

05

## Влияние микроструктуры эпитаксиальных слоев на форму рентгеновских дифракционных пиков

© Р.Н. Кютт, А.А. Дышеков

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург

E-mail: r.kyutt@mail.ioffe.ru

Кабардино-Балкарский государственный университет им Х.М. Бербекова, Нальчик

E-mail: rsa@kbsu.ru

Поступило в Редакцию 19 ноября 2010 г.

Измерены дифракционные отражения от эпитаксиальных слоев с разным типом микроструктуры в брэгговской и лауэвской геометрии. На основе аппроксимации функцией Войта проанализирована форма дифракционных пиков  $\theta$ - и  $\theta-2\theta$ -мод сканирования. Показано, что для более регулярных систем дислокаций преобладает гауссовская составляющая, чем хаотичнее распределены дислокации, тем больше доля лоренцевской составляющей в форме пиков. На дальних крыльях распределения интенсивность спадает быстрее войт-функции.

Дефекты со слабо спадающими полями смещений, как известно, вызывают уширение рентгеновских дифракционных пиков. Первым приближением для описания дифракции от сильнонарушенных кристаллов является модель мозаичного кристалла. В настоящее время используется два подхода к обработке экспериментальных данных на основе этой модели с целью получения параметров этих дефектов — анализ полуширин дифракционных пиков, измеренных для отражений нескольких порядков, и анализ формы дифракционной линии.

Чаще всего в исследованиях дислокационных структур применяется первый вариант, который сводится к построению зависимости интегральной ширины дифракционных пиков от брэгговского угла (так называемого графика Вильямсона–Холла) [1]. В отличие от поликристаллов, для монокристаллов и эпитаксиальных пленок можно рассматривать уширение линий в двух направлениях — параллельно и перпендикулярно вектору дифракции — и построить зависимости, аналогичные графику Вильямсона–Холла, не только для радиального

распределения интенсивности, но и для поперечного распределения. В итоге из трехкристалльных мод сканирования в симметричной брэгговской геометрии можно получить следующие параметры дефектной структуры: средний угол разориентаций и латеральный размер областей когерентного рассеяния из  $\theta$ -кривых и среднюю величину деформации сжатия-растяжения и размер когерентных областей вдоль нормали из кривых  $\theta-2\theta$ -моды.

Однако информация о дефектной структуре может содержаться и в форме дифракционного максимума. Классическим примером является фурье-анализ рентгеновских линий Уоррена–Авербаха [2]. Он является достаточно трудоемкой процедурой и в настоящее время используется редко, в основном при исследовании поликристаллов. В последние годы интерес к форме дифракционных пиков, но уже в связи с изучением дислокационной структуры эпитаксиальных слоев, вновь возрос. В теоретических работах Каганера [3–5], Холи [6,7] путем расчета парной корреляционной функции, вызванной смещениями вокруг дислокаций, в работе [8] с использованием статистической динамической теории были смоделированы профили отражений для некоторых дислокационных ансамблей. Основным выводом из работ [3–5], касающийся формы двухкристалльных дифракционных пиков, состоит в том, что вблизи центра отражения профиль имеет гауссовскую форму, а на дальних крыльях стремится к зависимости  $\alpha^{-3}$ , где  $\alpha$  — угловое отклонение от центра отражения. В промежуточной угловой области ход изменения интенсивности зависит от длины корреляции между отдельными дислокациями. Для трехкристалльных мод сканирования спад интенсивности вдали от центра отражения должен следовать степенному закону  $\alpha^{-4}$  для как  $\theta$ -, так и  $\theta-2\theta$ -моды [5].

Экспериментальные данные не всегда подтверждают эти выводы. На практике обычно дифракционные пики аппроксимируются функциями Гаусса или Лоренца, в последнее время — пиковой функцией Войта, представляющей собой свертку гауссовского и лоренцовского распределений.

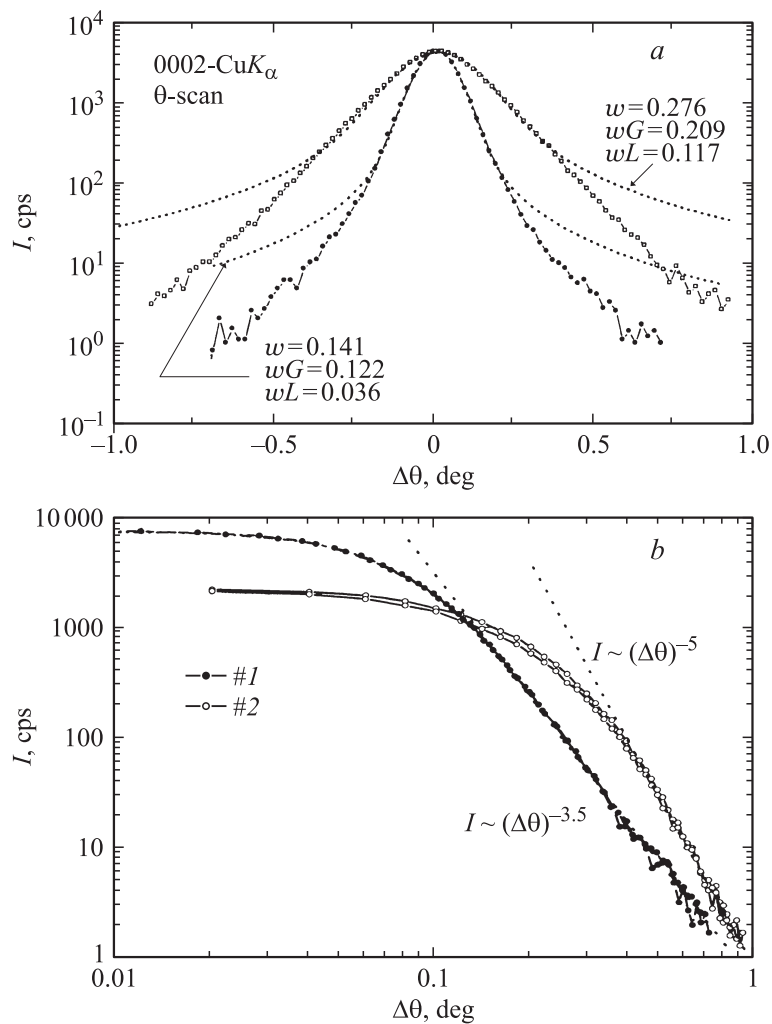
В настоящей работе были экспериментально измерены дифракционные отражения в брэгговской и лауэвской геометрии для нескольких эпитаксиальных систем с большой плотностью дислокаций и проанализирована форма дифракционных пиков с целью установления ее зависимости от типа дислокаций и их распределения. Среди исследованных систем были: сверхрешетки  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}/\text{GaN}$ , выращенные на *c*-сапфире,

и двухслойная система  $\text{MnF}_2\text{--CaF}_2$ , выращенная методом молекулярно-лучевой эпитаксии на (001) кремнии. Из-за большого несоответствия параметров решетки слоев и подложки эти системы характеризуются большой плотностью дислокаций (до  $10^9 \text{ см}^{-2}$ ).

Вышеуказанные системы были детально изучены рентгенодифрактометрическим методом. Измерения были проведены на трехкристальном дифрактометре с использованием  $\text{CuK}_\alpha$ -излучения и монохроматора и анализатора из кристалла (111)Ge. На основе первого подхода анализировались полуширины дифракционных пиков для серии отражений в разных геометриях. Используя методику, описанную в [9], для сверхрешеток  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}/\text{GaN}$  были определены плотности отдельных семейств дислокаций [10]. Из имевшегося набора образцов для анализа формы пиков были выбраны две сверхрешетки с разной дислокационной структурой. Образец 1 (концентрация  $\text{Al } x = 0.28$ , период 470 Å, общая толщина сверхрешетки 4 μm) содержал систему прямолинейных прорастающих дислокаций винтового и краевого типов плотностью  $5 \cdot 10^8$  и  $9 \cdot 10^8 \text{ см}^{-2}$  соответственно. Образец 2 с большим содержанием Al ( $x = 0.51$ , период 140 Å, толщина 4 μm) характеризовался более хаотическим распределением дислокаций и большей их плотностью, анализ показал большую плотность горизонтальных фрагментов дислокаций.

Для системы  $\text{MnF}_2\text{--CaF}_2$  было ранее показано следующее [11]. Буферный слой  $\text{CaF}_2$  растет на (001) Si с ориентацией  $\langle 110 \rangle$ . Такое же направление роста у слоя  $\text{MnF}_2$ , но он содержит несколько фаз. Основной из них является орторомбическая фаза, но с разными направлениями векторов **a**, **b**, **c**; кроме нее имеются фрагменты тетрагональной фазы типа рутила. Построение на основе дифракционных данных графиков Вильямсона–Холла позволило оценить как дислокационную структуру буферного слоя, так и размеры отдельных фрагментов-кристаллитов разных фаз в слое  $\text{MnF}_2$ . Таким образом, выбранные для данного анализа слои обладали различным типом микроструктуры.

Наши исследования показали, что дифракционные пики трехкристальных мод от гетероструктур с большой плотностью прорастающих дислокаций не описываются чисто гауссовской функцией, а содержат лоренцовскую составляющую. Измеренные уширенные пики рефлексов от слоев  $\text{GaN}/\text{AlGaN}$  хорошо аппроксимировались пиковой функцией Войта как для  $\theta$ -, так и для  $\theta\text{--}2\theta$ -моды сканирования. В брэгговской геометрии для большинства образцов с прямолинейными системами дислокаций превалирует гауссовская составляющая. На рис. 1, а

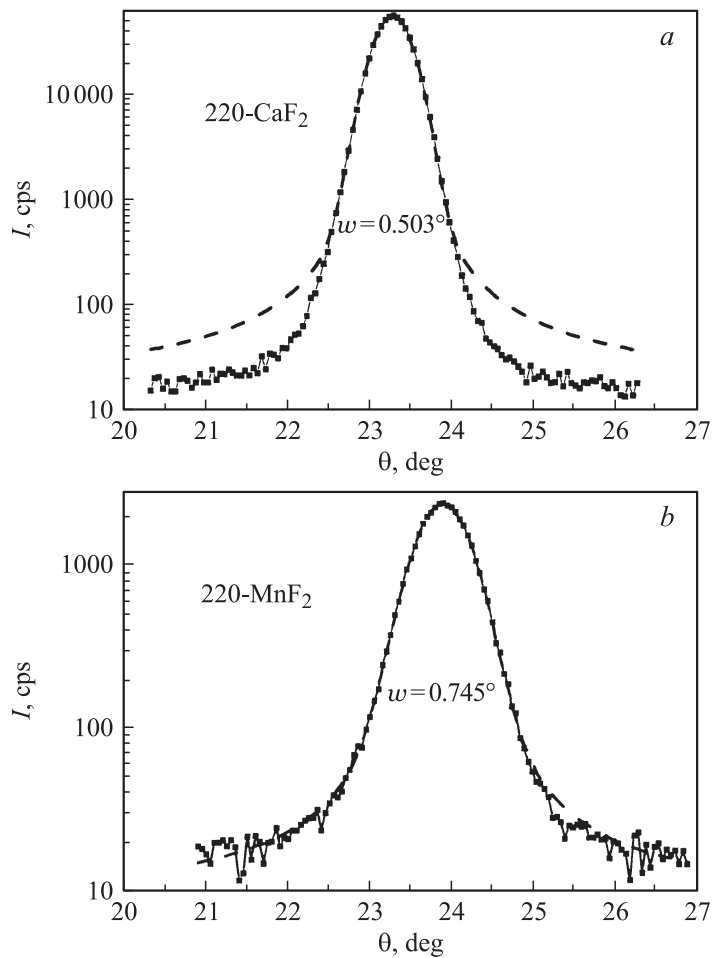


**Рис. 1.** Кривые  $\theta$ -моды сканирования для среднего пика сверхрешеток для 2 образцов системы AlGaIn/GaN–GaN–сапфир, отражение 0002 (*a*) и крылья тех же кривых в двойном логарифмическом масштабе (*b*) (полные точки — для образца 1 с прямолинейными прорастающими дислокациями, полые точки — для образца 2 с хаотическим распределением дислокаций). Пунктир — аппроксимация пиков функцией Войта (*a*) и степенной функцией (*b*).

представлены характерные примеры  $\theta$ -трехкристальных кривых 0002-брегговского отражения для двух образцов сверхрешетки AlGaIn/GaN. Электронно-микроскопические изображения поперечных срезов этих структур находятся в работе [10], рис. 4 и 6. Из сравнения кривых видно, что относительный вклад лоренцовского уширения тем больше, чем хаотичней система дислокаций. На дальних крыльях углового распределения ( $|\Delta\theta| > 2w$ , где  $w$  — полуширина пика) экспериментальная интенсивность на  $\theta$ -кривых в брегговской геометрии падает заметно быстрее войт-функции. На рис. 1, *b* приведены те же кривые в двойном логарифмическом масштабе. Спадание интенсивности на хвостах хорошо аппроксимируется степенной функцией, однако это падение получается разным для двух образцов: для решетки с прямолинейными дислокациями медленнее, чем  $\Delta\theta^{-4}$ ; для хаотически распределенных дислокаций (образец 2) имеет место более сильное изменение. Вероятнее всего, закон изменения интенсивности дифракции на крыльях дифракционных пиков зависит от типа дислокаций, а для конкретного образца определяется соотношением плотности различных семейств дислокаций. Отметим, что такая точка зрения возобладала и в последних теоретических работах [12].

Для лауэ-геометрии имеют место те же закономерности, хотя относительный вклад лоренцовского уширения в кривые  $\theta$ -моды заметно больше, чем для брегговских отражений. Можно предположить, что упорядоченные семейства одноименных дислокаций приводят к гауссовской форме уширенных дифракционных пиков, в то время как хаотическое распределение дислокаций дает распределение интенсивности ближе к функции Лоренца. Учитывая, что в кривые  $\theta$ -моды брегговской дифракции основной вклад вносят прорастающие прямолинейные винтовые дислокации, а уширение  $\theta$ -кривых симметричных лауэ-отражений может быть вызвано только горизонтальными дислокациями [9], можно говорить о более хаотическом распределении горизонтальных дислокаций или их фрагментов по сравнению с вертикальными дислокациями.

Представляет интерес сравнение формы дифракционных пиков от слоев с микроструктурой разного типа. На рис. 2, *a*, *b* представлены дифракционные пики (220-брегговское отражение,  $\theta$ -мода) от двух слоев эпитаксиальной системы MnF<sub>2</sub>-CaF<sub>2</sub>-Si(001) (образец с толщиной слоев 1.2 и 0.5  $\mu\text{m}$  соответственно). Для рефлекса от слоя MnF<sub>2</sub>, который можно считать состоящим из четко выраженных кристаллитов,



**Рис. 2.** Дифракционные пики  $\theta$ -сканирования симметричного брэгговского отражения 220 для слоев CaF<sub>2</sub> (a) и MnF<sub>2</sub> (b) эпитаксиальной системы MnF<sub>2</sub>–(110)CaF<sub>2</sub>–(001)Si.

интенсивность во всем угловом интервале хорошо описывается функцией Войта; при этом доля лоренцовой составляющей тем больше, чем меньше латеральный размер кристаллитов, определяемый из анализа

полуширин. Что же касается рефлекса от буферного слоя  $\text{CaF}_2$ , то поведение интенсивности на крыльях углового распределения заметно отклоняется от войтиана. Как показано на примере сверхрешеток  $\text{AlGaIn/GaN}$ , это характерно для пленок с большой плотностью дислокаций, для которых модель блочного кристалла является лишь грубым приближением. Следовательно, однокомпонентный буферный слой и пленка  $\text{MnF}_2$  с присутствием нескольких фаз, обладающие различным типом микроструктуры, дают и разную форму дифракционных пиков.

Таким образом, уже качественный анализ формы дифракционных пиков позволяет определять как тип микроструктуры, так и степень упорядоченности дислокационных ансамблей.

## Список литературы

- [1] *Williamson G.K., Hall W.H.* // Acta Metall. 1952. V. 1. P. 271.
- [2] *Warren B.E., Averbach B.L.* // J. Appl. Phys. 1950. V. 21. P. 595.
- [3] *Kaganer V.M., Shalimov A., BakMisiuk J., Ploog K.H.* // J. Phys: Condens. Matter. 2006. V. 18. P. 547.
- [4] *Kaganer V.M., Kohler R., Schmidbauer M., Opitz R., Jenichen B.* // Phys. Rev. B. 1997. V. 55. P. 1793.
- [5] *Kaganer V.M., Brandt O., Tramper A., Ploog K.H.* // Phys. Rev. B. 2005. V. 72. P. 045448.
- [6] *Denis S., Holy V., Zhong Z., Bauer G., Ambacher O.* // Appl. Phys. Lett. 2004. V. 85. P. 3065.
- [7] *Denis S., Holy V., Zimin D., Zhong Z.* // J. Appl. Phys. 2005. V. 98. 103522.
- [8] *Kirste L., Pavlov K.M., Mudie S.T., Punegov V.I., Herres N.* // J. Appl. Cryst. 2005. V. 38. P. 183.
- [9] *Ratnikov V.V., Kyut R.N., Shubina T.V., Pashkova T., Monemar B.* // J. Phys. D: Appl. Phys. 2001. V. 34. P. A30.
- [10] *Кютт Р.Н., Мосина Г.Н., Щеглов М.П., Сорокин Л.М.* // ФТТ. 2006. Т. 48. С. 1491.
- [11] *Kyutt R.N., Banshchikov A.G., Kaveev A.K., Sokolov N.S., Ohtake Y., Tabuchi M., Takeda Y., Lomov A.A.* // J. Phys. D: Appl. Phys. 2007. V. 40. P. 4896.
- [12] *Barchuk M., Holy V., Miljevic B. et al.* // J. Appl. Phys. 2010. V. 108. P. 043521.