

BADANIE PROFILU SKŁADU CHEMICZNEGO I LATERALNEJ JEDNORODNOŚCI STUDNI KWANTOWYCH ZWIĄZKÓW PÓŁPRZEWODNIKOWYCH A^{III}B^V

Jarosław Gaca¹, Marek Wójcik¹, Andrzej Turoś¹, Włodzimierz Strupiński¹, Agata Jasik¹, Jadwiga Zynek¹, Kamil Kosiel², Frank Eichhron³, Friedrich Prokert³

Związki półprzewodnikowe A^{III}B^V znajdują szerokie zastosowanie w nowoczesnych technologiach. Światłowodowa łączność optyczna, odtwarzacze CD, skanery, aparatura medyczna, to tylko niektóre przykłady ich wykorzystania w praktyce.

Obszar aktywny lasera, diody rezonansowej lub detektora składa się z warstw In_xGa_(1-x)As wykonywanych techniką MOCVD. Podstawową trudność stanowi uzyskanie warstwy aktywnej, o dużej jednorodności składu chemicznego i odpowiedniej grubości oraz ostrych interfejsach. Podstawowym warunkiem jest dobranie składu chemicznego warstwy In_xGa_(1-x)As w taki sposób, aby wykazywała emisję w pożądanym zakresie długości fali. Aby tego dokonać niezbędna jest kontrola profilu składu chemicznego kryształów wielowarstwowych. Technikami badawczymi zapewniającymi nieniszczące i szybkie badanie struktury wytwarzanych układów epitaksjalnych są: wysokorozdzielcza dyfraktometria rentgenowska (HRXRD) oraz metoda ruthefordowskiego rozpraszania jonów (RBS). Wykorzystanie komplementarności tych metod pozwala wyznaczać i weryfikować podstawowe, objętościowe parametry strukturalne, a zastosowanie reflektometrii rentgenowskiej (XRR) i mikroskopii sił atomowych (AFM) umożliwiają charakteryzację powierzchni swobodnej oraz interfejsów.

Wykorzystując wymienione wyżej techniki badawcze opracowano i zastosowano metodę wyznaczania profilu składu chemicznego i odległości międzypłaszczyznowych heterostruktur związków półprzewodnikowych A^{III}B^V ze szczególnym uwzględnieniem bardzo cienkich silnie naprężonych studni kwantowych In_xGa_(1-x)As. Wyznaczono optymalne wartości parametrów wzrostu epitaksjalnego, co umożliwiło wytworzenie zaprojektowanych heterostruktur.

¹ Instytut Technologii Materiałów Elektronicznych, ul. Wólczyńska 133, 01-919 Warszawa, e-mail: stepie_r@itme.edu.pl

² Instytut Technologii Elektronowej, Aleja Lotników 32/44, 02 668 Warszawa

³ Institute of Ion Beam Physics and Materials Research, Forschungszentrum Rossendorf, P.O. Box 51 01 19, 01314 Dresden, Germany

1. TEORETYCZNE PODSTAWY WYZNACZANIA SKŁADU CHEMICZNEGO KRYSZTAŁÓW ZWIĄZKÓW PÓLPRZEWODNIKOWYCH TYPU $A^{III}B^V$

Rentgenowska metoda określania profilu składu chemicznego i odległości międzypłaszczyznowych polega na porównywaniu eksperymentalnego rentgenowskiego profilu dyfrakcyjnego z profilem obliczonym teoretycznie. Procedury obliczania profilu teoretycznego oparte są na równaniach elektrodynamiki i opisują propagację pól falowych w kryształach. Teoria, która pozwala wyprowadzić te równania jest znana jako dynamiczna teoria dyfrakcji promieniowania rentgenowskiego. Została ona rozwinięta niezależnie przez Lauego i Darwina. W podejściu Lauego równania Maxwella dla ośrodka ciągłego przekształca się do postaci równań Takagi – Taupina [23-24] uwzględniając w ten sposób okresowość struktury krystalicznej. W podejściu Darwina zakłada się, że kryształ jest zbiorem płaszczyzn atomowych, o zadanym składzie chemicznym i dobrze zdefiniowanych odległościach między nimi. Dla każdej płaszczyzny atomowej, w oparciu o teorię Fresnela oblicza się współczynniki odbicia i transmisji, a następnie pola falowe. Dla zbioru płaszczyzn atomowych tworzących kryształ, rozwiązuje się układ równań różniczkowych uwzględniając wielokrotne odbicie promieni rentgenowskich od płaszczyzn rozpraszających. Odbicia te powodują stopniowe osłabianie wiązki wnikałej w głąb kryształu, aż do całkowitego jej zaniku. Zjawisko to nosi nazwę ekstynkcji. Dla kryształów o grubościach dużo poniżej długości ekstynkcji można je zaniedbać. Otrzymuje się wówczas uproszczoną, kinematyczną wersję teorii dyfrakcji promieniowania rentgenowskiego. Do obliczeń jednowymiarowego profilu dyfrakcyjnego zastosowano algorytm oparty o założenia dynamicznej teorii dyfrakcji promieniowania rentgenowskiego w ujęciu darwinowskim.

1.1. Darwinowska teoria rozpraszania promieni rentgenowskich dla półnieskończonego kryształu

Przyjmuje się, że kryształ składa się z równoległych płaszczyzn atomowych o doskonałym lateralnym uporządkowaniu. Każda płaszczyzna jest utworzona przez regularną sieć centrów rozpraszających. Darwin pokazał [1], że sumowanie sferycznych fal elektromagnetycznych generowanych przez wszystkie centra rozpraszające pod wpływem fali padającej daje w wyniku w punkcie odległym od kryształu falę odbitą o amplitudzie opisanej wyrażeniem:

$$R = -\frac{ir_e\lambda MF(2\theta)}{\sin(\theta)} \equiv -iq \quad 1.1$$

gdzie $r_e = e^2/mc^2$ jest klasycznym promieniem elektronu, λ - długością fali promieniowania rentgenowskiego, $F(2\theta)$ czynnikiem struktury, θ - kątem padania.

Powyższe wyrażenie jest słuszne gdy płaszczyzny atomowe posiadają rozciągłość przekraczającą rozmiar pierwszej strefy Fresnela:

$$L = \frac{2}{\sin(\theta)} \sqrt{\frac{\lambda r}{2}} \quad 1.2$$

gdzie r oznacza odległość pomiędzy kryształem i detektorem.

Zakłada się również, że fala elektromagnetyczna emitowana przez ustalone centrum rozpraszania nie zaburza pozostałych centrów tej samej płaszczyzny. To założenie pozwala na obliczenie amplitudy fali płaskiej rozproszonej w kierunku fali padającej:

$$P_{\theta} = \frac{i r_e \lambda M F(\theta)}{\sin(\theta)} = -i q_0 \quad 1.3$$

Z każdą płaszczyzną odbijającą związane są trzy fale: padająca, odbita i przechodząca. Fala przechodząca jest sumą fali rozproszonej w kierunku padania i fali padającej. Dla kolejnych płaszczyzn odbijających fala przechodząca przez n -tą płaszczyznę staje się falą padającą na płaszczyznę o numerze $(n+1)$. To umożliwi opisanie zjawisk dyfrakcyjnych przy użyciu tylko dwóch pól falowych związanych z falą padającą i odbitą.

Darwin wskazał, że amplitudy fal, dla pary kolejnych płaszczyzn, związane są ze sobą w następujący sposób:

$$S_r = -i q_r T_r + (1 - i q_{0r}) e^{i\varphi_r} S_{r+1} \quad 1.4a$$

$$T_{r+1} = (1 - i q_{0r}) e^{i\varphi_r} T_r - i q_r e^{i2\varphi_r} S_{r+1} \quad 1.4b$$

gdzie T_r i S_r oznaczają amplitudy fali padającej i odbitej od płaszczyzny o indeksie r , faza $\varphi_r = 2\pi d \sin(\theta) / \lambda$, a d jest odległością pomiędzy rozpatrywanymi płaszczyznami atomowymi.

Dla wygody wyrażenia 1.4 a i b przedstawia się w postaci:

$$S_r = \alpha_r T_r + \beta_r S_{r+1} \quad 1.5a$$

$$T_{r+1} = T_r + \delta_r S_{r+1} \quad 1.5b$$

W kryształach półnieskończonym wszystkie płaszczyzny są identyczne, a zmiana amplitudy po przejściu fali padającej przez każdą z nich jest taka sama, i nie zależy od jej indeksu. Oznacza to, że: $T_{r+1} = x T_r$

Wykorzystanie powyższego wyrażenia w równaniach 1.5 prowadzi do:

$$\frac{S_0}{T_0} \equiv R_0 = \frac{\alpha}{1 - \beta x} \quad 1.6$$

Ze względu na identyczność płaszczyzn atomowych występujących w równaniu 1.6 wielkości α oraz β są bez indeksów. S_0 i T_0 odnoszą się do górnej płaszczyzny kryształu i dlatego ich stosunek jest równy jego całkowitej zdolności odbijającej. Stała zespolona x jest rozwiązaniem równania kwadratowego:

$$\beta x^2 + (\alpha \delta - \beta \gamma - I)x + \gamma + 0 \quad 1.7$$

Równania 1.6 i 1.7 mogą być rozwiązywane numerycznie i w rezultacie otrzymuje się zdolność odbijającą kryształu. Należy przy tym zawsze wybierać ten pierwiastek równania 1.7 który zmniejsza natężenie fali wraz ze wzrostem głębokości wnikania.

1.2. Podstawy darwinowskiej teorii rozpraszania promieni rentgenowskich dla heterostruktury

Rozpatruje się sytuację, w której na kryształ podłożowym osadzona jest płaszczyzna atomowa, o innym składzie chemicznym [2]. Ponieważ powierzchnię swobodną kryształu tworzy płaszczyzna o indeksie $r = 0$, to dodatkowej płaszczyźnie nadaje się indeks $r = -1$. Wykorzystując równania 1.3, 1.4 i 1.6 oraz wprowadzone oznaczenia otrzymujemy:

$$S_{-1} = \alpha_{-1} T_{-1} + \beta_{-1} R_0 T_0 \quad 1.8a$$

$$T_0 = \gamma_{-1} T_{-1} + \delta_{-1} R_0 T_0 \quad 1.8b$$

Po uproszczeniu równania 1.8 a i b przyjmują postać:

$$\frac{S_{-1}}{T_{-1}} \equiv R_{-1} = \alpha_{-1} + \frac{\beta_{-1} \gamma_{-1} R_0}{1 - \delta_{-1} R_0} \quad 1.9$$

R_{-1} jest zdolnością odbijającą układu składającego się z doskonałego pół-nieskończonego podłoża i warstwy utworzonej z pojedynczej płaszczyzny atomowej, q_{-1} i $q_{0,-1}$ zależą tylko od składu chemicznego warstwy, a φ_{-1} zawiera informację o odległości pomiędzy podłożem i warstwą.

Powtarzając to postępowanie dla kolejnych płaszczyzn atomowych warstwy można stwierdzić, że równanie 1.9 daje się uogólnić do postaci:

$$R_r = \alpha_r + \frac{\beta_r^2 R_{r-1}}{1 - \delta_r R_{r-1}} \quad 1.10$$

Płaszczyzna z indeksem $r+1$ znajduje się poniżej płaszczyzny o indeksie r . W powyższy sposób otrzymuje się algorytm obliczania zdolności odbijającej dowolnej heterostruktury, którą można opisać jako zbiór dyskretnych płaszczyzn atomowych. Procedura jest następująca:

1. Obliczyć zdolność odbijającą podłoża R_0 stosując standardową teorię Darwina.
2. Obliczyć R_{-1} z równania 1.10 używając jako danych wejściowych wielkości q_{-1} , $q_{0,-1}$, a także φ_{-1} odnoszących się do składu chemicznego i położenia płaszczyzny atomowej warstwy położonej bezpośrednio nad podłożem.
3. Powtarzać tę procedurę dla kolejnych płaszczyzn atomowych warstwy, obliczając $R_{-2}, R_{-3}, \dots, R_{-N}$, gdzie N jest liczbą wszystkich płaszczyzn atomowych.

Należy podkreślić, że powyższy algorytm może być stosowany do obliczania zdolności odbijającej warstwy bez podłoża przy przyjęciu założenia, że: $R_0 = 0$. Nie ma żadnych ograniczeń na wielkość gradientu składu chemicznego w kierunku prostopadłym do powierzchni kryształu.

2. UKŁADY POMIAROWE

Pomiary rentgenowskich profili dyfrakcyjnych wykonano przy zastosowaniu wysokorozdzielczego trójkryształicznego dyfraktometru rentgenowskiego, który znajduje się w Pracowni Rentgenografii Zakładu Badań Mikrostrukturalnych ITME, a także na stanowisku pomiarowym BM 20 – ROBL w ośrodku Europejskiego Synchrotronowego Centrum Badawczego – ESRF.

2.1. Wysokorozdzielczy dyfraktometr rentgenowski

Wysokorozdzielczy trójkryształiczny dyfraktometr rentgenowski posiada ognisko liniowe o rozmiarach 0,1 mm na 10 mm. Geometria ogniska zapewnia oświetlenie wiązką promieniowania rentgenowskiego odpowiednio dużej powierzchni próbki i dobre przybliżenie fali płaskiej.



Rys. 2.1. Ogólny widok goniometru rentgenowskiego.

Fig. 2.1. The general view of the goniometer.

Duże oświetlenie powierzchni jest niezbędne dla otrzymania dostatecznie dużych natężeń wiązki ugiętej, co ma decydujące znaczenie w przypadku badania warstw bardzo cienkich, a przybliżenie fali płaskiej powinno być spełnione jeżeli do interpretacji wyników wykorzystuje się dynamiczną teorię dyfrakcji promieniowania rentgenowskiego.

Na drodze wiązki pierwotnej zastosowano płaski germanowy monochromator, którego zastosowanie usunęło składową spektralną $\text{CuK}\alpha_2$ oraz ograniczyło poszerzenia krzywej odbicia [3].

Funkcja opisująca krzywą odbicia jest splotem funkcji rozkładu kąтового promieniowania odbitego od monochromatora $I_1(\alpha)$ i funkcji rozkładu kąтового promieniowania odbitego przez badany kryształ $I_2(\alpha)$:

$$I(\theta) = \int_{-\infty}^{+\infty} I_1(x)I_2(\theta - x)dx \quad 2.1$$

Jeżeli obie funkcje rozkładu kąowego $I_1(\alpha)$ i $I_2(\alpha)$ można przybliżyć rozkładami Gaussa o szerokościach połówkowych ω_1 i ω_2 , to mierzona krzywa odbicia $I(\theta)$ ma szerokość połówkową ω równą:

$$\omega = \sqrt{\omega_1^2 + \omega_2^2} \quad 2.2$$

Dyspersja wiązki promieniowania rentgenowskiego, która po odbiciu od monochromatora i badanego kryształu trafia do licznika określona jest wyrażeniem:

$$\Delta\gamma = \frac{\Delta\lambda}{\lambda} |\text{tg}\theta_1 - \text{tg}\theta_2| \quad 2.3$$

gdzie $\Delta\lambda$ jest szerokością spektralną wiązki pierwotnej, θ_1 - braggowskim kątem odbicia od monochromatora, a θ_2 - braggowskim kątem odbicia od badanego kryształu.

Z powyższego wyrażenia wynika, że w celu zminimalizowania dyspersji $\Delta\gamma$ wywołanej skończoną szerokością spektralną długości fali promieniowania rentgenowskiego należy tak dobierać kryształ monochromatyzujący aby wyrażenie $(\text{tg}\theta_1 - \text{tg}\theta_2)$ osiągało możliwie najmniejszą wartość bezwzględną. Należy ponadto układ płaszczyzn odbijających monochromatora dobrać w taki sposób, aby odległości pomiędzy nimi były możliwie najbardziej zbliżone do odległości międzypłaszczyznowych kryształu badanego w danym odbiciu.

W celu ograniczenia rozbieżności wiązki w płaszczyźnie prostopadłej do płaszczyzny dyfrakcji zastosowano dwie szczeliny Sollera: jedną umieszczoną bezpośrednio pomiędzy ogniskiem i monochromatorem, drugą przed licznikiem. Regulowaną szczelinę ograniczającą rozbieżność wiązki w płaszczyźnie dyfrakcji, umieszczono w odległości 130 mm za monochromatorem. Szerokość szczeliny 0,05 mm pozwala na

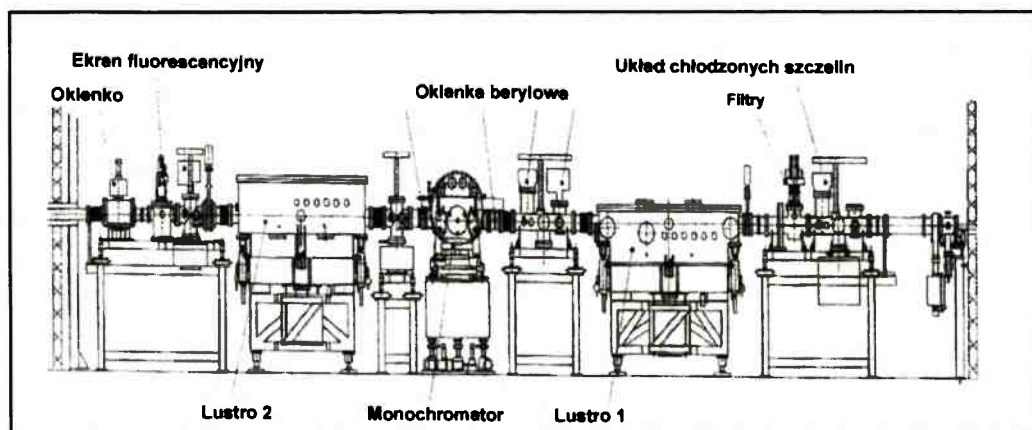
wyeliminowanie składowej spektralnej $\text{CuK}\alpha_2$ z wiązki pierwotnej. Odległość ognisko - monochromator wynosi 130 mm.

Goniometr został zaprojektowany i wykonany na bazie goniometru GUR-8 i wyposażony jest w dwa niezależne napędy dla obwodów ω i 2θ , sterowane numerycznie, przy wykorzystaniu silników krokowych. Najmniejszy krok skanowania dla obwodu ω wynosi 0.7 sekundy kątovej. Badanie sieci odwrotnej może być realizowane wszystkimi możliwymi sposobami skanowania [6].

Goniostat umożliwia obrót azymutalny próbki w zakresie kąta pełnego oraz pochylanie jej od -90° do $+90^\circ$. Możliwe jest także przesuwanie badanego kryształu w kierunku prostopadłym i równoległym do osi goniometru. Mocowanie próbek za pomocą trzech niewielkich magnesów powoduje, że nie wprowadza się dodatkowych naprężeń.

2.2. Stanowisko BM-20 do badań materiałowych w ESRF

W ramach współpracy naukowej pomiędzy ITME i Instytutem Badań Materiałowych i Fizyki Jonowej Centrum Badawczego Rossendorf w Dreźnie, część pomiarów zosta-



Rys. 2.2. Schemat linii do kształtowania geometrii wiązki promieniowania rentgenowskiego stosowanej na stanowisku badawczym BM 20.

Fig. 2.2. Technical drawing of all components of the beamline optics applied in the BM 20

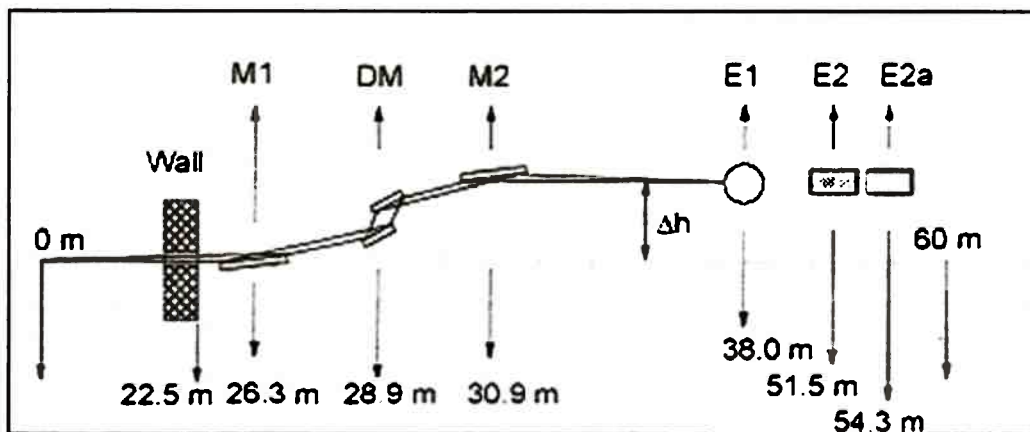
ła wykonana na stanowisku pomiarowym BM 20 – ROBL w ośrodku Europejskiego Synchrotronowego Centrum Badawczego – ESRF w Grenoble.

Stanowisko to zostało zaprojektowane do przeprowadzania doświadczeń zarówno w dziedzinie radiochemii, jak i badań materiałowych. Umożliwia ono stosowanie następujących technik eksperymentalnych: wysokorozdzielczej dyfraktometrii, reflektometrii i rentgenowskiej spektroskopii absorpcyjnej.

Wiązka promieniowania synchrotronowego posiada początkową rozbieżność w płaszczyźnie horyzontalnej równą 2,8 miliradianów. Schemat geometrii układu optycznego przedstawiony jest na Rys. 2.3. Elementy czynne optycznie są oznaczone

następująco: M1 – pierwsze zwierciadło, DM – monochromator dwukrystaliczny, M2 – drugie zwierciadło, E1 – eksperyment radiochemiczny, E2 – goniometr do badań materiałowych, E2a – trzeci eksperyment.

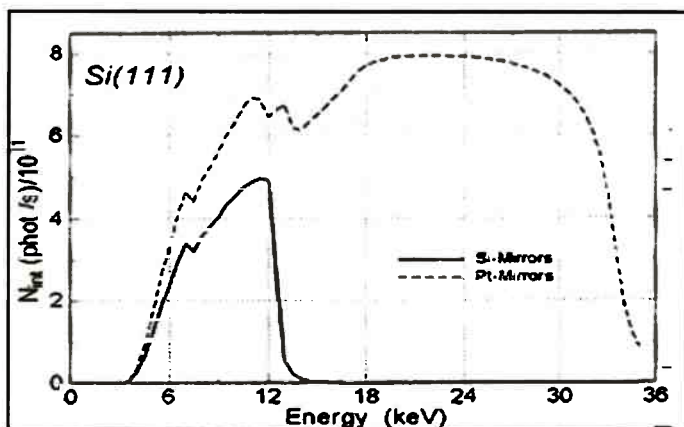
Najważniejszą cechą stosowanej geometrii układu optycznego jest wykorzystanie dwukrystalicznego dzielonego monochromatora z regulowanym kątem nachylenia, umieszczonego pomiędzy dwoma zwierciadłami. Stanowisko badawcze BM 20 zostało



Rys. 2.3. Schemat optyki rentgenowskiej stosowanej na stanowisku badawczym BM 20 .

Fig. 2.3. Scheme of the X-ray optics in BM 20.

zaprojektowane dla zakresu energii od 5 do 35 keV, przy czym dolna granica zakresu wynika z zastosowania okienka berylowego, a górną wybrano w taki sposób, aby przedział dostępnych energii zawierał co najmniej jedną krawędź absorpcji dla przeprowadzania eksperymentów w dziedzinie rentgenowskiej spektroskopii absorpcyjnej (X-ray absorption spectroscopy -XAS) dla pierwiastków od tytanu w górę układu okresowego.



Rys.2.4. Widma energii wiązki promieni rentgenowskich stosowanej w BM 20.

Fig.2.4. Flux of focused radiation with silicon and platinum mirrors.

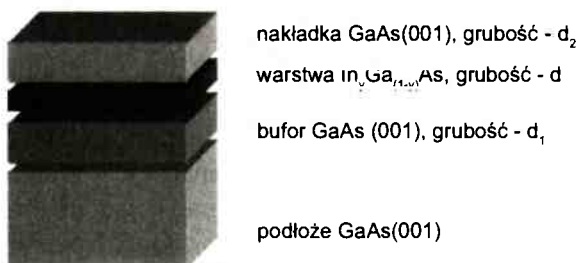
3. OPRACOWANIE METODYKI OKREŚLANIA STRUKTURY KRYSZTAŁÓW WIELOWARSTWOWYCH ZWIĄZKÓW $A^{III}B^V$ Z SILNIE NAPRĘŻONĄ CIENKĄ WARSTWĄ $In_yGa_{(1-y)}As$

Typowe heterostrukтуры przyrządowe zawierają albo płytką i szeroką albo głęboką i wąską studnię kwantową. Zwykle studnię tworzy silnie naprężona warstwa $In_yGa_{(1-y)}As$. Takie heterostrukтуры są, tak z punktu widzenia technologii, jak również metod analizy, układami bardzo złożonymi [7]. Dlatego też proces wytworzenia docelowej struktury został podzielony na etapy. Każdy kolejny etap polegał na wykonaniu krysztalów charakteryzujących się coraz wyższym stopniem złożoności struktur docelowych. W ramach kolejnych etapów wytworzono:

- bardzo cienką naprężoną warstwę $In_yGa_{(1-y)}As$ na podłożu GaAs,
- *strukturę laserującą* – z płytką i szeroką studnią kwantową z szerokimi barierami,
- *tunelową diodę rezonansową (RTD)* – z głęboką i wąską studnią kwantową z wąskimi barierami,
- wielokrotną studnię kwantową (MQW) z szerokimi barierami,
- strukturę przyrządową z naprężoną warstwą $In_yGa_{(1-y)}As$ umieszczoną pomiędzy barierami wykonanymi również z arsenku galu domieszkowanego indem, jednak dopasowanymi sieciowo do podłoża – fosforku indu – i zawierającej zwierciadło Bragga.

3.1. Opracowanie metodyki i określenie struktury zawierającej tylko bardzo cienką naprężoną warstwę $In_xGa_{(1-x)}As$

Wytworzono krysztaly zawierające cienkie naprężone warstwy $In_yGa_{(1-y)}As$. Krysztaly różniły się pomiędzy sobą czasem odkładania warstwy aktywnej. Rys. 3.1 przedstawia schemat struktury docelowej.



Rys.3.1. Schematyczny rysunek struktury docelowej: y - ułamek molowy indu w warstwie aktywnej.

Fig.3.1. Schematic diagram of targeted heterostructure: y - indium fraction.

Parametry wytworzonych krysztalów są następujące: na podłożu GaAs o orientacji (001) osadzono bufor GaAs o grubości 800 nm, następnie osadzono warstwę aktywną

$\text{In}_y\text{Ga}_{(1-y)}\text{As}$ o zawartości indu $y = 0.3$ i odpowiednio dobranych czasach osadzania (Tab. 1) Na warstwie aktywnej odkładano warstwę nakrywającą GaAs o grubości 100 nm.

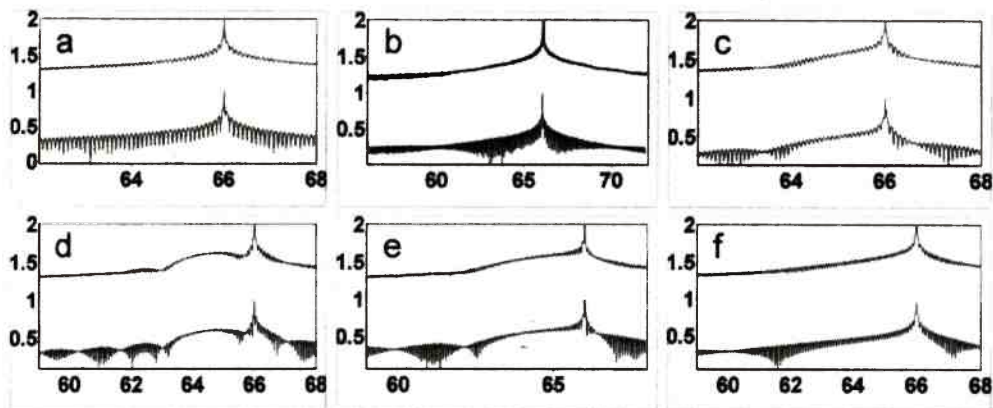
Tabela 1. Czasy osadzania warstwy aktywnej $\text{In}_y\text{Ga}_{(1-y)}\text{As}$ dla poszczególnych kryształów.
Table 1. Deposition time of $\text{In}_y\text{Ga}_{(1-y)}\text{As}$ active layers.

| | | | | | | | |
|------------------|------|------|------|------|------|------|------|
| Nr próbki | 3078 | 3080 | 3084 | 3086 | 3087 | 3088 | 3089 |
| Czas wzrostu [s] | 5 | 3 | 2 | 30 | 30 | 20 | 10 |

Dla charakteryzacji wytworzonych heterostruktur wykonano pomiary rentgenowskiego profilu dyfrakcyjnego. Polegały one na skanowaniu przestrzeni odwrotnej kryształu w kierunku równoległym do wektora [004] sieci odwrotnej kryształu podłożowego GaAs [8-9]. Pomiary te dotyczyły wszystkich wymienionych w Tab. 1 próbek i zostały przeprowadzone z zastosowaniem promieniowania synchrotronowego o długości fali 0,15396 nm. Profile dyfrakcyjne charakteryzują się występowaniem silnego refleksu pochodzącego od materiału GaAs w położeniu kątowym $2\theta = 66,002$ deg, oraz rozmytego piku dyfrakcyjnego położonego w niskokątowej części profilu. Położenie jego jest funkcją ułamka molowego indu w warstwie InGaAs, a szerokość (FWHM) zależy od ilości płaszczyzn atomowych tworzących tę warstwę. Cechą charakterystyczną zmierzonych profili dyfrakcyjnych jest występowanie w całym zakresie kątowym szybkich oscylacji, których okres jest związany z całkowitą grubością heterostruktury. W celu określenia profilu składu chemicznego każdej z badanych próbek wykonano symulację rentgenowskich profili dyfrakcyjnych używając do tego celu programu komputerowego opisanego w Rozdz. 1. Eksperymentalne i symulowane profile dyfrakcyjne dla których obserwuje się najlepszą zgodność prezentowane są na Rys. 3.2.

Dla przeprowadzenia pojedynczej symulacji profilu dyfrakcyjnego niezbędne jest przyjęcie modelu rozważanego kryształu, który powinien zawierać jednoznaczna informację o składzie chemicznym każdej płaszczyzny atomowej prostopadłej do kierunku wzrostu. Zwykle jako pierwszy przyjmuje się model odpowiadający strukturze nominalnej, a w celu dopasowywania profilu doświadczalnego i profilu obliczanego postępować należy w następujący sposób:

1. Ocenic różnice pomiędzy profilem otrzymanym doświadczalnie i profilem obliczonym teoretycznie na podstawie modelu struktury nominalnej. W programie tej oceny dokonuje się za pomocą procedury, która oblicza sumę kwadratów różnic natężeń dwóch punktów o tej samej współrzędnej kątowej, a wynik jest podawany w formie liczbowej. Można też prezentować go w postaci wykresu.
2. Zmieniać skład chemiczny warstwy $\text{In}_y\text{Ga}_{(1-y)}\text{As}$, aż do otrzymania maksymalnego zbliżenia środków ciężkości refleksu symulowanego pochodzącego od tej warstwy i refleksu eksperymentalnego.
3. Zmieniać liczbę płaszczyzn atomowych w warstwie $\text{In}_y\text{Ga}_{(1-y)}\text{As}$, aż do otrzymania właściwego kształtu refleksu. Parametrem decydującym jest zwykle szerokość półłukowa refleksu.



Rys 3.2. Eksperymentalne górne i dolne obliczone profile dyfrakcyjne: a - heterostruktura 3080 $t_{\text{InGaAs}} = 3\text{s}$, b - heterostruktura 3078 $t_{\text{InGaAs}} = 5\text{s}$, c- heterostruktura 3089 $t_{\text{InGaAs}} = 10\text{s}$, d-heterostruktura 3088 $t_{\text{InGaAs}} = 20\text{s}$, e-heterostruktura 3086 $t_{\text{InGaAs}} = 30\text{s}$, f-heterostruktura 3087 $t_{\text{InGaAs}} = 30\text{s}$. Oś odciętych - skala 2Θ , oś rzędnych logarytm z natężenia.

Fig.3.2. a-heterostructure 3080 $t_{\text{InGaAs}} = 3\text{s}$, b - heterostructure 3078 $t_{\text{InGaAs}} = 5\text{s}$, c- heterostructure 3089 $t_{\text{InGaAs}} = 10\text{s}$, d-heterostructure 3088 $t_{\text{InGaAs}} = 20\text{s}$, e-heterostructure 3086 $t_{\text{InGaAs}} = 30\text{s}$, f-heterostructure 3087 $t_{\text{InGaAs}} = 30\text{s}$. Upper curve – experimental profile, lower curve – calculated one.

4. Zmieniać grubość warstwy nakrywającej GaAs w celu osiągnięcia dobrego dopasowania szybkozmiennych oscylacji.
5. Zapamiętać wartości liczbowe parametrów strukturalnych i następnie, dokonując zmian ich wartości liczbowych, doprowadzić do najlepszego dopasowania.

W wyniku opisaną powyżej procedurę wyznaczany jest skład chemiczny każdej płaszczyzny atomowej typu (004) tworzącej badaną heterostrukturę, czyli profil składu chemicznego obiektu.

Tabela 2. Profile składu chemicznego badanych heterostruktur – grubości poszczególnych warstw wyrażone są w nm, y - oznacza ułamek molowy indu.

Table 2. Chemical composition profiles of investigated heterostructures – layer thicknesses in nanometers, y – indium fraction

| | 3078 | | 3080 | | 3084 | | 3086 | | 3087 | | 3088 | | 3089 | |
|----------|-------|-----|-------|-----|-------|-----|-------|------|-------|-----|-------|------|-------|------|
| | d_i | y | d_i | y | d_i | y | d_i | y | d_i | y | d_i | y | d_i | y |
| Nakładka | 109 | 0 | 89 | 0 | 111 | 0 | 111 | 0 | 112 | 0 | 109 | 0 | 112 | 0 |
| Warstwa | 1,98 | 0,1 | 1,98 | 0,1 | 0,99 | 0,1 | 14,1 | | 1,69 | 0,1 | 4,53 | 0,17 | 2,82 | 0,14 |
| | | | | | | | | 6,22 | 0,16 | | | | | |
| Bufor | | 0 | 1085 | 0 | | 0 | | 0 | 790 | 0 | 790 | 0 | 790 | 0 |

Weryfikację otrzymanych wyników dotyczących grubości i składu chemicznego warstwy aktywnej przeprowadzono przy zastosowaniu metod jonowych (Rutherford Backscattering Spectrometry - RBS) i reflektometrii rentgenowskiej (X-ray Reflectivity - XRR).

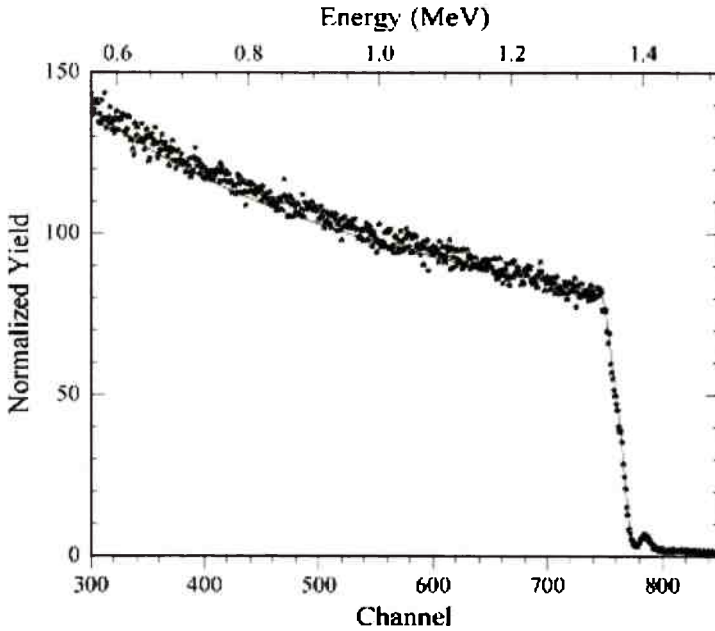
Metoda RBS wykorzystuje zjawiska zachodzące podczas oddziaływania wysokoenergetycznych lekkich jonów z materią [10]. Typowy układ pomiarowy składa się z akceleratora, najczęściej typu Van der Graaffa, przyspieszającego jony wodoru lub helu do energii 1 - 2 MeV oraz układu jonowodów doprowadzających wiązkę jonów do komory eksperymentalnej, w której znajdują się badana próbka i detektor cząstek. Padające jony ulegają elastycznemu rozproszeniu na atomach próbki i są rejestrowane pod kątem bliskim 170° . Analiza widm energetycznych rozproszonych cząstek pozwala na identyfikację składników próbki, ich zawartości oraz głębokości na jakiej się znajdują. Pomiaru takie są nieniszczące, a otrzymane wyniki mają charakter bezwzględny i nie zależą od własności chemicznych i fizycznych próbki. Metoda RBS jest typową techniką badania warstw powierzchniowych; głębokość analizy nie przekracza na ogół 1-2 μm .

Szczególnie ważne rozszerzenie metody RBS uzyskuje się dzięki wykorzystaniu zjawiska kanałowania jonów [11]. Zjawisko to występuje w kryształach wówczas gdy skolimowana wiązka jonów pada na kryształ w kierunku jednej z jego głównych osi krystalograficznych. Analiza widm energetycznych rozproszonych cząstek pozwala na ujawnianie struktur defektowych, pomiar ilości przemieszczonych atomów oraz głębokości, na jakiej się znajdują, a ponadto na identyfikację domieszek i lokalizację ich położenia sieciowych. Możliwa jest także diagnostyka stanu powierzchni kryształów.

Metoda RBS stanowi naturalne uzupełnienie technik dyfrakcyjnych ponieważ umożliwia bezpośrednio wyznaczanie składu chemicznego heterostruktur bez konieczności uciekania się do założeń modelowych. W ten sposób można korelować rozkłady głębokościowe naprężeń powstałych z rozkładami defektów strukturalnych, a także jednoznacznie rozróżniać defekty powstałe w wyniku obróbki powierzchni od defektów strukturalnych znajdujących się w głębi kryształu.

Kombinacja techniki RBS i HRXRD została z powodzeniem zastosowana przez autorów do analizy struktur defektowych warstw epitaksjalnych i monokryształów potrójnych związków półprzewodnikowych typu $A^{\text{III}}B^{\text{V}}$ [12-13]. Do analizy widm RBS zastosowany został program symulacyjny oparty na metodzie Monte Carlo, pozwalający na wszechstronną ich interpretację.

Przykładowe widmo uzyskane metodą RBS dla heterostruktury 3097 wraz z wynikami symulacji prezentowane na wykresie. Wybór próbek do badania metodą RBS był podyktowany zdolnością rozdzielczą tej metody, inaczej mówiąc wybrano te próbki, w których warstwa aktywna $\text{In}_y\text{Ga}_{(1-y)}\text{As}$ miała największą grubość.

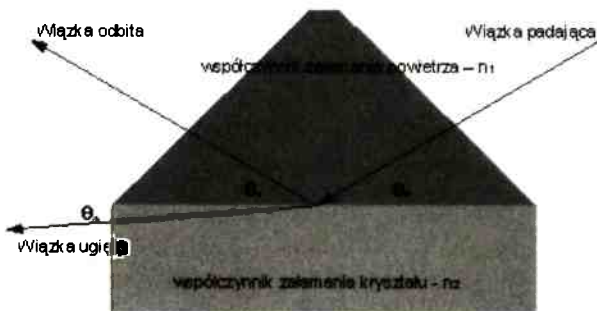


Rys.3.3. Widmo RBS z symulacją dla heterostruktury 3087.
 Fig.3.3. RBS spectrum, solid line – calculated.

Otrzymano następujące grubości warstw $\text{In}_y\text{Ga}_{(1-y)}\text{As}$: dla struktury 3087 - 8nm, dla struktury 3088 – 4,5 nm, dla struktury 3089 – 2,3 nm. Dokładność wyznaczenia grubości warstw silnie zależy od ich grubości i jest najmniejsza dla warstw najcieńszych.

Rentgenowska metoda reflektometryczna [15] jest dokładną i nieniszczącą metodą używaną do określania grubości warstwy (lub warstw), ich gęstości, a także szorstkości interfejsów.

Pomiar reflektometryczny polega na tym, że wiązka promieniowania rentgenowskiego pada na powierzchnię próbki pod bardzo małym kątem rzędu $0,2^\circ$. Dla kątów padania θ_i większych od kąta krytycznego θ_c , który zależy od gęstości ρ wiązka wnika do wnętrza próbki. W tych warunkach kąt ugięcia θ_r jest mniejszy od kąta padania:



Rys. 3.4. Zasada pomiaru reflektometrycznego.
 Fig. 3.4. The principle of x-ray reflectometry measurement.

$\theta_2 < \theta_1$. Dla większości ciał stałych współczynniki załamania są mniejsze od jedności: $n = 1 - \delta$, gdzie n jest współczynnikiem załamania, a δ oznacza wielkość dyspersji wiązki promieniowania rentgenowskiego. Zgodnie z prawem Snelliusa można napisać:

$$n_1 \cos \theta_1 = n_2 \cos \theta_2 \quad 3.1$$

stąd:

$$\cos \theta_2 = \frac{n_1}{n_2} \cos \theta_1 \quad 3.2$$

dla $n_1 \approx 1$, a także $n_2 < 1$ wynika, że:

$$\theta_2 < \theta_1 \quad 3.3$$

Poniżej wartości kąta krytycznego θ_c zachodzi całkowite zewnętrzne odbicie i wówczas:

$$\arccos(1 - \delta_2) \cong \sqrt{2\delta_2} \quad 3.4$$

oraz

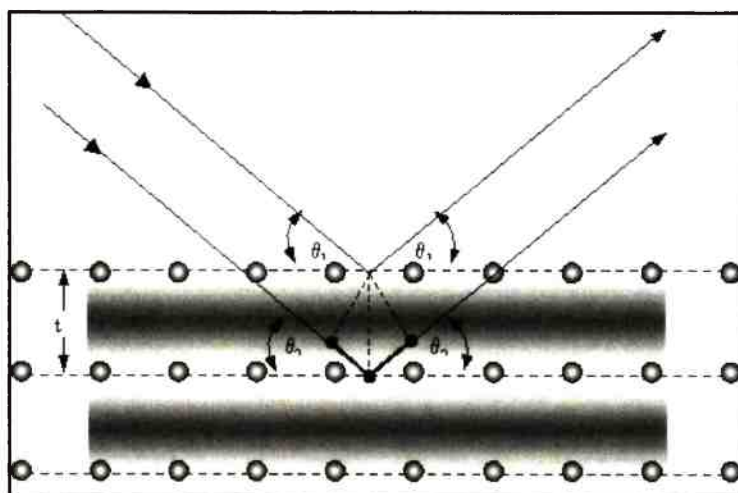
$$\theta_c = \sqrt{2\delta_2} \quad 3.5$$

Wykorzystując znajomość wielkości kąta krytycznego można przy zastosowaniu poniższego równania wyznaczyć gęstość próbki

$$\delta_2 = \frac{N_A r_0 \lambda^2}{2\pi} \sum_j \frac{\rho_j}{A_j} (Z_j + f_j^l) \quad 3.6$$

gdzie: N_A jest liczbą Avogadro, r_0 - klasycznym promieniem elektronu, λ - długością fali promieniowania rentgenowskiego, ρ_j - gęstością atomów pierwiastka o numerze j , A_j - masą atomową tego pierwiastka, Z_j - jego liczbą atomową, a f_j^l - poprawką uwzględniającą dyspersję.

Na krzywych reflektometrycznych kryształów wielowarstwowych składających się z cienkich warstw o różnych gęstościach i grubościach obserwuje się układ maksimów interferencyjnych. Wykorzystanie prawa Bragga do interpretacji położenia tych maksimów, prowadzące do określenia grubości poszczególnych warstw wyjaśnia Rys.3.5.

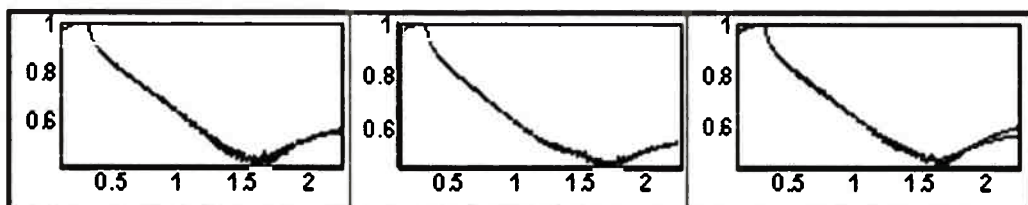


Rys. 3.5. Wykorzystanie techniki reflektometrycznej do określania grubości warstw.
Fig.3.5. Determination of the layer thickness by means of X-ray reflectometry.

Położenia kolejnych maksimów interferencyjnych spełniają prawo Bragga:

$$n\lambda = 2t \sin\theta_2 \cong 2t\sqrt{\theta_1^2 - 2\delta_2} \quad 3.7$$

Powyższe wyrażenie zostało zastosowane w programie WIN-REFSIM, wykorzystywanym do symulacji krzywych reflektometrycznych.



Rys. 3.6. Krzywe reflektometryczne otrzymane dla poszczególnych heterostruktur: a – 3087, b – 3088, c – 3089. Oś odciętych - skala Θ , oś rzędnych logarytm z natężenia.
Fig.3.6. Reflectometric profiles for heterostructures: a – 3087, b – 3088, c – 3089.

Analiza profilu krzywych reflektometrycznych pozwoliła na wyznaczenie grubości warstw nakrywających GaAs, które wynoszą: 112 nm dla próbki 3087, 109 nm dla próbki 3088 i 112 nm dla próbki 3089.

Pomiar grubości warstw naprzężonych nie został tą metodą przeprowadzony ponieważ jest on obarczony dużym błędem systematycznym. Z punktu widzenia czułości metody warstwy znajdują się zbyt głęboko. Porównanie wyników otrzyma-

nych metodami rentgenowskimi i jonowymi wskazuje na dobrą zgodność w zakresie grubości powyżej 4 nm:

Tabela 3. Porównanie grubości warstw $\text{In}_y\text{Ga}_{(1-y)}\text{As}$ wyznaczonych metodami RBS i HRXRD.
Table 3. Comparison between the thicknesses of $\text{In}_y\text{Ga}_{(1-y)}\text{As}$ layers determined by means of RBS and HRXRD techniques.

| Nr próbki | Grubość warstwy InGaAs [nm] | | Względna niezgodność |
|-----------|-----------------------------|-----|----------------------|
| | HRXRD | RBS | |
| 3087 | 7,91 | 8,0 | -1,13% |
| 3088 | 4,53 | 4,5 | +0,6% |
| 3089 | 2,82 | 2,3 | +17,0% |

Rozbieżność pomiędzy wynikami otrzymanymi dla próbki 3089 spowodowana jest mniejszą czułością obu metod przy wyznaczaniu grubości warstw bardzo cienkich. Porównanie wyników otrzymanych metodami rentgenowskimi dotyczących grubości warstw nakrywających również wykazuje dobrą zgodność.

Tabela 4. Porównanie grubości warstw nakrywających GaAs wyznaczonych metodami HRXRD i XRR.
Table 4. Comparison between the thicknesses of GaAs cap layers determined by means of RBS and HRXRD techniques.

| Nr próbki | Grubość warstwy GaAs [nm] | | Względna niezgodność |
|-----------|---------------------------|-----|----------------------|
| | HRXRD | XRR | |
| 3087 | 112 | 109 | +2,6% |
| 3088 | 109 | 108 | +1,0% |
| 3089 | 112 | 113 | -0,8% |

Porównanie wyników otrzymanych metodami XRR i HRXRD dotyczących grubości kolejnych warstw tworzących heterostrukturę wskazuje, że za pomocą metody wysokokątowej można wyznaczyć grubości i skład chemiczny poszczególnych warstw, podczas gdy metoda niskokątowa pozwala wyznaczyć jedynie całkowitą grubość heterostruktury (pod warunkiem, że jest ona dostatecznie cienka).

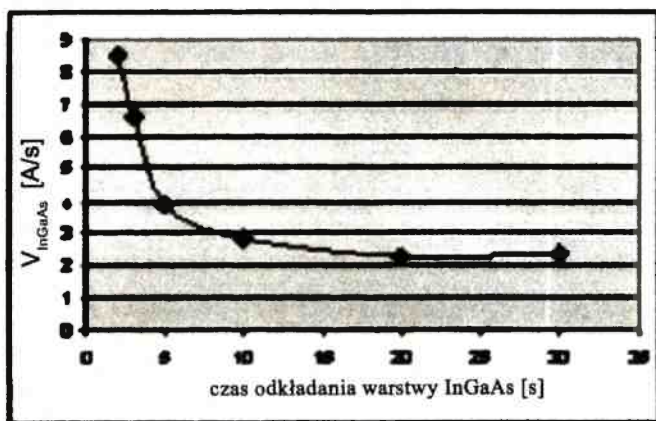
Profil dyfrakcyjny otrzymany metodą wysokorozdzielczą zawiera bowiem w sobie informację o całkowitej grubości układu epitaksjalnego (prążki grubościowe) oraz informację o grubościach i składzie chemicznym poszczególnych warstw, którą można otrzymać z analizy refleksów odpowiadających tym warstwom.

Profil reflektometryczny charakteryzuje się występowaniem tylko oscylacji związanych z całkowitą grubością heterostruktury, i dlatego pozwala wyznaczać z dostateczną dokładnością tylko wartość tego jednego parametru. Należy jednak podkreślić, że z kolei metoda reflektometryczna pozwala określać dosyć dokładnie wartość gęstości warstw przypowierzchniowych, oraz oceniać szorstkość powierzchni swobodnej, a także interfejsów. W związku z tym metoda ta została zastosowana do oceny grubości

warstwy nakrywającej GaAs (Tab. 4). Wyznaczono również grubość d i gęstość ρ przypowierzchniowej warstwy uszkodzonej ($d = 1,5 \text{ nm}$, $\rho = 0,44 \rho_{\text{GaAs}}$). Oceniono, że szorstkość interfejsów warstwy aktywnej wynosi $0,8 \text{ nm}$ [22] i jest ona największą wartością szorstkości występującą w całej heterostrukturze.

Wyniki otrzymane za pomocą opracowanej rentgenowskiej metody określania parametrów strukturalnych cienkich naprężonych warstw InGaAs osadzanych na podłożu GaAs wykazują dobrą zgodność z wynikami otrzymanymi metodą RBS w zakresie grubości warstwy naprężonej, a także niezłą zgodność z wynikami otrzymanymi metodą reflektometryczną.

Analiza wyników otrzymanych za pomocą prezentowanych powyżej metod badawczych pozwoliła na wyznaczenie szybkości wzrostu warstwy InGaAs w funkcji czasu jej osadzania.



Rys.3.7. Zależność pomiędzy czasem osadzania warstwy InGaAs a szybkością jej wzrostu.
Fig.3.7. Growth rate as a function of the deposition time.

Stwierdzono, że dla bardzo krótkich czasów od 0 do 15 s szybkość wzrostu warstwy InGaAs silnie zależy od czasu osadzania. Obserwuje się, że największe szybkości wzrostu występują dla najmniejszych czasów osadzania. W miarę, jak czasy osadzania warstwy naprężonej wydłużają się, szybkość jej wzrostu zaczyna się ustalać i asymptotycznie zbliża się do wartości $\sim 0,2 \text{ nm/s}$. Porównanie grubości otrzymanych dla warstwy nakładkowej GaAs, która była osadzana przez 180 s wskazuje, że dla czasów powyżej 3 minut i warstw o grubościach przekraczających 100 nm zjawisko zależności pomiędzy czasem osadzania i grubością warstwy można zaniedbać. Wyznaczenie zależności pomiędzy czasem osadzania warstwy i szybkością jej wzrostu umożliwia zaprojektowanie i wykonanie warstw aktywnych o pożądanym grubościach. Opisane powyżej zjawisko ma decydujące znaczenie przy nanoszeniu warstw bardzo cienkich, kiedy zależność od czasu nanoszenia jest bardzo silna.

3.2. Opracowanie metodyki określania profilu składu chemicznego heterostruktur z cienką silnie naprężoną warstwą aktywną

Heterostrukтуры związków półprzewodnikowych typu $A^{III}B^V$ z cienką silnie naprężoną warstwą aktywną, znajdują zastosowanie jako rezonansowe diody tunelowe i struktury laserujące. Wytworzono dwie serie kryształów zawierających ultra cienkie naprężone warstwy InGaAs. Kryształy o numerach 1868, 1869, 1870, 1882 wytworzono w ten sposób, że zarówno płytka jak i szeroka studnia kwantowa odłożone zostały na barierze AlGaAs i od powierzchni swobodnej kryształu są oddzielone jedynie warstwą nakładkową GaAs o znikomej grubości. Rys. 3.8 przedstawia strukturę nominalną i definiuje najważniejsze parametry, które ją określają.



Rys. 3.8. Schematyczny rysunek struktury docelowej z jedną barierą AlGaAs.

Fig. 3.8. Schematic diagram of the targeted structure with a single barrier AlGaAs layer.

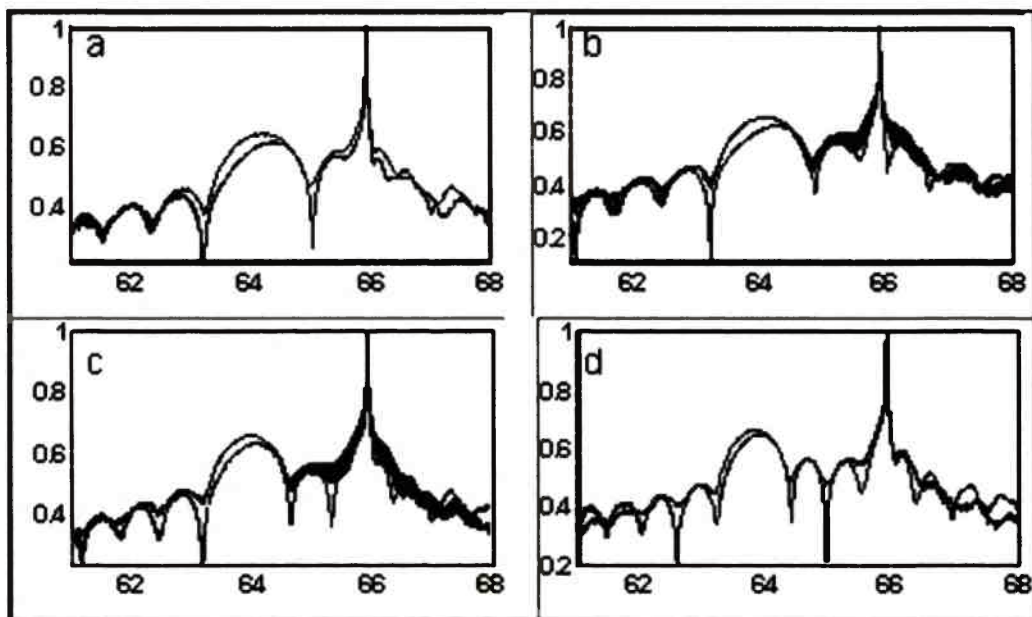
Tabela 5. Parametry strukturalne struktur docelowych z jedną barierą AlGaAs.

Table 5. Structural parameters of the targeted heterostructures with one AlGaAs barrier layer.

| Nr struktury | Ułamek molowy In | d [nm] | V_{InGaAs} [nm/s] | Temperatura [°C] |
|--------------|------------------|----------|----------------------------|------------------|
| 1868 | 0,14 | 10 | 0,564 | 700 |
| 1869 | 0,14 | 10 | 0,282 | 700 |
| 1870 | 0,14 | 10 | 0,141 | 700 |
| 1882 | 0,14 | 10 | 0,0705 | 700 |

W celu charakteryzacji wytworzonych heterostruktur wykonano skanowanie w kierunku równoległym do wektora sieci odwrotnej [004] GaAs w odpowiednio wybranym otoczeniu tego refleksu. Pomiary przeprowadzono z zastosowaniem promieniowania synchrotronowego o długości fali 0,1538 nm. Otrzymane profile dyfrakcyjne charakteryzują się występowaniem silnego refleksu pochodzącego od materiału GaAs w położeniu kątowym $2\theta = 66,00$ deg, oraz piku dyfrakcyjnego położonego w niskim kątownym profilu i pochodzącego od cienkiej naprężonej warstwy InGaAs. Jego położenie jest funkcją ułamka molowego indu w tej warstwie, a szerokość (FWHM) zależy od ilości płaszczyzn atomowych. Cecha charakterystyczna zmierzonych profili

dyfrakcyjnych jest większa, niż obserwowana dla pojedynczych cienkich warstw InGaAs złożoność w całym zakresie kątowym. W celu określenia profilu składu chemicznego każdej z badanych próbek wykonano symulację rentgenowskich profili dyfrakcyjnych. Eksperymentalne i symulowane profile dyfrakcyjne dla których obserwuje się najlepszą zgodność prezentowane są na Rys.s 3.9 a-d.



Rys.3.9. Rentgenowskie profile dyfrakcyjne – eksperymentalny i symulowany otrzymane dla heterostruktur z jedną AlGaAs: a) heterostruktura 1868, b) heterostruktura 1869, c) heterostruktura 1870, d) heterostruktura 1882. Oś odciętych - skala 2θ , oś rzędnych logarytm z natężenia.

Fig.3.9. X-ray diffraction patterns – experimental and calculated - for heterostructures with one AlGaAs barrier layer: a) heterostructure 1868, b) heterostructure 1869, c) heterostructure 1870, d) heterostructure 1882.

Tabela 6. Parametry strukturalne wyznaczone metodą symulacji rentgenowskiego profilu dyfrakcyjnego.

Table 6. The structural parameters of investigated heterostructures determined by means of simulations of x-ray diffraction profiles

| Nr struktury | Ułamek molowy In | d [nm] | Temperatura [°C] |
|--------------|------------------|--------|------------------|
| 1868 | 0,17 | 11,2 | 700 |
| 1869 | 0,18 | 11,8 | 700 |
| 1870 | 0,20 | 13,8 | 700 |
| 1882 | 0,21 | 16,9 | 700 |

Tabela 7. Względne różnice pomiędzy grubościami warstwy InGaAs i uławkami molowymi indy wyznaczonymi metodą symulacji rentgenowskiego profilu dyfrakcyjnego i zakładanymi w strukturach docelowych.

Table 7. The relative differences between thicknesses of InGaAs layer and indium fraction for investigated and targeted heterostructures determined by means of simulations of x-ray diffraction profiles.

| Nr struktury | $V_{\text{wzrostu InGaAs}}$ [nm/s] | Względna zawaro- ści indy | $\Delta d/d$ [%] | Temperatura [°C] |
|--------------|---------------------------------------|------------------------------|------------------|------------------|
| 1868 | 0,564 | 21% | 12% | 700 |
| 1869 | 0,282 | 28% | 18% | 700 |
| 1870 | 0,141 | 42% | 38% | 700 |
| 1882 | 0,07 | 50% | 69% | 700 |

Porównanie grubości i składu warstwy InGaAs w Tab. 6-7 w funkcji szybkości wzrostu wskazuje, że dla największej stosowanej szybkości, czyli 0,564 nm/s obserwuje się największą zgodność założonych i wyznaczonych parametrów. Grubość uzyskanej warstwy jest tylko o 12% większa od zakładanej, a ułamek molowy indy jest o 21% wyższy. Dla najniższej stosowanej szybkości wzrostu 0,07 nm/s, obserwowane jest największe odstępstwo od zakładanych parametrów, otrzymana warstwa ma mianowicie grubość o 69% większą od grubości warstwy nominalnej, a ułamek molowy indy przewyższa aż o 50% zakładany. Zamieszczone w Tab. 7 względne różnice pomiędzy grubościami warstwy InGaAs i uławkami molowymi indy wyznaczonymi metodą symulacji rentgenowskiego profilu dyfrakcyjnego i zakładanymi w strukturach docelowych wskazują, że im mniejsza szybkość wzrostu warstwy aktywnej InGaAs, tym większa różnica pomiędzy zaprojektowanymi i otrzymanymi parametrami heterostruktur.

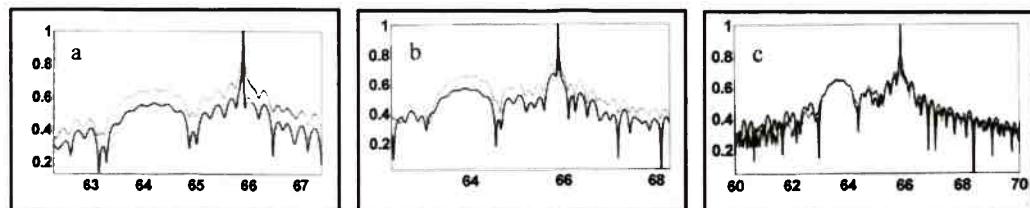
Drugą serię heterostruktur o numerach 1831, 1889, 1890 wytworzono w taki sposób, żeby studnia kwantowa była obustronnie otoczona barierami AlGaAs.



Rys. 3. 10. Schematyczny rysunek struktury nominalnej z dwiema barierami AlGaAs.

Fig. 3.10. Schematic diagram targeted heterostructure with two AlGaAs barriers.

Eksperymentalne i symulowane profile dyfrakcyjne dla których obserwuje się najlepszą zgodność prezentowane są na rysunkach poniżej. Struktura docelowa zawiera naprężoną warstwę $\text{In}_x\text{Ga}_{(1-x)}\text{As}$ odłożoną na domieszkowanym podłożu GaAs typu n o orientacji $(001)+/-0.1^\circ$. Kolejność warstw jest taka jak na Rys. 3.10.



Rys. 3. 11. Rentgenowskie profile dyfrakcyjne eksperymentalny i symulowany, otrzymane dla heterostruktur z dwiema barierami AlGaAs: a) heterostruktura 1831, b) heterostruktura 1889, c) heterostruktura 1890. Oś odciętych - skala 2Θ , oś rzędnych logarytm z natężenia.

Fig. 3.11. X-ray diffraction profiles experimental and lower – calculated for heterostructure with two AlGaAs barriers: a) heterostructure 1831, b) heterostructure 1889, c) heterostructure 1890.

Tabela 8. Parametry strukturalne struktur docelowych z dwiema barierami AlGaAs.

Table 8. The structural parameters of heterostructures with two AlGaAs barriers.

| Nr struktury | Ułamek molowy In | d [nm] | $V_{\text{wzrostu}} \text{InGaAs}$ [nm/s] | Temperatura [$^\circ\text{C}$] |
|--------------|------------------|--------|---|----------------------------------|
| 1831 | 0,14 | 10 | 0,56 | 700 |
| 1889 | 0,14 | 10 | 0,14 | 700 |
| 1890 | 0,14 | 10 | 0,14 | 750 |

Tabela 9. Parametry strukturalne wyznaczone metodą symulacji rentgenowskiego profilu dyfrakcyjnego dla heterostruktur z dwiema barierami AlGaAs.

Table 9. The structural parameters of heterostructure with two barrier layers AlGaAs determined by computer simulation.

| Nr. struktury | Ułamek molowy In | d [nm] | $V_{\text{wzrostu}} \text{InGaAs}$ [nm/s] | Temperatura [$^\circ\text{C}$] |
|---------------|------------------|--------|---|----------------------------------|
| 1831 | 0,18 | 11,8 | 0,56 | 700 |
| 1889 | 0,21 | 14,3 | 0,14 | 700 |
| 1890 | 0,24 | 14,1 | 0,14 | 750 |

Tabela 10. Względne różnice pomiędzy grubościami warstwy InGaAs i ułstkami molowymi indu wyznaczonymi metodą symulacji rentgenowskiego profilu dyfrakcyjnego, zakładanymi w strukturach docelowymi dla heterostruktur z dwiema barierami AlGaAs.

Table 10. Relative differences between thicknesses of InGaAs layers and indium content in real and targeted heterostructures.

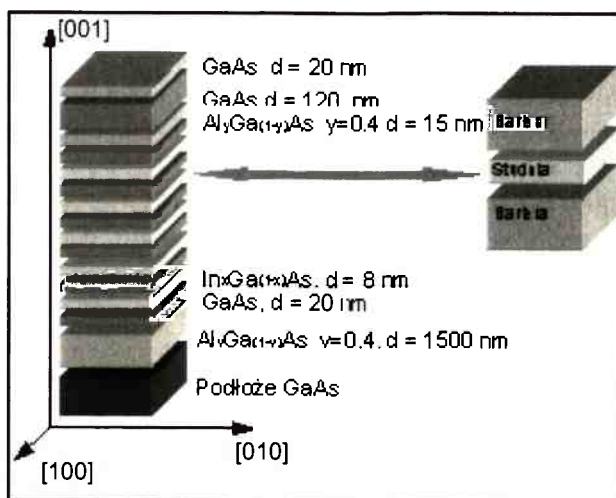
| Nr struktury | V_{wzrostu} InGaAs | Względna zawartość In | $\Delta d/d$ [%] | Temperatura [°C] |
|--------------|-----------------------------|-----------------------|------------------|------------------|
| 1831 | 0,56nm/s | 28% | 18% | 700 |
| 1889 | 0,14nm/s | 50% | 43% | 700 |
| 1890 | 0,14nm/s | 71% | 41% | 750 |

Wyznaczone wartości grubości i składu warstw aktywnych potwierdzają hipotezę, że dla największej szybkości wzrostu – 0,56 nm/s obserwowana jest najlepsza zgodność pomiędzy zakładaną a docelową strukturą. Dla niższych szybkości wzrostu obserwowane są większe odstępstwa od zakładanych parametrów.

Względne różnice pomiędzy grubościami warstw InGaAs i ułstkami molowymi indu dla struktur z dwiema barierami AlGaAs w porównaniu z analogicznymi wartościami wyznaczonymi dla heterostruktur z jedną barierą AlGaAs wskazują, że w obu przypadkach najlepszą zgodność obserwuje się przy stosowaniu największej szybkości wzrostu – 0,56 nm/s. Heterostruktury z jedną barierą wykazują lepszą zgodność z założeniami technologicznymi niż heterostruktury z dwiema barierami.

3.3. Opracowanie metodyki określania profilu składu chemicznego supersieci z cienkimi silnie naprężonymi warstwami InGaAs

W strukturach laserowych wytworzonych w oparciu o układ materiałowy AlGaAs/InGaAs/GaAs pierwiastkiem segregującym jest ind [16]. Celem tej części eksperymentu było wyznaczenie szybkości wzrostu poszczególnych warstw heterostruktury w funkcji szybkości przepływu reagentów, a także zbadanie wpływu warunków technologicznych na segregację indu na granicach międzyfazowych. Badania przeprowadzono z zastosowaniem struktury stanowiącej obszar czynny lasera pracującego na długości fali 980 nm. Schemat struktury nominalnej przedstawiono na Rys. 3.12.



Rys. 3.12. Schematyczny rysunek docelowej supersieci ze studniami kwantowymi InGaAs.

Fig. 3.12. Schematic diagram of the targeted superlattice with InGaAs QW's.

Z punktu widzenia dokładności wyznaczania profilu składu chemicznego heterostruktur supersieć stanowi doskonały obiekt badawczy. Występowanie licznych obszarów granicznych: bariera AlGaAs – studnia InGaAs oraz studnia InGaAs – bariera AlGaAs powodują, że informacje o kształcie interfejsów są silnie eksponowane w rentgenowskim profilu dyfrakcyjnym, co umożliwia precyzyjne określenie profilu składu chemicznego.

Wykonanie supersieci składającej się z 5 warstw podwójnych $\text{In}_x\text{Ga}_{(1-x)}\text{As}/\text{GaAs}$ dla $x = 0,2$ wymaga interfejsów o grubości rzędu pojedynczych warstw atomowych. W tym celu niezbędne jest stworzenie warunków dla mechanizmu dwuwymiarowego zarodkowania, który umożliwia precyzyjne osadzanie kolejnych warstw.

Tabela 11. Parametry strukturalne supersieci docelowej.

Tabela 11. The structural parameters of the targeted SL.

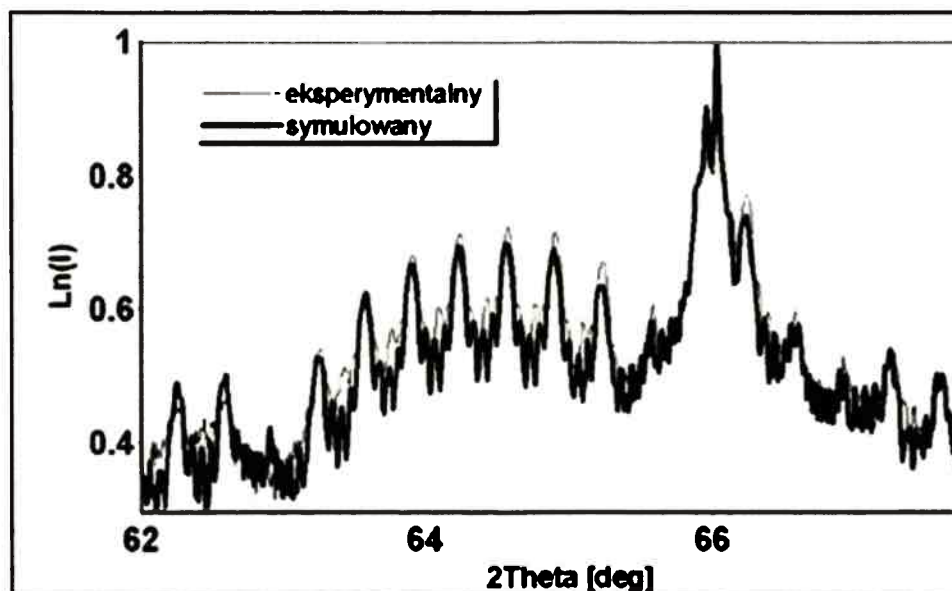
| | Materiał | Grubość, [nm] | Elementy heterostruktury | Liczba powtórzeń |
|----|------------------------------------|---------------|--------------------------|------------------|
| 1 | GaAs:Si | 3500 | Podłoże | 1 |
| 2 | GaAs, nd | 200 | Bufor | 1 |
| 3 | $\text{Al}_{0,4}\text{GaAs}$, nd | 200 | Bufor | 1 |
| 4 | GaAs, nd | 15 | Bariera | 5 |
| 5 | $\text{In}_{0,22}\text{GaAs}$, nd | 8 | Studnia kwantowa | |
| 13 | $\text{In}_{0,22}\text{GaAs}$, nd | 8 | Studnia kwantowa | 1 |
| 14 | GaAs, nd | 15 | Bariera | 1 |

Parametry procesu (ciśnienia cząstkowe gazów roboczych, temperatura, ciśnienie w reaktorze, szybkość przepływu gazu nośnego) dobrano w taki sposób, aby odpowiednio długi czas wzrostu umożliwił zaadsorbowanym atomom osiągnięcie atomowych stopni na powierzchni warstwy zanim zostaną one włączone do tworzących się wysp trójwymiarowych.

Dążenie do zmniejszenia fluktuacji składu związku (InGaAs) wymaga eliminacji efektu bezwładności reaktora MOCVD oraz zjawiska dyfuzji. Warunkiem koniecznym do realizacji tego celu jest uzyskanie jednorodności składu w objętości poszczególnych warstw epitaksjalnych. Prawidłowy proces wymaga zatem optymalizacji czasu przerywania wzrostu.

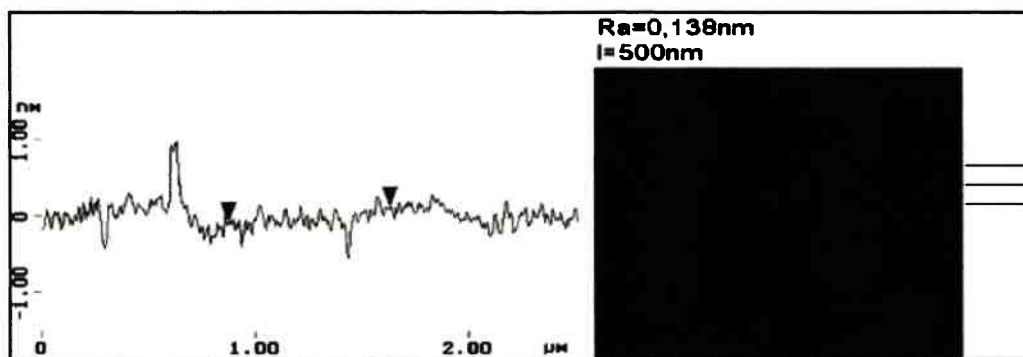
Wytworzono szereg heterostruktur osadzonych przy zastosowaniu różnych szybkości przepływu gazów roboczych - nośników galu i indu. Temperatura osadzania wynosiła 650°C, a czas przerywania 0,1 s. W celu zbadania wpływu szybkości przepływu na profil składu chemicznego wykonano pomiary rentgenowskiego profilu dyfrakcyjnego. Eksperyment prowadzono w ESRF Grenoble z zastosowaniem promieniowania synchrotronowego o długości fali $\lambda = 0,15407$ nm. Profil składu chemicznego wyznaczono porównując eksperymentalny profil dyfrakcyjny z profilem symulowanym. Podczas symulacji dokonywano zmian składu chemicznego poszczególnych płaszczyzn atomowych, aż do osiągnięcia najlepszego dopasowania pomiędzy eksperymentalnym a symulowanym profilem dyfrakcyjnym. Wyniki zamieszczono w tabeli 11. W celu ograniczenia zakresu koncentracji indu, a także aby upewnić się, że długość fali promieniowania emitowanego przez badaną heterostrukturę jest zgodna z oczekiwaną, wykonano pomiary fotoluminescencji. Wyznaczono skład chemiczny, a także grubości barier i studni kwantowych, co pozwoliło na wyznaczenie szybkości wzrostu bariery i studni w funkcji szybkości przepływu gazów roboczych.

Wyznaczenie profilu składu chemicznego studni InGaAs i barier AlGaAs przeprowadzono z zastosowaniem analizy numerycznej. Pomiary chropowatości powierzchni wykonano techniką mikroskopu sił atomowych. Rezultaty tych pomiarów i wyniki analizy numerycznej są przedstawione na Rys. 13.ab-17ab.



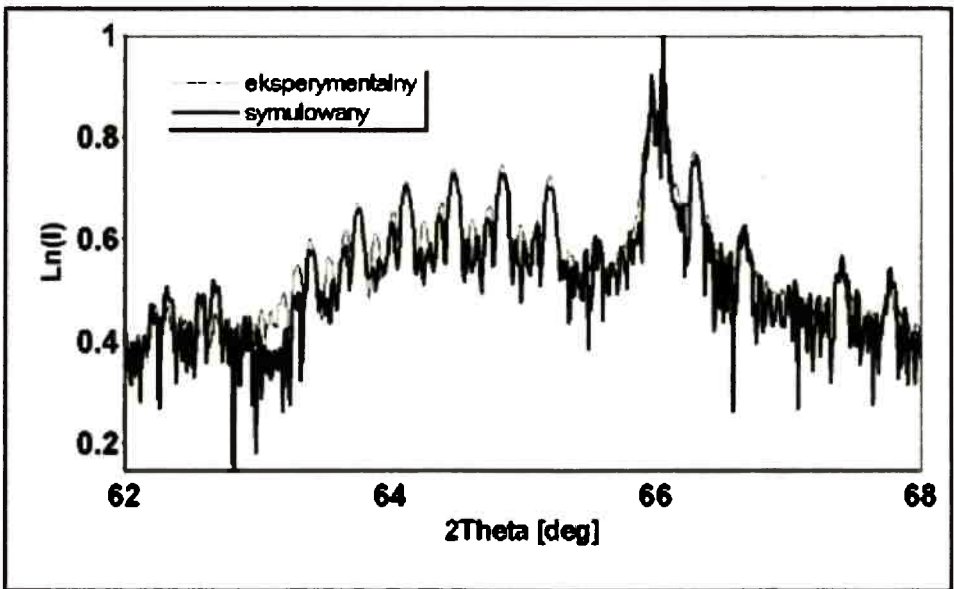
Rys. 3.13a. Eksperymentalny oraz obliczony profil dyfrakcyjny dla heterostruktury 2739. Grubość studni kwantowej $d = 8,213$ nm, ułamek molowy indu $x = 0,184$, grubość bariery $d = 23,1$ nm, długość fali fotoluminescencji 998 nm.

Fig. 3.13a. Experimental and calculated x-ray diffraction profiles for heterostructure 2739. QW thickness $d = 8,213$ nm, barrier thickness $d = 23,1$ nm, indium fraction $x = 0,184$, PL wavelength $\lambda = 998$ nm.



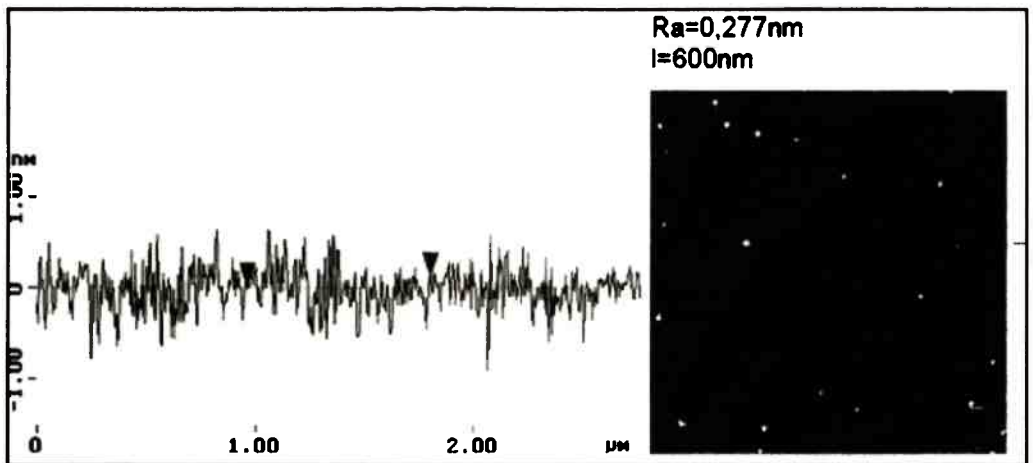
Rys.3.13b. Obraz powierzchni próbki 2739 obserwowanej za pomocą mikroskopu sił atomowych - Ra – średnia chropowatość, l – szerokość tarasu.

Fig.3.13.b. AFM image of 2739 sample surface – Ra – mean roughness, l – terrace width.



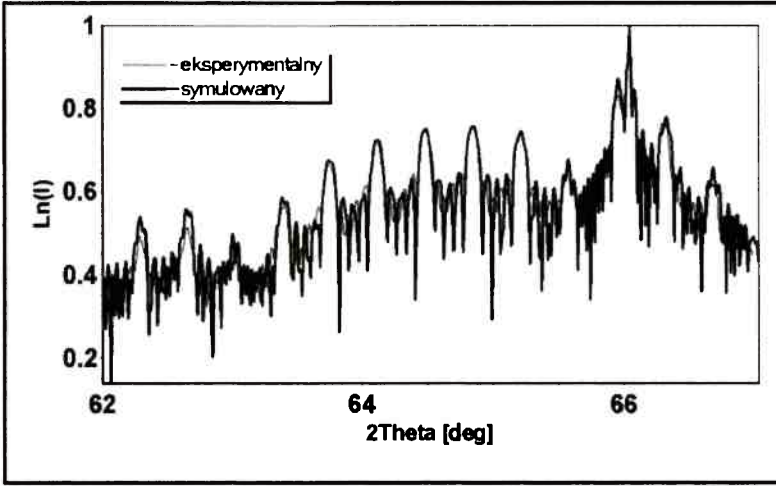
Rys. 3.14a. Eksperymentalny oraz obliczony profil dyfrakcyjny dla heterostruktury 2738. Grubość studni kwantowej $d = 8.1$ nm, ułamek molowy indu $x = 0,17$, grubość bariery $d = 20,35$ nm, długość fali fotoluminescencji 985 nm.

Fig. 3.14a. Experimental and calculated x-ray diffraction profiles for heterostructure 2738. QW thickness $d = 8,1$ nm, barrier thickness $d = 20,35$ nm, indium fraction $x = 0,17$, PL wavelength $\lambda = 995$ nm.



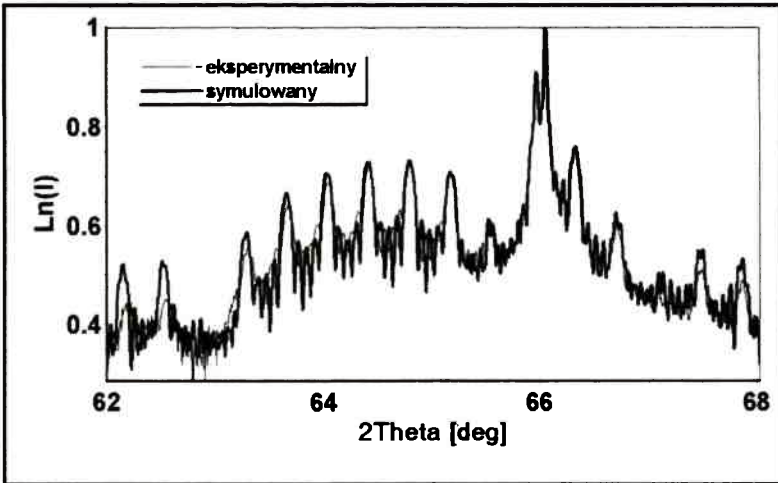
Rys.3.14b. Obraz powierzchni próbki 2738 obserwowanej za pomocą mikroskopu sił atomowych: R_a – średnia chropowatość, l – szerokość tarasu.

Fig. 3.14.b. AFM image of 2738 sample surface: R_a – mean roughness, l – terrace width.



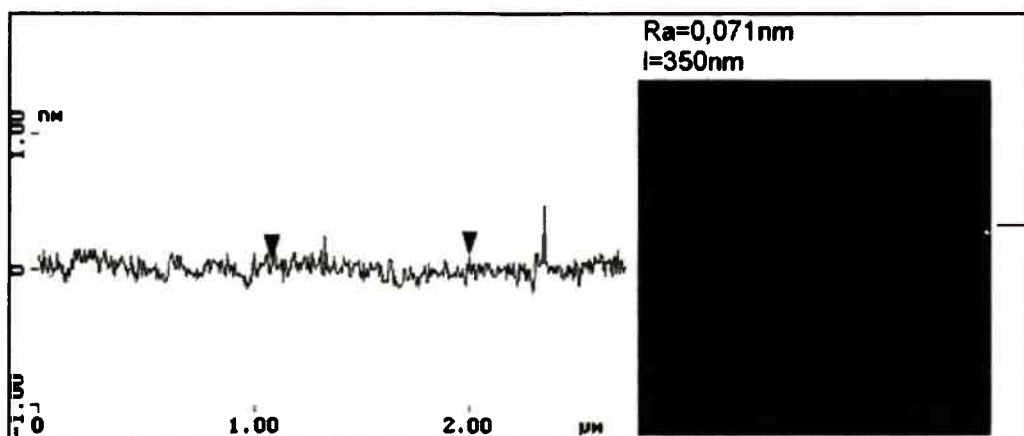
Rys. 3.15. Eksperymentalny oraz obliczony profil dyfrakcyjny dla heterostruktury 2757. Grubość studni kwantowej $d = 8,09$ nm, ułamek molowy indu $x = 0,163$, grubość bariery $d = 20,36$ nm, długość fali fotoluminescencji 978 nm.

Fig. 3.15. Experimental and calculated x-ray diffraction profiles for heterostructure 2757. QW thickness $d = 8,09$ nm, barrier thickness $d = 20,36$ nm, indium fraction $x = 0,163$, PL wavelength $\Lambda = 978$ nm.



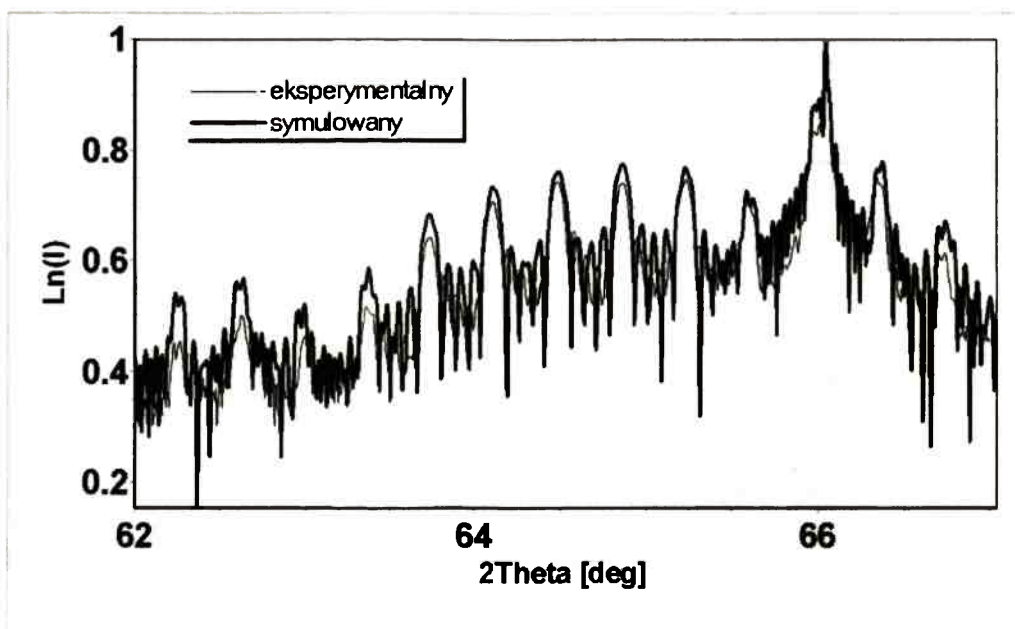
Rys. 3.16a. Eksperymentalny oraz obliczony profil dyfrakcyjny dla heterostruktury 2741. Grubość studni kwantowej $d = 7,68$ nm, ułamek molowy indu $x = 0,174$, grubość bariery $d = 19,79$ nm, długość fali fotoluminescencji 991 nm.

Fig. 3.16a. Experimental and calculated x-ray diffraction profiles for heterostructure 2741. QW thickness $d = 7,68$ nm, barrier thickness $d = 19,79$ nm, indium fraction $x = 0,174$, PL wavelength $\lambda = 991$ nm.



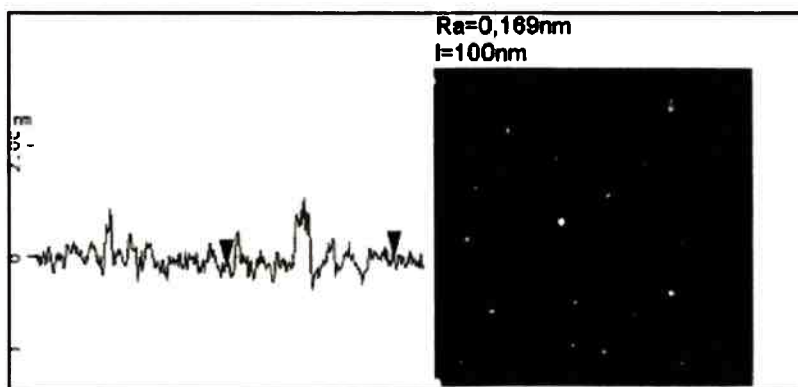
Rys.3.16b. Obraz powierzchni próbki 2741 obserwowanej za pomocą mikroskopu sił atomowych: Ra – średnia chropowatość, l – szerokość tarasu.

Fig. 3.16b. AFM image of 2741 sample surface: Ra – mean roughness, l – terrace width.



Rys. 3.17a. Eksperymentalny oraz obliczony profil dyfrakcyjny dla heterostruktury 2756. Grubość studni kwantowej $d = 7,8$ nm, ułamek molowy indu $x = 0.157$, grubość bariery $d = 20,07$ nm, długość fali fotoluminescencji 971 nm.

Fig. 3.17a. Experimental and calculated x-ray diffraction profiles for heterostructure 2756. QW thickness $d = 7,8$ nm, barrier thickness $d = 20,07$ nm, indium fraction $x = 0,174$, PL wavelength $\lambda = 971$ nm.



Rys 3.17b. Obraz powierzchni próbki 2756 obserwowanej za pomocą mikroskopu sił atomowych: Ra – średnia chropowatość, l – szerokość tarasu.

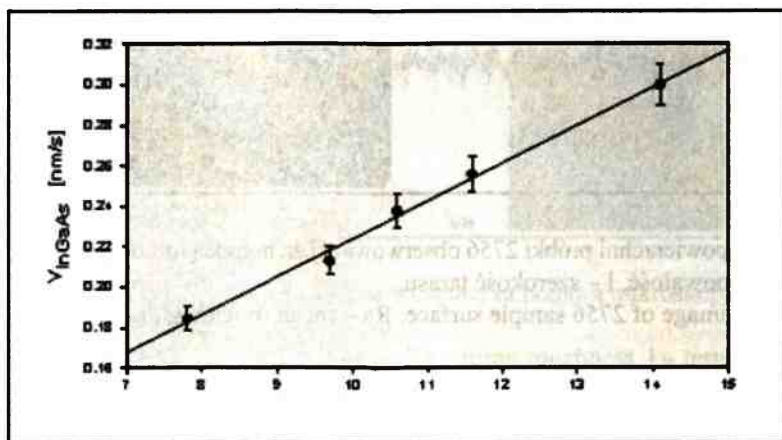
Fig. 3.17b. AFM image of 2756 sample surface: Ra – mean roughness, l – terrace width.

Tabela 12. Warunki wzrostu i wyznaczone metodą HRXRD parametry strukturalne dla heterostruktur z silnie naprężonymi studniami kwantowymi InGaAs.

Table 12. Growth conditions and structural parameters for heterostructures with highly strained InGaAs QW's.

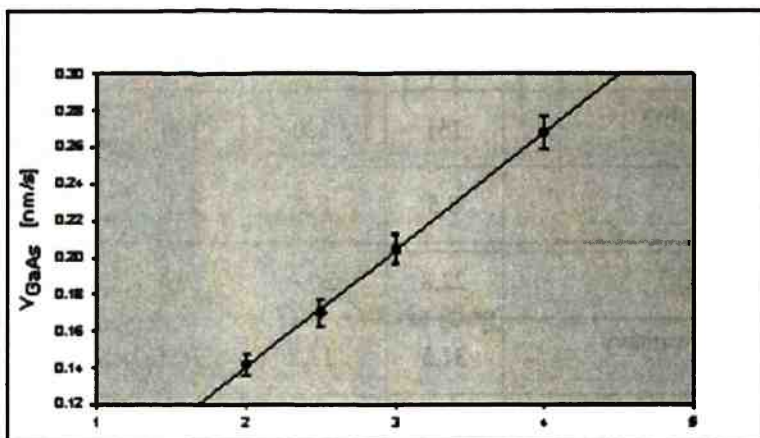
| Nr procesu | 2739 | 2738 | 2757 | 2741 | 2756 |
|--|------|------|------|------|------|
| Przepływ TMGa [ml/min] | 2 | 2.5 | 3 | 3 | 4 |
| Przepływ TMIn [ml/min] | 5.8 | 7.2 | 7.6 | 8.6 | 10.1 |
| Czas osadzania warstwy InGaAs [s] | 46 | 38 | 34 | 30 | 26 |
| Czas osadzania warstwy GaAs [s] | 161 | 120 | 100 | 96 | 75 |
| Grubość warstwy InGaAs [nm] | 8,5 | 8,1 | 8,1 | 7,7 | 7,8 |
| Grubość warstwy GaAs [nm] | 22,8 | 20,4 | 20,4 | 19,8 | 20,0 |
| Całkowita grubość warstwy podwójnej [nm] | 31,3 | 28,5 | 28,5 | 27,5 | 27,9 |
| Szybkość wzrostu studni [nm/s] | 0,18 | 0,21 | 0,24 | 0,26 | 0,30 |
| Szybkość wzrostu bariery [nm/s] | 0,14 | 0,17 | 0,23 | 0,21 | 0,27 |
| Długość fali PL[nm] | 998 | 985 | 978 | 991 | 971 |

Wykorzystując wyniki pomiarów wykonanych techniką HRXRD oraz pomiary długości fali fotoluminescencji wyznaczono grubości bariery GaAs i studni kwantowych oraz warstw tworzących barierę, a ponadto zawartość indu w warstwie InGaAs z dokładnością do 0,2%. Na podstawie otrzymanych tą metodą wyników określono szybkości wzrostu studni kwantowych, a także barier.



Rys. 3.18a. Szybkość wzrostu studni kwantowej $\text{In}_{(x)}\text{Ga}_{(1-x)}\text{As}$ w funkcji sumy przepływów nośników galu i indu wyrażonej w jednostkach względnych.

Fig. 3.18a. $\text{In}_{(x)}\text{Ga}_{(1-x)}\text{As}$ QW growth rate as a function of the speed of gallium and indium reagents flow expressed in an arbitrary units.

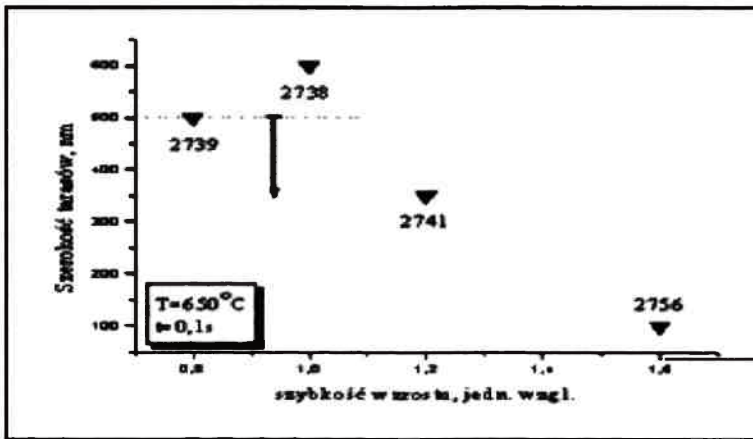


Rys. 3.18b. Szybkość wzrostu bariery GaAs w funkcji przepływu nośnika Ga wyrażona w jednostkach względnych.

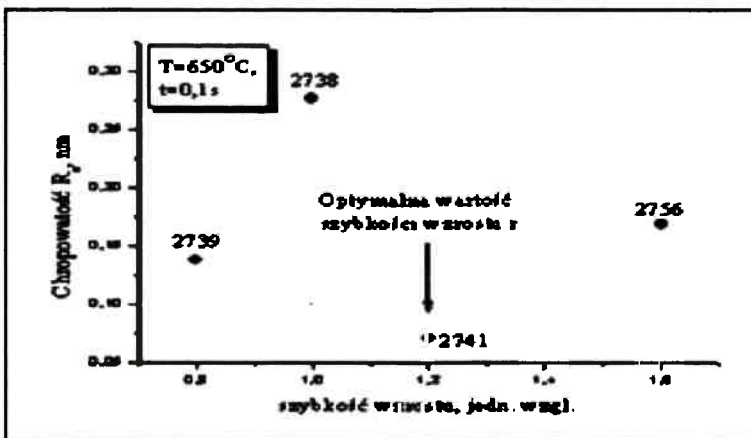
Fig. 3.18.b. GaAs barrier growth rate as a function of the speed of gallium reagent flow expressed in an arbitrary units.

Liniowa zależność pomiędzy szybkościami wzrostu zarówno studni kwantowej, jak i warstwy tworzącej barierę od czasu wynika z faktu, że obie te warstwy mają dostateczną grubość, żeby zaniedbać nieliniowe efekty związane z początkowymi etapami wzrostu epitaksjalnego, zaobserwowane dla bardzo cienkich warstw InGaAs.

Wpływ szybkości wzrostu warstwy InGaAs na jakość obszarów międzyfazowych można zaobserwować w procesach 2738, 2739, 2741 i 2756. Zależności szerokości tarasów od szybkości wzrostu przedstawiono na Rys. 3.19, a zależność chropowatości powierzchni od szybkości wzrostu na Rys. 3.20.



Rys. 3.19. Zależność szerokości tarasów od szybkości wzrostu warstwy InGaAs.
Fig. 3.19. The dependence between terraces width and InGaAs layer growth rate.



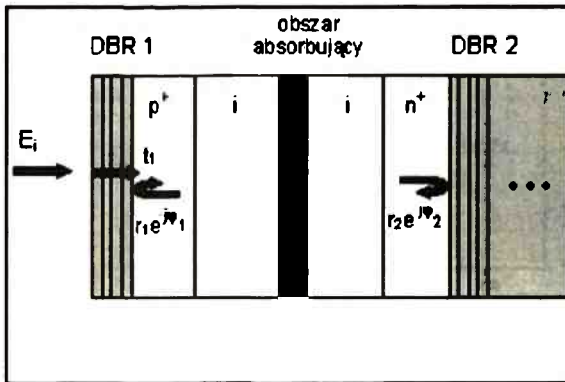
Rys. 3.20. Zależność średniej chropowatości od szybkości wzrostu warstwy InGaAs.
Fig. 3.20. The dependence between mean surface roughness and InGaAs layer growth rate.

Szerokość tarasów powinna być mniejsza od 500 nm powyżej tej wartości rośnie prawdopodobieństwo formowania się na powierzchni tarasów wysp 2D. Jeżeli za kryterium przyjąć szerokość tarasów, to należy uznać, że optymalna szybkość wzrostu studni kwantowej wynosi 0,26 nm/s. Zbyt wąskie tarasy to zbyt duża liczba stopni atomowych na granicach rozdziału, co w skali atomowej zwiększa ich chropowatość.

Zależności szerokości tarasów i średniej chropowatości od szybkości wzrostu posiadają ekstrema. Szerokość tarasów ograniczona jest przez zjawisko tworzenia się wysp 2D, a także przez chropowacenie w skali subatomowej obszarów międzyfazowych. Minimalna wartość chropowatości obserwowana jest dla kryształu o optymalnie szerokich tarasach. Optymalna wartość szybkości wzrostu dla badanego układu materiałowego $\text{In}_{0,22}\text{GaAs}/\text{GaAs}$ wynosi 0,26 nm/s. Wtedy też natężenie świecenia studni kwantowej jest najwyższe, a długość fali emitowanego promieniowania jest najbliższa oczekiwanej. Dla optymalnych wartości szybkości wzrostu (0,26 nm/s), czasu zatrzymywania wzrostu na granicy pomiędzy studnią a barierą (0,1 s) i temperatury osadzania (650°C) zjawisko segregacji indu można zaniedbać.

3.4. Zastosowanie rentgenowskiej metodyki badawczej do określenia profilu składu chemicznego heterostruktur aplikacyjnych z silnie naprężoną warstwą aktywną - fotodiody z wnęką rezonansową

Struktura fotodiody RCE (*Resonant Cavity Enhanced photodiode*) jest przedstawiona na Rys. 3.21. Zawiera ona złącze p-i-n wykonane z półprzewodnika o szerszej przerwie energetycznej, który nie absorbuje wykrywanego promieniowania. W warstwie zaporowej złącza znajduje się cienka, niedomieszkowana warstwa absorbująca. Złącze to jest umieszczone we wnęcie rezonansowej utworzonej przez dwa równoległe lustra Bragga (DBR - *distributed Bragg reflectors*), które składają się z szeregu ćwierćfalowych warstw zmieniających się okresowo, wykonanych z materiałów o odpowiednio dużej różnicy współczynników odbicia. Dzięki rezonansowemu zwiększeniu energii



Rys. 3. 21. Schemat fotodiody z wnęką rezonansową.

Fig. 3.21. Scheme of the resonant cavity enhanced photodiode.

optycznej we wnęce grubość warstwy absorpcyjnej może być znacznie zmniejszona bez znacznego zmniejszenia czułości przyrządu.

Struktura fotodiody RCE umożliwia wytworzenie detektora czułego na promieniowanie o długości fali większej od 1,7 μm , którego warstwę absorpcyjną stanowi $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ ($0,6 < x \leq 0,83$); półprzewodnik o stałej sieciowej różnej od stałej sieciowej dostępnych podłoży półprzewodnikowych. Zastosowanie wnęki rezonansowej daje możliwość wykonania detektora na bazie InP, półprzewodnika o bardzo dobrze opanowanej technologii cienkiej, pseudomorficznej, naprężonej ściskająco warstwy $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ jako warstwy absorbującej wykrywane przez detektor promieniowanie. Zmniejszenie grubości warstwy $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ poniżej grubości krytycznej, to jest do 6-15 nm pozwala uniknąć obecności dyslokacji niedopasowania i w konsekwencji uzyskać detektor o bardzo małej gęstości prądu ciemnego. Zakres spektralny wykrywanego promieniowania zależy głównie od składu i grubości warstwy absorpcyjnej i może być modyfikowany poprzez dodatkowe warstwy umieszczone po obu stronach warstwy absorpcyjnej.

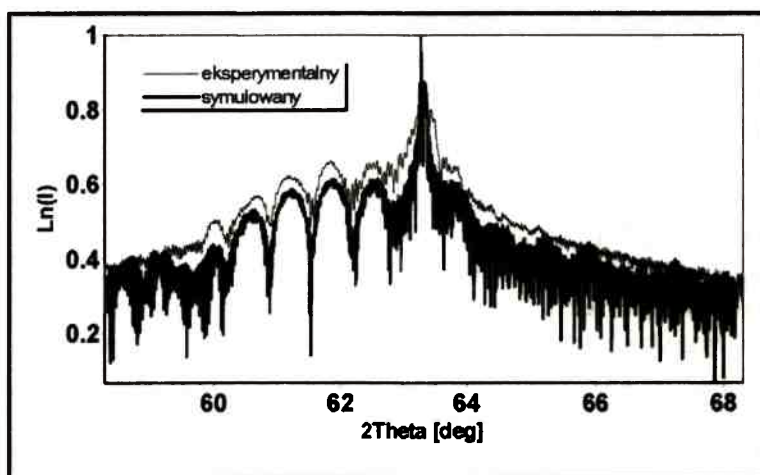
Opracowaną rentgenowską metodę badawczą zastosowano do sprawdzenia profilu składu chemicznego luster Bragga, a także heterostruktury InP z warstwami InGaAs której nominalny skład chemiczny jest przedstawiony w Tab. 13.

Tabela 13. Docelowy profil składu chemicznego badanego detektora półprzewodnikowego.

Table 13. The targeted chemical composition profile of investigated detector.

| Nr | Materiał | Grubość [nm] | Elementy heterostruktury |
|----|--|--------------|--------------------------|
| 1 | InP, n | 3500 | podłoże |
| 2 | InP, n | 180 | bufor domieszkowany |
| 3 | InP, i | 500 | bufor |
| 4 | $\text{In}_{0,53}\text{Ga}_{0,47}\text{As}$ | 10 | bariera |
| 5 | $\text{In}_{0,75}\text{Ga}_{0,25}\text{As}$, nd | 5 | studnia kwantowa |
| 6 | $\text{In}_{0,53}\text{Ga}_{0,47}\text{As}$ | 10 | bariera |
| 7 | $\text{In}_{0,75}\text{Ga}_{0,25}\text{As}$, nd | 5 | studnia kwantowa |
| 8 | $\text{In}_{0,53}\text{Ga}_{0,47}\text{As}$ | 10 | bariera |
| 9 | InP, i | 1000 | bariera |
| 10 | InP, p | 250 | bariera |
| 11 | $\text{In}_{0,53}\text{Ga}_{0,47}\text{As}$, p | 250 | bariera |

Weryfikację poprawności wykonania tego układu epitaksjalnego przeprowadzono za pomocą numerycznej analizy rentgenowskiego profilu dyfrakcyjnego. Rys. 3.22 przedstawia rentgenowskie profile dyfrakcyjne: eksperymentalny i symulowany, otrzymane dla badanej heterostruktury.



Rys. 3.22. Eksperymentalny i symulowany rentgenowski profil dyfrakcyjny detektora z silnie naprężoną warstwą aktywną InGaAs.

Fig. 3.22. Experimental and calculated x-ray diffraction profiles for detector structure with highly strained InGaAs active layer.

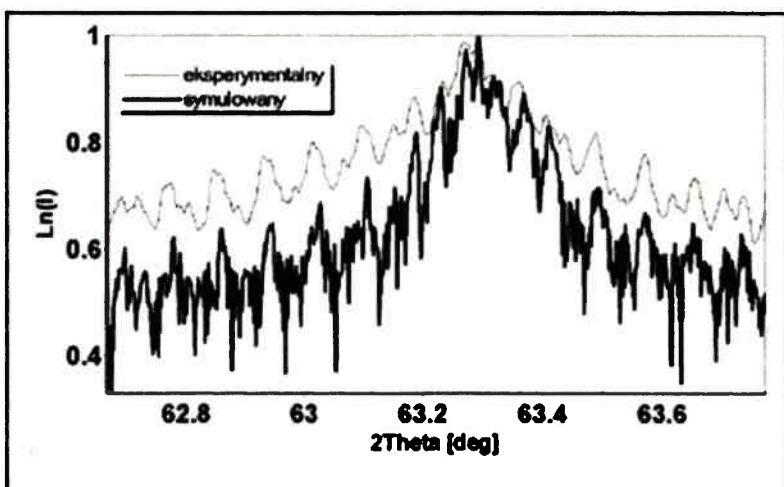
Tabela 14. Rzeczywisty profil składu chemicznego badanego detektora półprzewodnikowego.
Table 14. The determined chemical composition profile of the investigated detector.

| Nr | Materiał | Grubość [nm] | Element heterostruktury | $\Delta x/x$ | $\Delta d/d$ |
|----|---|--------------|-------------------------|--------------|--------------|
| 1 | InP, n | 3500 | podłoże | - | - |
| 2 | InP, n | 200 | bufor domieszkowany | - | 11% |
| 3 | InP, i | 505 | bufor | - | 1% |
| 4 | $\text{In}_{0,535}\text{Ga}_{0,465}\text{As}$ | 8,9 | bariera | 0,9% | -11% |
| 5 | $\text{In}_{0,73}\text{Ga}_{0,27}\text{As}$, nd | 5,6 | studnia kwantowa | 2,6% | 12% |
| 6 | $\text{In}_{0,535}\text{Ga}_{0,465}\text{As}$ | 8,9 | bariera | 0,9% | -11% |
| 7 | $\text{In}_{0,73}\text{Ga}_{0,27}\text{As}$, nd | 5,6 | studnia kwantowa | 2,6% | 12% |
| 8 | $\text{In}_{0,535}\text{Ga}_{0,465}\text{As}$ | 8,9 | bariera | 0,9% | -11% |
| 9 | InP, i | 952 | bariera | - | -4,8% |
| 10 | InP, p | 240 | bariera | - | -4% |
| 11 | $\text{In}_{0,525}\text{Ga}_{0,475}\text{As}$, p | 240 | bariera | -0,9% | -4% |

Porównanie wyników zamieszczonych w Tab. 13-14 wskazuje na bardzo dobrą zgodność struktury rzeczywistej i struktury nominalnej. Szczególnie zwraca uwagę doskonała zgodność zarówno składu chemicznego jak i grubości warstwy aktywnej. Jest to szczególnie wymowne ponieważ dotyczy warstwy aktywnej o składzie indu

na poziomie ułamka molowego o wartości 0,73. Skład ten determinuje bardzo silne naprężenia pomiędzy warstwą a barierami. Fakt, że udało się otrzymać warstwę o dobrze określonych wąskich interfejsach jest silną przesłanką na skuteczność opracowanej metody.

W przypadku lustra Bragga założenia technologiczne dotyczące profilu składu chemicznego były następujące: warstwa InGaAs o składzie In = 0.53 i grubości 131 nm, warstwa InP o grubości 151 nm, dwuwarstwa InGaAs/InP powtórzona dziewięć razy. Sprawdzenia poprawności wykonania tego układu epitaksjalnego dokonano tak samo jak poprzedniego, przy zastosowaniu numerycznej analizy rentgenowskiego profilu dyfrakcyjnego.



Rys. 3.23. Eksperymentalny i obliczony profil dyfrakcyjny dla lustra Bragga składającego się z dziewięciu warstw InGaAs/InP.

Fig. 3.23. Experimental and calculated x-ray diffraction profiles for Bragg mirror containing nine InGaAs/InP bilayer.

Analizując obydwa profile dyfrakcyjne przedstawione na Rys. 3.23 widoczna jest zgodność położenia kątownego, a także natężeń odpowiadających sobie refleksów satelitarnych. Niewielkie różnice, które występują w obu profilach oznaczają, że badany kryształ nie jest kryształem idealnym i mogą w nim występować deformacje sieci krystalicznej nie uwzględnione podczas przeprowadzania obliczeń. Nie zmienia to jednak faktu, że w badanym kryształcie dobrze wyznaczono podstawowe parametry opisujące jego strukturę, takie jak: grubości poszczególnych warstw oraz ich skład chemiczny. Symulowany profil dyfrakcyjny został otrzymany przy założeniu, że ułamek molowy indu w kolejnych warstwach InGaAs waha się w granicach $\pm 1,5\%$ wokół zakładanej wartości średniej równej 0,535.

Doświadczenia zdobyte podczas badania poszczególnych elementów fotodiody wskazują, że dla cienkiej wnęki rezonansowej metoda rentgenowska pozwala wyznaczyć

grubości warstwy z dokładnością do jednej płaszczyzny atomowej, a jej skład chemiczny z dokładnością rzędu jednego procenta. W przypadku luster Bragga, o dużej grubości, gdy liczba płaszczyzn atomowych może osiągnąć kilkadziesiąt tysięcy, jest w praktyce niemożliwe zbadanie składu chemicznego każdej z nich. W związku z tym należy podzielić kryształ na lamelki o stałym składzie chemicznym i tak dobierać ich grubości, żeby profil symulowany odzwierciedlał główne cechy profilu doświadczalnego.

3.5. Podsumowanie

W wyniku systematycznych badań heterostruktur opracowano nieniszczącą metodę określania profilu składu chemicznego i lateralnej jednorodności warstw epitaksjalnych zawierających studnie kwantowe.

Ze względu na wysoki stopień złożoności badanych heterostruktur metodę tę opracowano poprzez sukcesywną realizację prac badawczych, których rezultaty są następujące:

1. Opracowano metodykę wyznaczenia profilu składu chemicznego dla zagrzebanej, cienkiej i silnie naprężonej warstwy InGaAs. Jako główną technikę zaproponowano wysokorozdzielczą dyfraktometrię rentgenowską. Otrzymane tą techniką rezultaty były weryfikowane przy wykorzystaniu metod takich jak: RBS, a także XRR. Lateralną jednorodność badanych obiektów oceniano metodą HRXRD stosując skanowanie otoczenia węzła 004 w kierunku prostopadłym do wektora sieci odwrotnej. Otrzymane wyniki wykazują w zakresie wyznaczenia grubości warstwy naprężonej dobrą zgodność z wynikami otrzymanymi metodą RBS, a także niezłą zgodność z wynikami otrzymanymi metodą reflektometryczną. Analiza wyników pozwoliła wyznaczyć szybkości wzrostu warstwy InGaAs w funkcji czasu jej odkładania. Stwierdzono, że na bardzo wczesnym etapie wzrostu epitaksjalnego szybkość ta jest znacząco większa od szybkości która ustala się po pierwszych 20 sekundach od rozpoczęcia procesu.

2. Opracowano metodykę określania profilu składu chemicznego heterostruktur z cienką, silnie naprężoną warstwą aktywną InGaAs. Wykorzystano w tym przypadku analizę rentgenowskich profili dyfrakcyjnych. W technologii osadzania warstwy aktywnej InGaAs wykorzystano wyznaczoną zależność szybkości wzrostu od czasu odkładania.

3. Opracowano metodykę określania profilu składu chemicznego supersieci z cienkimi, silnie naprężonymi warstwami InGaAs. Badania przeprowadzono z zastosowaniem struktury stanowiącej obszar czynny lasera pracującego na długości fali 980 nm. Wyznaczono grubości bariery i studni kwantowej oraz skład chemiczny, a także szybkości ich wzrostu w funkcji przepływów nośników gazów roboczych. Ta metodyka badawcza pozwoliła także na określenie lateralnej jednorodności badanych obiektów. W przypadku wystąpienia szorstkości interfejsów stwierdzono zanik maksimum dyfrakcyjnych związanych z efektami interferencyjnymi pochodzącymi od całkowitej grubości układu epitaksjalnego. Wniosek ten znajduje potwierdzenie wynikami badań powierzchni wykonanymi techniką AFM. Wyniki otrzymane za pomocą opracowanej

metody pozwoliły z jednej strony wskazać optymalne szybkości przepływu gazów roboczych, które minimalizują efekty szorstkości interfejsów, a z drugiej strony dobrać właściwe rozmiary tarasów.

Reasumując, wykazano, że wysokorozdzielcza dyfraktometria rentgenowska zastosowana z wykorzystaniem bardzo silnego promieniowania synchrotronowego i metod numerycznych jest adekwatnym i precyzyjnym narzędziem do określania profilu składu chemicznego heterostruktur z bardzo cienkimi naprężonymi warstwami aktywnymi. Potwierdzono także przydatność metody RBS, a także XRR na wstępnym etapie określania profilu składu chemicznego jako narzędzi wspomagających wysokorozdzielczą dyfraktometrię rentgenowską.

Stwierdzono, że dla określenia lateralnej jednorodności badanych obiektów należy oprócz wysokorozdzielczej dyfraktometrii rentgenowskiej wykorzystywać zarówno możliwości techniki mikroskopii sił atomowych, jak i reflektometrii rentgenowskiej. Zastosowanie powyższych trzech metod pozwoliło: 1) odkryć zależności szybkości wzrostu od czasów osadzania studni kwantowej i szybkości przepływów gazów roboczych, 2) zoptymalizować parametry charakteryzujące wzrost epitaksjalny pod kątem lateralnej jednorodności i zgodności pomiędzy projektowanym i otrzymywanym profilem składu chemicznego, 3) otrzymać heterostruktury o zakładanych właściwościach aplikacyjnych.

BIBLIOGRAFIA

- [1] Darwin C.G.: *Philos. Mag.*, 27,(1914) 315 ; (1914) 27, 675
- [2] Durbin S.M., Follis G.C.: *Phys. Rev. B*, 51, 15, (1995), 10127
- [3] Luger P.: *Rentgenografia strukturalna monokryształów*, PWN, Warszawa 1989
- [4] G.N. Ramachandran, R.S. Srinivasan: *Fourier methods in crystallography*, Buerger ed. London 1990
- [5] Maurin K.: *Analiza*, cz. 2 PWN, Warszawa 1971
- [6] Gaca J., Wójcik M.: *Appl. Phys. Lett.*, 65, 8, (1994), 977-979
- [7] Samuelson L., Seifert W.: *Metalorganic vapour phase epitaxial growth of ultra-thin quantum wells and heterostructures*, Handbook of Crystal Growth 3 (1994)
- [8] Gaca J., Wójcik M.: The HRXRD investigation of the lateral chemical composition distribution in superlattice crystals, 18th IUCr Congress & General Assembl, (Abstracts) 4th – 13th August 1999, Glasgow
- [9] Gi-Hong RUE at al: Characterization of uried ultrathin layer and multilayer system by X-Ray scattering, *Jpn. J. Appl. Phys.*, 41 (2002), 3039–3042, Part 1, No. 5A, May 2002
- [10] Chu W.K., Nicolet M. A., Mayer J. W.: *Backscattering spectroscopy*, Academic Press, New York 1978
- [11] Feldman L.C., Mayer J. W.: *Ion channeling in materials science*, Academic Press, New York 1984

- [13] Stonert A., Turos A., Breeger B., Wendler E., Wesch W.: Defect transformations in $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ at low temperatures *Mod. Phys. Lett. B15*, (2001), 1437
- [14] Wierzchowski W., Turos A., Wieteska K., Graeff W.: Synchrotron investigation of strain profiles in implanted semiconductors, *Vacuum*, 63, 767, (2001)
- [15] Stoev K., Sakurai K.: *The Rigaku Journal*, 14, 2 (1997), 22- 37
- [16] Ming, Z.H at all: *J.Appl.Phys.* 80, 8 ; (1996), 4372-4376
- [17] Turos A., Gaca J., Wójcik M. et al.: *Nucl. Instr.& Math. Res.*, 8 (2004)
- [18] Gaca J., Wójcik M., Turos A.: 21th ECM Durban, South Africa, Abstract Book s. 178, (2003)
- [19] Strupinski W., Wójcik M., Gaca J.: 11TH Bienn. Work. On OMVPE, Keystone USA, Abstract Book ACCCGE, 125
- [20] Wójcik M., Gaca J., Turos A.: 21th ECM Durban, South Africa, Abstract Book, 177, (2003)
- [21] Zynek J., Wójcik M., Gaca J.: 17th Szkoła Optoelektroniki, Kazimierz Dolny, Abstract Book, 1, (2003)
- [22] Sinha S. K. et. al.: *Phys. Rev. B*, 38, 4, (1988), 2297-2304
- [23] Takagi S.: *J. Phys, Soc. Jpn.*, 26, (1969), 1239
- [24] Taupin T., *Bull. Soc. Fr. Mineral. Crystallogr.* 87, 469, (1964)

Pracę wykonano jako część grantu Nr 4 T/OC 007 33 finansowanego przez KBN. Prawa autorskie do wyników pracy są zastrzeżone w umowie grantowej 1096/T10/2002/22.

Summary

THE INVESTIGATION OF THE CHEMICAL COMPOSITION PROFILE AND LATERAL HOMOGENITY OF A^{III}B^V QUANTUM WELLS

The chemical composition and interplanar spacing profiles as well a lateral homogeneity of A^{III}B^V heterostructures containing highly strained $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ layer were investigated. The heterostructures grown by metallorganic chemical vapor deposition were characterized by means of high resolution x-ray diffractometry, x-ray reflectometry and Rutherford backscattering. In order to analyze the experimental results an algorithm for calculating the x-ray profiles based on Darwin diffraction theory has been worked out. The developed method was applied to find out: the dependence of the growth rate of the highly strained $\text{In}_x\text{Ga}_{(1-x)}\text{As}$ layer on a deposition time, the dependence of the interface profiles between supervise the growth proces of a resonant cavity enhanced photodiode heterostructure for which highly strained $\text{In}_x\text{Ga}_{(1-x)}\text{As}$ layer was an essential part.