-x}Al_xSb$ (ориентация поверхности (111)). Пленки были выращены жидкофазной эпитаксией, их толщина составляла величины от 1.5 до 6 мкм.

Измерения проводились на трехкристальном спектрометре, использовались симметричные брэгговские отражения (400), (111) и (333) MoK_α и CuK_α излучения. Трехкристальные кривые снимались двумя способами: с вращением анализатора при неподвижном образце, отведенным на фиксированный угол α от центра интерференционной области [9], и

с вращением образца при фиксированном угле $\Delta\vartheta$ анализатора [10]. В качестве монохроматора и анализатора использовались совершенные кристаллы кремния с отражениями, соответствующими отражению образца. Присутствие дислокационных сеток фиксировалось с помощью рентгеновских топограмм, снятых по методу Берга—Барретта—Ньюкирка.

Двухкристальные кривые отражения, измеренные на MoK_α излучении, имеют одинаковую форму, на них видны два максимума — от пленки и подложки — для бездислокационных (а) и дислокационных (б) образцов

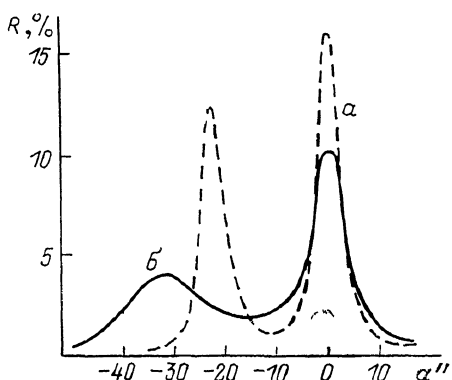


Рис. 1. Двухкристальные кривые брэгговского (333)-отражения, MoK_α излучения от кристаллов GaSb с эпитаксиальной пленкой $\text{Ga}_{1-x}\text{Al}_x\text{Sb}$ ($x=0.06$).

(рис. 1; $t=1.5$ и 2 мкм соответственно). В последнем случае пики более широкие. Однако ширина максимума не является свидетельством наличия дислокационной сетки, поскольку она зависит как от толщины пленки, так и от других факторов (например, изгиба или неравномерности состава вдоль поверхности образца). Из расстояния между пиками была определена величина несоответствия параметров решетки, которая менялась от

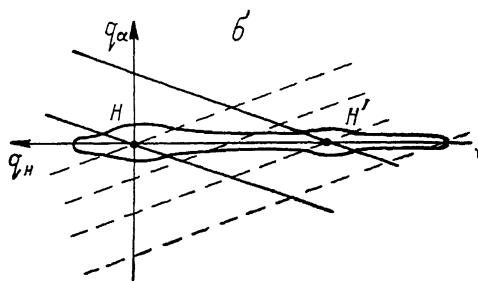
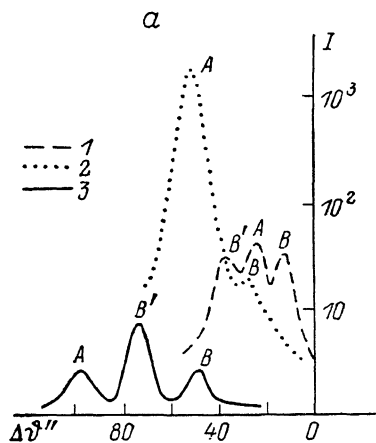


Рис. 2. Трехкристальные кривые от образца $\text{GaAlSb}/\text{GaSb}$ (а) и схема распределения когерентной интенсивности в обратном пространстве (б).

а: $t=1.5$ мкм, (333)-отражение, MoK_α излучение. $\alpha=-14''$ (1), $-28''$ (2), $-53''$ (3); б: штриховые линии — соответствующие приведенным кривым сечения плоскости рассеяния. Вдоль сплошных линий локализована интенсивность псевдопиков.

образца к образцу в пределах $\Delta d/d = -(1.0 \div 1.4) \cdot 10^{-3}$ для InGaAsP и $(4.2 \div 7.9) \cdot 10^{-4}$ для GaAlSb .

Полученные трехкристальные кривые (по схеме с вращением анализатора) для структур с дислокациями несоответствия и без них имеют принципиально различный вид. Пример таких кривых для образца без дислокационной сетки приведен на рис. 2, а. Из этого рисунка видно, что при различных углах отклонения образца наблюдается максимум (А), который занимает различные угловые положения, соответствующие углу $\Delta\vartheta = -2\alpha$, где α отсчитывается от центра интерференционной области подложки. Интенсивность этого пика изменяется в зависимости от близости к брэгговскому положению для пленки или подложки. Кроме этого пика на кривых видны также так называемые псевдопики (В и В')

пленки и подложки. Смещение по закону $\Delta\vartheta = -2\alpha$ характерно для когерентного максимума на трехкристалльных кривых. Соответствующее распределение интенсивности в обратном пространстве (рис. 2, б) вытянуто вдоль направления вектора обратной решетки \mathbf{H} и имеет максимумы в точках H и H' — узлах обратной решетки подложки и пленки. Такая форма линий равной интенсивности, локализованных вдоль нормали к поверхности кристалла (которая совпадает в симметричной брэгговской геометрии с направлением \mathbf{H}), указывает на когерентный характер рассеяния системой подложка—пленка, когда в ней не возникает дислокаций несоответствия. Топограммы подтверждают отсутствие дислокационной сетки. Аналогичные кривые отражения имели место и для других бездислокационных структур.

При наличии дислокационной сетки на трехкристалльных кривых для всех исследованных образцов наблюдаются два четко разделенных пика, угловое положение которых не меняется при изменении угла α . Один из них находится в положении $\Delta\vartheta = 0$, а другой при $\Delta\vartheta = -2\Delta\alpha$,

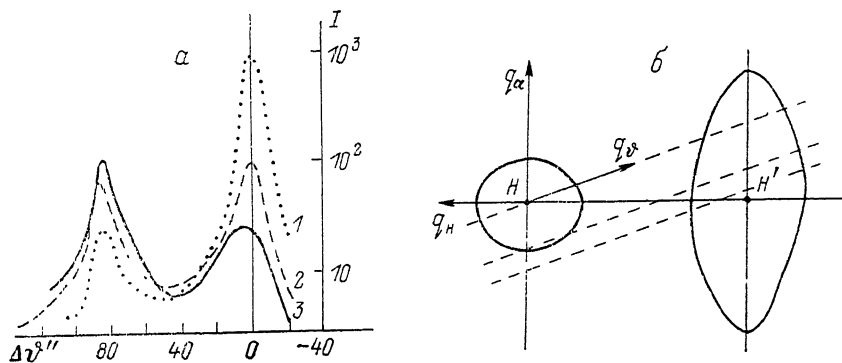


Рис. 3. Трехкристалльные кривые для образца GaAlSb/GaSb (а), схема распределения интенсивности в обратном пространстве (б).

α : $t=2$ мкм, (333)-отражение, $\text{MoK}\alpha$ излучение. Слева — пик от подложки, справа — от пленки. $\alpha=0$ (1), $-25''$ (2), $32''$ (3).

где $\Delta\alpha = -(\Delta d/d) \text{tg } \vartheta_B$ — обусловленное несоответствием расстояние между двумя максимумами на двухкристалльной кривой (рис. 3, а). Следовательно, один из них представляет собой отражение от подложки, другой — от пленки. Их интенсивности зависят от близости к соответствующим узлам обратной решетки.

Соответствующий вид распределения в обратном пространстве представлен на рис. 3, б. Рассеяние от системы с дислокационной сеткой разделяется на две части, сосредоточенные около узлов обратной решетки подложки H и пленки H' и вытянутые в направлении, перпендикулярном \mathbf{H} (ср. с рис. 2, б). Это напоминает дифракционную картину от мозаичных кристаллов, где взаимные разориентации блоков приводят к колебанию локальных значений \mathbf{H} по направлению и «размазыванию» рассеяния по нормали к вектору обратной решетки.

Различный характер рассеяния для гетероструктур с дислокациями несоответствия и без них дает возможность путем измерения нескольких трехкристалльных кривых определять присутствие дислокационной сетки по изменению углового положения пиков на этих кривых.

Таким образом, влияние дислокаций несоответствия на брэгговскую дифракцию сводится к уширению дифракционной картины в перпендикулярном к вектору \mathbf{H} направлению. Степень этого уширения можно определить, измеряя кривые при неподвижном анализаторе с вращением образца $i(\alpha)$, которые представляют собой развертку интенсивности по прямым, параллельным оси q_α в плоскости рассеяния. Значения полуширины этих кривых, снятых при прохождении через узел обратной решетки подложки ($\Delta\vartheta=0$) и пленки ($\Delta\vartheta=-2\Delta\alpha$), приведены в таблице наряду

с полуширинами $W_{\frac{1}{2}}$ максимума от пленки на кривых $i(\vartheta)$, измеренных с вращением анализатора. Из таблицы видно, что кривые $i(\alpha)$ для дислокационных кристаллов много шире. При этом отражение от подложки уширяется гораздо меньше, чем от пленки.

Характерной особенностью трехкристалльных кривых $i(\vartheta)_{\alpha=\text{const}}$ от образцов с дислокационной сеткой является отсутствие на них когерентного пика в положении $\Delta\vartheta = -2\alpha$. Это отличает их от аналогичных

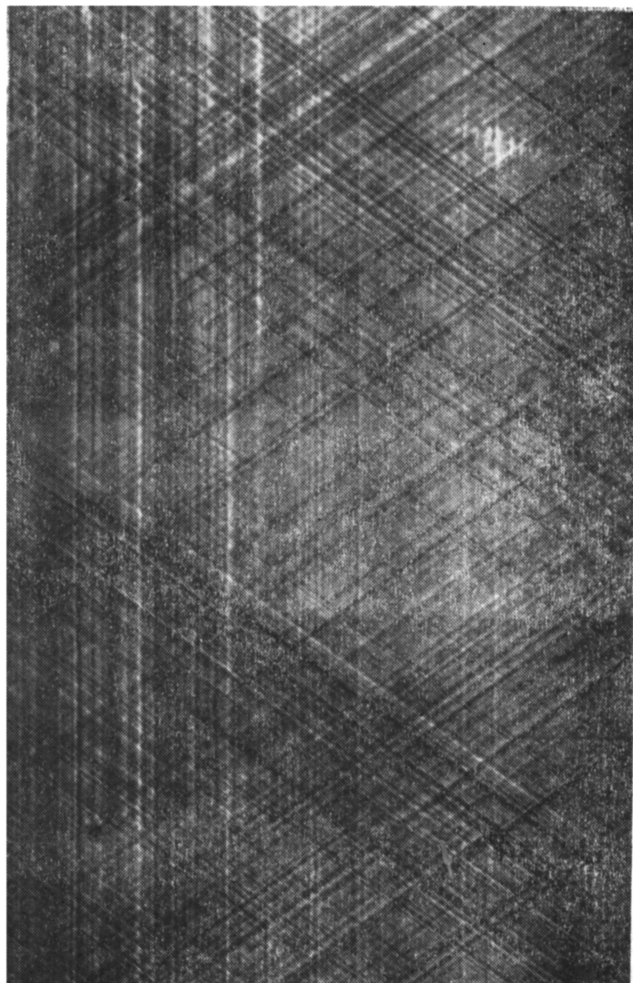


Рис. 4. Топограмма образца GaAlSb/GaSb. 444-отражение, $\text{CuK}\alpha$ излучение.

кривых, которые наблюдаются обычно для монокристаллов с комплексами точечных дефектов и с хаотическими дислокациями (плотность $< < 10^6 \text{ см}^{-2}$), где максимум диффузного рассеяния от дефектов имеет место наряду с когерентной компонентой. Такой вид кривых говорит об отсутствии сколько-нибудь заметной интенсивности, локализованной вдоль оси q_H , где должно быть сосредоточено когерентное рассеяние от совершенных областей кристалла. Отсюда следует, что практически вся интенсивность, рассеянная пленкой, содержится в уширенном в направлении q_α рефлексе около H' , а интенсивность от подложки — в уширенном рефлексе около H . С другой стороны, как показали электронно-микроскопические и рентгено топографические исследования (характерный пример топограммы для системы GaAlSb/GaSb представлен на рис. 4), сетка дислокаций в данных кристаллах сосредоточена вблизи гетерогра-

Значения полуширины максимумов (в секундах)
на трехкристалльных кривых для образцов GaAlSb/GaSb

Образец	(333), MoK α			(111), CuK α
	W_{β} пл	W_{α} пл	W_{α} подл	W_{α} пл
Без сетки, $t=15$ мкм	7	5—6	5—6	6—8
С дислокац. сеткой $t=2$ мкм	7	55	10	65
$t=6$ мкм	8—10	40	18	45

ницы. Таким образом, упругие поля дислокационной сетки, обуславливающие уширенное дифракционное отражение, не локализованы вблизи нее, а простираются достаточно далеко вплоть до поверхности пленки, а также в глубь подложки.

Наглядно этот вывод подтверждается видом трехкристалльных кривых (111)-отражения, измеренных на Cu K α излучении для структуры GaAlSb/GaSb с толщиной пленки около 6 мкм (рис. 5). В этом случае из-за большого

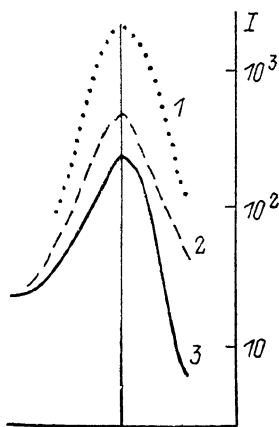


Рис. 5. Трехкристалльные кривые для образца GaAlSb/GaSb.

$t=6$ мкм, (111)-отражение, CuK α излучение.
 $\alpha=0$ (1), $-36''$ (2), $-54''$ (3).

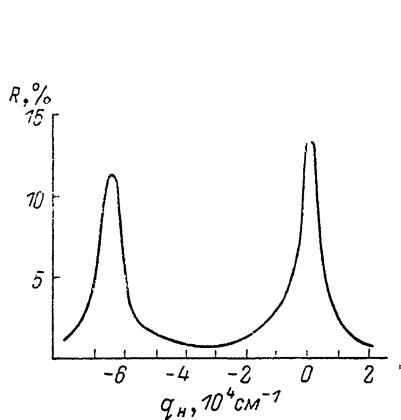


Рис. 6. Распределение интенсивности отражения (333) в обратном пространстве в направлении вектора \mathbf{H} для образца GaAlSb/GaSb. $t=2$ мкм.

поглощения излучение вообще не достигает гетерограницы ($\mu_0=1025$ см $^{-1}$, глубина проникновения ~ 2 мкм), тем не менее на кривых наблюдается один пик, не меняющий своего положения при изменении α , который соответствует уширенному рефлексу от пленки.

Эффект дальнего действия проявляется и в рентгеновской топографии, приводя к так называемой аномальной видимости дислокационных сеток, и объясняется неоднородным распределением дислокаций в сетке, образованием скоплений дислокаций [11].

Отметим, что степень уширения для рефлекса от пленки толщиной 6 мкм меньше, чем для пленки 2 мкм (см. таблицу), что при более или менее равной плотности дислокаций может означать постепенное спадание упругого поля при удалении от гетерограницы.

Уширение кривых в нормальном к \mathbf{H} направлении приводит к размазыванию пиков на двухкристалльной кривой отражения, так что во многих случаях максимумы от пленки и подложки могут не разрешаться. Для получения более четкой картины отражения целесообразно построить распределение интенсивности вдоль вектора \mathbf{H} . Это можно сделать, измеряя интегральную интенсивность трехкристалльных пиков $I_i = \int i(\alpha) d\alpha$ при разных положениях анализатора. Соответствующая кривая для

одного из образцов $I_i(q_H)$, где $q_H = k \Delta \vartheta \cos \vartheta_B$, приведена на рис. 6. Она является аналогом обычной двухкристальной кривой (рис. 1) и наглядно демонстрирует, как улучшилось разрешение при таком построении. Из сравнения рис. 1 и 5 видно, что присутствие дислокационной сетки практически не влияет на распределение интенсивности вдоль вектора обратной решетки (уширения нет). Поэтому кривая рис. 6 близка к двухкристальной кривой a рис. 1 для образца без дислокационной сетки.

Из кривой $I_i(q_H)$ можно определять относительную разницу в параметрах решетки пленки и подложки в тех случаях, когда по стандартной двухкристальной кривой это сделать затруднительно из-за уширений, обусловленных наличием дислокаций несоответствия. Такой подход имеет еще и то преимущество, что на распределении интенсивности вдоль H не сказывается возможная макроразориентация пленки относительно подложки, в то время как пики на двухкристальной кривой будут сближаться или удаляться в зависимости от знака угла разориентации.

Таким образом, проведенные измерения показали, что дислокационные сетки несоответствия в гетероструктурах приводят к уширению дифракционной картины в направлении, перпендикулярном вектору обратной решетки, к отличию трехкристальных кривых отражения от аналогичных кривых для бездислокационных структур. Эти эффекты могут быть использованы для обнаружения дислокаций несоответствия и определения деформации в эпитаксиальных структурах.

В заключение авторы выражают благодарность С. С. Рувимову и Л. М. Сорокину за полезные обсуждения, а также А. Т. Гореленку и А. М. Баранову за образцы, предоставленные для исследований.

Л и т е р а т у р а

- [1] Nagai H. // J. Appl. Phys. 1974. V. 45. N 9. P. 3789—3794.
- [2] Oe K., Shinoda J., Sugiyama K. // Appl. Phys. Lett., 1978. V. 33. N 11. P. 962—964.
- [3] Chu S. N. G., Macrander A. T., Stregre K. E., Johnston W. D. // J. Appl. Phys. 1985. V. 57. N 2. P. 249—257.
- [4] Speriou V. S. // J. Appl. Phys. 1981. V. 52. N 10. P. 6094—6103.
- [5] Кютт Р. Н., Мохов Е. Н., Трегубова А. С. // ФТТ, 1981. Т. 23. № 11. С. 3496—3498.
- [6] Farrow R. F. C. // J. Vac. Sci. Technol. 1985. V. A3. N 1. P. 60—66.
- [7] Batterman B. W. // J. Appl. Phys. 1959. V. 30. N 1. P. 508—512.
- [8] Patel J. R., Wagner R. S., Moss S. // Acta Metallurg. 1962. V. 10. N 3. P. 759—764.
- [9] Iida A., Kohra K. // Phys. St. Sol. (a). 1979. V. 51. N 2. P. 533—542.
- [10] Ратников В. В., Кютт Р. Н. // ЖТФ. 1985. Т. 55. № 2. С. 391—393.
- [11] Аргунова Т. С., Русов А. А., Петрашень П. П., Шульпина И. Л. // ЖТФ. 1987. Т. 57. № 6. С. 1114—1120.

Физико-технический институт
им. А. Ф. Иоффе АН СССР
Ленинград

Поступило в Редакцию
24 мая 1988 г.
В окончательной редакции
20 июня 1988 г.