

Анализ особенностей кристаллической структуры НЕМТ-гетероструктур GaN/Al_{0.32}Ga_{0.68}N по данным рентгеновской дифрактометрии методом Вильямсона—Холла

© С.С. Пушкарев¹, М.М. Грехов², Н.В. Зенченко¹

¹ Институт сверхвысокочастотной полупроводниковой электроники Российской академии наук, 117105 Москва, Россия

² Национальный исследовательский ядерный университет „МИФИ“, 115409 Москва, Россия

E-mail: serp456207@gmail.com

(Получена 6 июня 2017 г. Принята к печати 19 июня 2017 г.)

Показано, что аппроксимация пиков на кривых рентгеновского дифракционного отражения в режимах $\theta/2\theta$ - и ω -сканирования точнее всего может быть выполнена инверсным полиномом четвертой степени или функцией плотности вероятности при распределении Стьюдента. Эти функции хорошо описывают не только центральную, наиболее интенсивную часть экспериментального пика, но также и его малоинтенсивное расширенное основание, обусловленное диффузным рассеянием. С помощью метода Вильямсона—Холла определены средняя микродеформация ϵ и средний вертикальный размер области когерентного рассеяния D для слоев GaN ($\epsilon \approx 0.00006$, $D \approx 200$ нм) и Al_{0.32}Ga_{0.68}N ($\epsilon = 0.0032 \pm 0.0005$, $D = 24 \pm 7$ нм). Значение D , полученное для слоя Al_{0.32}Ga_{0.68}N, обусловлено, скорее всего, толщиной слоя Al_{0.32}Ga_{0.68}N, которая номинально составляет 11 нм.

DOI: 10.21883/FTP.2018.06.45920.8661

Транзисторы с высокой подвижностью электронов (high electron mobility transistor, НЕМТ) на основе широкозонных гетероструктур GaN/AlGaN с двумерным электронным газом широко применяются в мощных приемно-передающих сверхвысокочастотных устройствах с рабочими частотами > 8 ГГц (X-, Ku-, K-, Ka-диапазоны) [1,2]. Разработка монолитных интегральных схем на основе НЕМТ значительно упрощается при использовании систем автоматического проектирования (САПР), но для применения САПР необходимы модели, дающие комплексное представление о качестве НЕМТ-гетероструктур. Существует много способов неразрушающего анализа качества НЕМТ-гетероструктур [3]. Так, спектроскопия фотолюминесценции позволяет оценить концентрацию точечных дефектов, в том числе нежелательных фоновых примесей. Рентгеновская дифрактометрия позволяет оценить плотность двумерных (в том числе различных дислокаций) и трехмерных дефектов в монокристаллическом материале, состав и толщину слоев гетероструктуры, упругие напряжения в слоях. Из электрофизических методов неразрушающего контроля наиболее применим вольт-фарадный метод, который позволяет определить распределение зарядов по глубине гетероструктуры и выявить области легирования, заряженные центры и электроны в квантовой яме. При создании НЕМТ требуется уменьшать толщину барьерных слоев для обеспечения более высоких рабочих частот транзисторов. По этой причине исследование состояния кристаллической структуры эпитаксиальных слоев является одной из ключевых задач при проектировании и разработке НЕМТ. Целью настоящей работы являлся анализ особенностей кристаллической структу-

ры НЕМТ-гетероструктур GaN/Al_{0.32}Ga_{0.68}N с помощью высокоразрешающей рентгеновской дифрактометрии.

Полупроводниковая гетероструктура GaN/Al_{0.32}Ga_{0.68}N для полевых транзисторов была выращена методом осаждения металлоорганических соединений из газовой фазы (MOCVD) на подложке Al₂O₃ (0001). Над подложкой располагались следующие слои: зародышевый слой GaN (30 нм)/буфер GaN (2.3 мкм)/AlN (0.6 нм)/Al_{0.32}Ga_{0.68}N (11 нм)/GaN (2 нм). Подвижность электронов и их концентрация, определенные методом Ван дер Пау, составляли $1670 \text{ см}^2/(\text{В} \cdot \text{с})$ и $1.3 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2}$ соответственно.

Кривые дифракционного отражения (КДО) в режимах $\theta/2\theta$ - и ω -сканирования были измерены на двухкристальном рентгеновском дифрактометре Ultima IV (Rigaku) методом высокоразрешающей рентгеновской дифрактометрии, использовалось излучение $\text{Cu } K_{\alpha 1}$ с длиной волны $\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$.

Программное обеспечение Origin Pro позволяет аппроксимировать экспериментальные пики большим набором функций, из которых мы выбрали функцию Фойгта (f_V), псевдо-функцию Фойгта 2, которая является линейной комбинацией лоренциана и гауссиана (f_{PV2}), функцию Пирсона 7 (f_{PV7}) и инверсный полином ($f_{invpoly}$). Функция Пирсона 7 — это функция плотности вероятности при распределении Стьюдента, которое является седьмым типом распределения Пирсона. Математические выражения для перечисленных функций указаны в *Приложении*.

Аппроксимация пиков на $\theta/2\theta$ -КДО затруднена, так как при малых углах 2θ пик от конкретного слоя перекрывается с пиками от других слоев, а при больших

Таблица 1. Сравнение аппроксимации ω -пиков GaN различными функциями Origin Pro

Функция	Число варьируемых параметров функции*	Adjusted R ²		
		Отражение (0002)	Отражение (0004)	Отражение (0006)
f_L	3	0.99114	0.99198	0.98847
f_G	3	0.99346	0.99282	0.99538
f_V	4	0.99964	0.99957	0.99951
f_{pV2}	5	0.99971	0.99968	0.99960
f_{pVII}	4	0.99993	0.99994	0.99984
$f_{invpoly}$	5**	0.99994	0.99993	0.99988

Примечание. * Число на единицу меньше общего числа параметров функции, так как параметр нулевого уровня y_0 был зафиксирован на уровне шумов (0.2 усл. ед.) и не варьировался. Параметры функций приведены в Приложении.

** Параметр A_3 оказался равен нулю во всех случаях, поэтому не рассматривается как варьируемый параметр.

углах 2θ пик расщепляется из-за неполной фильтрации излучения $Cu K_{\alpha 2}$. Поэтому мы проверяли возможности аппроксимации на ω -КДО от GaN с единственным пиком. Точность аппроксимации оценивалась с помощью скорректированного коэффициента детерминации (adjusted R²), который применяется для сравнения моделей с разным числом параметров. Из табл. 1 и рис. 1 видно, что функция и псевдо-функция Фойгта вовсе не являются наилучшими аппроксимирующими функциями, как это обычно считается [4]. Наилучшая аппроксимация достигнута функциями Пирсона 7 и инверсным полиномом. Расчеты показали, что в инверсном полиноме только вторая и четвертая степени аргумента обеспечивают аппроксимацию, так как коэффициент A_3 при аргументе в шестой степени оказался везде равен нулю. Принимая во внимание, что чем больше в функции варьируемых параметров, тем точнее можно приблизить график этой функции к заданной кривой, можно сделать следующий вывод: наиболее удобной для аппроксимации является функция Пирсона 7. Сравнение аппроксимации $\theta/2\theta$ -пиков несколькими функциями также показало преимущества функции Пирсона 7.

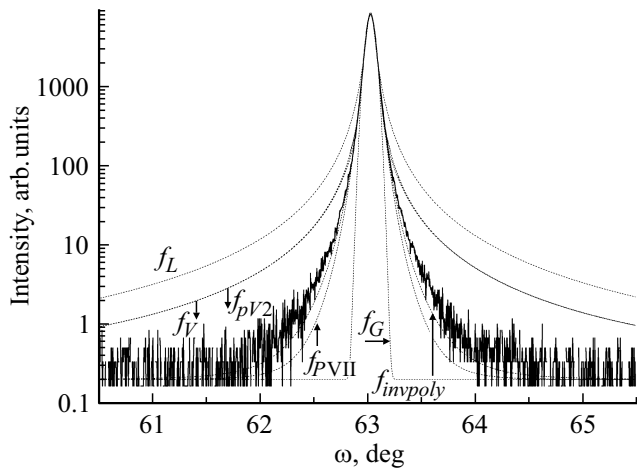


Рис. 1. Результаты аппроксимации ω -пика GaN различными функциями из табл. 1.

Такие характеристики кристаллической структуры эпитаксиального слоя, как средний размер областей когерентного рассеяния рентгеновского излучения D (соответствует размеру зерен поликристалла либо размеру доменов в текстурированном монокристалле) и средняя упругая деформация кристаллической решетки ϵ , могут быть оценены по методу Вильямсона–Холла [5]. Суть метода заключается в следующем: выбирается один и тот же пик на $\theta/2\theta$ -КДО в нескольких порядках отражения и измеряется интегральная ширина пика β , равная отношению площади под пиком к его максимальной высоте. Если форма экспериментального пика описывается функцией Лоренца, строится зависимость $\beta \cos \theta$ от $4 \sin \theta$; если же форма пика описывается функцией Гаусса, то строится зависимость $\beta^2 \cos^2 \theta$ от $(4 \sin \theta)^2$. График должен иметь вид прямой, так как в случае уширения пика по закону Лоренца он соответствует зависимости

$$\beta \cos \theta = \lambda/D + 4\epsilon \sin \theta, \tag{1}$$

в случае уширения пика по закону Гаусса — зависимости

$$\beta^2 \cos^2 \theta = (\lambda/D)^2 + (4\epsilon \sin \theta)^2. \tag{2}$$

Для корректного применения метода Вильямсона–Холла необходимо разделить уширение пика из-за особенностей кристаллической структуры и из-за дифракции при прохождении первичного луча через щели дифрактометра (инструментальное уширение). При построении графика Вильямсона–Холла необходимо использовать интегральную ширину пика, обусловленную только особенностями кристаллической структуры эпитаксиального слоя (β). Инструментальная интегральная ширина пика (b) была определена с помощью измерения КДО от совершенного монокристаллического материала: сапфировой подложки и эталонного кристалла Si. В случае лоренцевой формы пика его полная интегральная ширина B определяется как $B = \beta + b$, а в случае гауссовой формы — как $B^2 = \beta^2 + b^2$ [6]. В табл. 2 значения β вычислены для этих двух ситуаций.

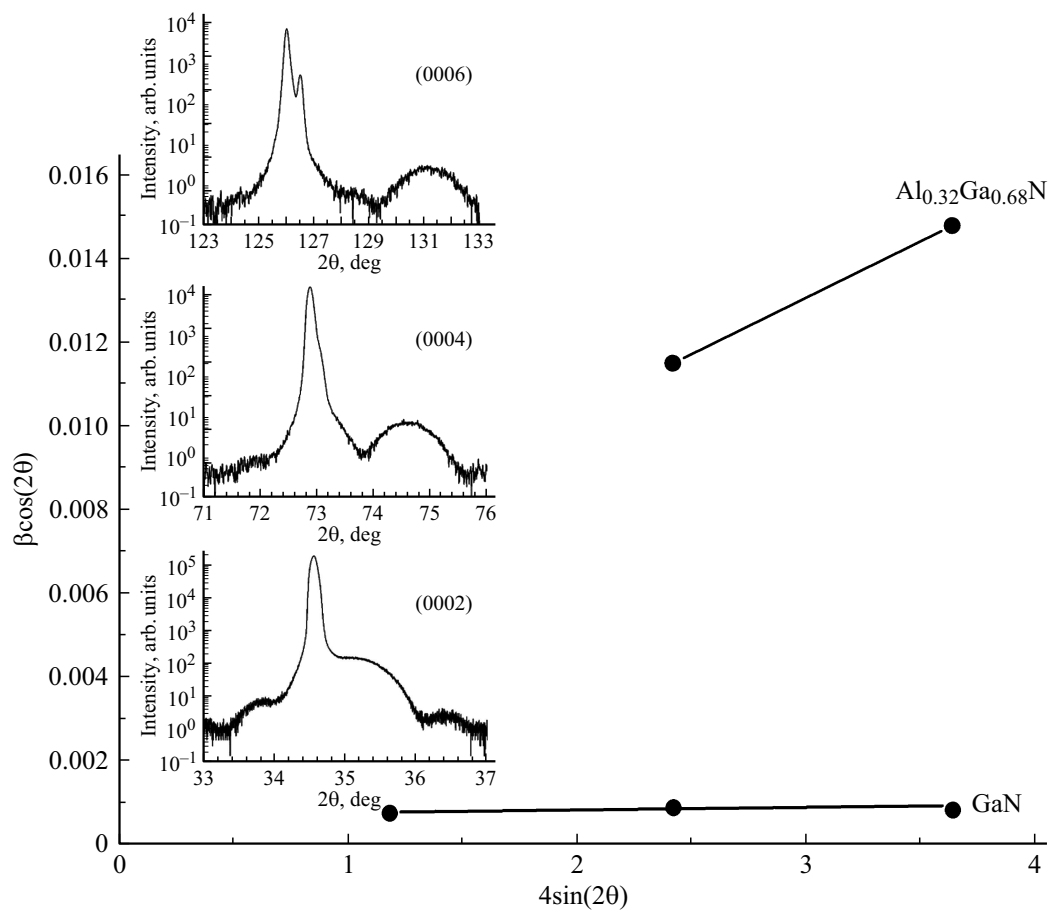


Рис. 2. Графики Вильямсона–Холла для слоев GaN и $\text{Al}_{0.32}\text{Ga}_{0.68}\text{N}$. На вставках — КДО гетероструктуры GaN/ $\text{Al}_{0.32}\text{Ga}_{0.68}\text{N}$ в режиме $\theta/2\theta$ -сканирования.

Пики на $\theta/2\theta$ -КДО от слоев GaN и $\text{Al}_{0.32}\text{Ga}_{0.68}\text{N}$ в трех порядках отражения представлены на вставках к рис. 2. Угловые положения пиков указывают на гексагональную модификацию кристаллической структуры слоев. При отражении (0002) эти два пика сильно перекрываются, но из-за очень большого различия в интенсивностях этих двух пиков метод аппроксимации экспериментальной КДО совокупностью двух пиков не удается применить, поэтому интегральную ширину пика от $\text{Al}_{0.32}\text{Ga}_{0.68}\text{N}$ в данном случае не удастся определить

точно. При отражениях (0004) и (0006) пики от слоев GaN и $\text{Al}_{0.32}\text{Ga}_{0.68}\text{N}$ разделяются и могут быть проанализированы по отдельности. К тому же излучение рентгеновской трубки содержит кроме основного излучения $\text{CuK}_{\alpha 1}$ с длиной волны 1.54056 Å также небольшую долю излучения $\text{CuK}_{\alpha 2}$ с длиной волны 1.54439 Å, которую не удалось исключить применяемой оптикой, выбранной таким образом, чтобы сохранить высокую интерсивность дифракции. По этой причине пик от каждого слоя на $\theta/2\theta$ -КДО расщепляется, причем тем сильнее, чем

Таблица 2. Результаты анализа пиков на КДО

Слой	Параметр пика		Отражение (0002)	Отражение (0004)	Отражение (0006)
GaN	2θ, град		34.558	72.880	126.020
	β, град	θ/2θ-КДО	0.049–0.089*	0.066–0.099*	0.119–0.161*
		ω-КДО	0.095–0.109*	0.088–0.102*	0.092–0.106*
$\text{Al}_{0.32}\text{Ga}_{0.68}\text{N}$	2θ, град		–	74.61	131.13
	β, град	θ/2θ-КДО	–	0.828–0.869*	2.048–2.097*

*Примечание**. Первое значение получено в предположении о лоренцевой форме пика, второе — в предположении о гауссовой форме.

Таблица 3. Параметры псевдо-функции Фойгта 2, аппроксимирующей ω -пик GaN

Отражение	w_L	w_G	η
(0002)	0.0788	0.0985	0.52
(0004)	0.0718	0.0918	0.55
(0006)	0.0756	0.0971	0.44

больше угол 2θ . Пик от слоя GaN расщепляется во втором и третьем порядках отражения, поэтому он был аппроксимирован суммой двух инверсных полиномов и анализировалась главная составляющая пика. Пик от слоя Al_{0.32}Ga_{0.68}N слишком уширен, чтобы его расщепление можно было достоверно заметить, поэтому он анализировался как единый пик. Результаты анализа пиков представлены в табл. 2.

В предположении о лоренцевой форме пиков на КДО зависимости Вильямсона–Холла позволяют определить нижнюю границу значения ϵ и верхнюю границу значения D , а в предположении о гауссовой форме пиков на КДО — нижнюю границу значения D и верхнюю границу значения ϵ , как показано в [7]. С помощью построенной по уравнению (1) зависимости Вильямсона–Холла для слоя GaN получены значения $\epsilon = 0.00006$ и $D = 200$ нм. Зависимость Вильямсона–Холла для этого слоя, построенная по уравнению (2), имеет отрицательный наклон. Это означает, что форма пика явно не гауссова, а также что упругая деформация слоя GaN очень мала и сравнима с погрешностью метода. С помощью графиков Вильямсона–Холла для слоя Al_{0.32}Ga_{0.68}N получены значения $0.0027 < \epsilon < 0.0037$ и $17 < D < 31$ нм, здесь D — средний вертикальный размер областей когерентного рассеяния рентгеновского излучения [8]. Аппроксимация одиночного пика на ω -КДО псевдо-функцией Фойгта 2 показала, что вклады лоренциана и гауссиана примерно одинаковы, как видно из табл. 3. Пользуясь этим наблюдением, мы выберем в качестве оценки величин D и ϵ среднее между граничными значениями, полученными из уравнений (1) и (2): $\epsilon = (0.0032 \pm 0.0005)$; $D = (24 \pm 7)$ нм. Полученное значение D обусловлено, скорее всего, малой толщиной слоя Al_{0.32}Ga_{0.68}N, которая номинально составляет 11 нм.

Из табл. 2 видно, что интегральная ширина пиков на ω -КДО практически не зависит от угла 2θ . В работе [9] нами было показано, что полуширины ω -пиков от толстого и тонкого эпитаксиальных слоев примерно одинаковы, в то время как полуширина $\theta/2\theta$ -пика от тонкого эпитаксиального слоя оказалась гораздо больше, чем от толстого. Таким образом, мы можем сделать вывод, что ω -пик не уширяется при уменьшении области когерентного рассеяния и, следовательно, не может применяться для построения зависимостей Вильямсона–Холла. В то же время уширение ω -пика указывает на мозаичность эпитаксиальной пленки, которая может быть связана с

наличием дислокаций. С этой точки зрения представляется странным, что авторы работы [10] использовали полуширину ω -пика для определения размеров кристаллитов пленки GaN.

Таким образом, в работе показано, что аппроксимация пиков на кривых рентгеновского дифракционного отражения в режимах $\theta/2\theta$ - и ω -сканирования точнее всего может быть выполнена инверсным полиномом четвертой степени

$$y = \frac{A}{1 + A_1 [2(x - x_c/w)]^2 + A_2 [2(x - x_c)/w]^4}$$

либо функцией плотности вероятности при распределении Стьюдента (так называемое распределение Пирсона). Эти функции хорошо описывают не только основную, наиболее интенсивную часть экспериментального пика, но также и его малоинтенсивное расширенное основание, обусловленное диффузным рассеянием. Выбор наилучшей аппроксимирующей функции важен в том случае, если нужно разделить и охарактеризовать сильно перекрывающиеся пики с сильно различающейся интенсивностью.

С помощью метода Вильямсона–Холла определены характеристики кристаллической структуры слоев GaN ($\epsilon \approx 0.00006$, $D \approx 200$ нм) и Al_{0.32}Ga_{0.68}N ($\epsilon = 0.0032 \pm 0.0005$, $D = 24 \pm 7$ нм), где D — средний вертикальный размер области когерентного рассеяния. Данное значение D , полученное для слоя Al_{0.32}Ga_{0.68}N, обусловлено, скорее всего, толщиной слоя Al_{0.32}Ga_{0.68}N, которая номинально составляет 11 нм.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки РФ (соглашение о предоставлении субсидии № 14.607.21.0124, уникальный идентификатор проекта RFMEFI60715X0124).

Приложение

Математические выражения для функций, использованных при аппроксимации экспериментальных пиков

Функция Гаусса:

$$y = y_0 + \frac{A}{w\sqrt{\pi/2}} e^{-2(x-x_c)^2/w^2}.$$

Функция Лоренца:

$$y = y_0 + \frac{2A}{\pi} \frac{w}{4(x - x_c)^2 + w^2}.$$

Функция Фойгта:

$$y = y_0 + A \frac{2 \ln 2}{\pi^{3/2}} \frac{w_L}{w_G^2} \times \int_{-\infty}^{\infty} \frac{e^{-t^2}}{(\sqrt{\ln 2} w_L/w_G)^2 + (\sqrt{4 \ln 2} (x - x_c)/w_G - t)^2} dt.$$

Псевдо-функция Фойгта 2:

$$y = y_0 + A \left[\eta \frac{2}{\pi} \frac{w_L}{4(x - x_c)^2 + w_L^2} + (1 - \eta) \frac{\sqrt{4 \ln 2}}{\sqrt{\pi} w_G} e^{-(4 \ln 2 / w_G^2)(x - x_c)^2} \right].$$

Функция Пирсона 7:

$$y = y_0 + A \frac{2\Gamma(m)\sqrt{2^{1/m} - 1}}{\sqrt{\pi}\Gamma(m - 1/2)w} \left[1 + 4 \frac{2^{1/m} - 1}{w^2} (x - x_c)^2 \right]^{-m}.$$

Инверсный полином:

$$y = y_0 + A / \left[1 + A_1 \left(2 \frac{x - x_c}{w} \right)^2 + A_2 \left(2 \frac{x - x_c}{w} \right)^4 + A_3 \left(2 \frac{x - x_c}{w} \right)^6 \right].$$

Список литературы

- [1] К.Н. Томош, А.Ю. Павлов, В.Ю. Павлов, Р.А. Хабибуллин, С.С. Арутюнян, П.П. Мальцев. ФТП, **50** (10), 1434 (2016).
- [2] Д.Н. Слаповский, А.Ю. Павлов, В.Ю. Павлов, А.В. Клековкин. ФТП, **51** (4), 461 (2017).
- [3] В.В. Груздов, Ю.В. Колковский, Ю.А. Концевой. *Контроль новых технологий в твердотельной СВЧ электронике* (М., Техносфера, 2016) ISBN 978-5-94836-426-1.
- [4] Р.Н. Кютт, А.А. Дышеков. Письма ЖТФ, **37** (7), 31 (2011).
- [5] G.K. Williamson, W.H. Hall. Acta Metall., **1**, 22 (1953).
- [6] В.И. Иверонова. *Теория рассеяния рентгеновских лучей* (М., Изд-во Московского ун-та, 1978).
- [7] Ю.В. Пономарчук. Автореф. канд. дис. физ.-мат. наук (Кемерово, Кемеровский гос. ун-т, 2015).
- [8] R. Chierchia, T. Böttcher, H. Heinke, S. Einfeldt, S. Figge, D. Hommel. J. Appl. Phys., **93**, 8918 (2003).
- [9] И.С. Васильевский, С.С. Пушкарев, М.М. Грехов, А.Н. Виниченко, Д.В. Лаврухин, О.С. Коленцова. ФТП, **50** (4), 567 (2016).
- [10] Zhenyang Zhong, O. Ambacher, A. Link, V. Holy, J. Stangl, R.T. Lechner, T. Roch, G. Bauer. Appl. Phys. Lett., **80**, 3521 (2002).

Редактор Л.В. Шаронова

X-ray diffraction analysis of GaN/Al_{0.32}Ga_{0.68}N HEMT-nanoheterostructures by Williamson–Hall method

S.S. Pushkarev¹, M.M. Grekhov², N.V. Zenchenko¹

¹ Institute of Ultra High Frequency Semiconductor Electronics, Russian Academy of Sciences, 117105 Moscow, Russia

² National Research Nuclear University „MEPhI“, 115409 Moscow, Russia

Abstract The fitting of $\theta/2\theta$ - and ω -peaks of X-ray diffraction curves is shown to be the most accurate in the case of using even inverse polynomial of degree 4 or Pearson type VII distribution density. These functions well describe both the most intensive central part and low intensive bottom part of the peak caused by X-ray diffuse scattering. The mean microdeformation ε and the mean vertical coherence length D were determined by Williamson–Hall method for the GaN layers ($\varepsilon \approx 0.00006$, $D \approx 200$ nm) and the Al_{0.32}Ga_{0.68}N layer ($\varepsilon = 0.0032 \pm 0.0005$, $D = 24 \pm 7$ nm). The value D obtained for the Al_{0.32}Ga_{0.68}N layer is likely to result from nominal 11 nm thickness of this layer.