

RENTGENOWSKA METODA OKREŚLANIA PROFILU SKŁADU CHEMICZNEGO W HETEROSTRUKTURACH GaN/InGaN OTRZYMYWANYCH METODĄ MOCVD NA PODŁOŻU SZAFIROWYM

Marek Wójcik, Włodzimierz Strupiński, Mariusz Rudziński, Jarosław Gaca

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

Streszczenie: Opracowano procedurę graficznego modelowania profilu składu chemicznego w obszarze interfejsu dla związków A^mN , która w znacznym stopniu ułatwia i skraca proces tworzenia modelu kryształu wielowarstwowego InGaN/GaN. Procedurę tę wykorzystano w trójstopniowej metodzie modelowania heterostruktur InGaN/GaN i z powodzeniem zastosowano do zbadania realnej struktury systemów epitaksjalnych wytworzonych w ITME.

Słowa kluczowe: HRXRD, heterostruktura, interfejs, GaN, InGaN

HRXRD INVESTIGATION OF THE CHEMICAL COMPOSITION PROFILE IN THE GaN/InGaN HETEROSTRUCTURES GROWN BY THE MOCVD METHOD ON A SAPPHIRE SUBSTRATE

Abstract: A procedure for forming a graphical chemical composition profile in the interface region was developed for A^mN compounds. It greatly simplifies and shortens the process of creating the model of InGaN/GaN heterostructures. The three-step-method was successfully worked out and used for modeling the InGaN/GaN structure, and finally applied to the investigation of the real structure of epitaxial systems produced at ITME by means of the MOCVD technique.

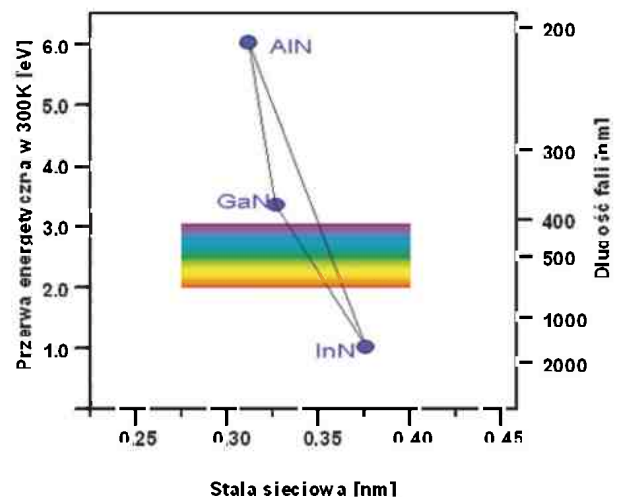
Key words: HRXRD, heterostructure, interface, GaN, InGaN

1. WSTĘP

Celem badań było opracowanie rentgenowskiej, nieniszczącej metody określania profilu składu chemicznego dla heterostruktur InGaN/GaN ze szczególnym uwzględnieniem profilu interfejsów występujących pomiędzy warstwami o różnym składzie chemicznym. Supersieci InGaN/GaN,

w których studniami kwantowymi są warstwy InGaN o grubości od 2 nm do 3 nm są stosowane w diodach laserowych przy czym w zależności od koncentracji indu można otrzymać lasery ultrafioletowe, fioletowe lub niebieskie, a dla bardzo wysokiej koncentracji indu można nawet otrzymać lasery zielone (Rys. 1).

Wzrost warstw InGaN wymaga niższej temperatury niż wzrost warstw GaN, co może powodować zarówno niejednorodne wbudowywanie się indu w sieć krystaliczną, jak i zwiększenie koncentracji zanieczyszczenia tlenowego, a także szorstkości rosnącej warstwy. Wymienione powyżej zjawiska mogą wpływać na rozmycie profilu interfejsów pomiędzy warstwami InGaN oraz GaN, a to z kolei ma kluczowe znaczenie dla późniejszych zastosowań



Rys. 1. Zakres spektralny $Ga_xIn_{(1-x-y)}Al_yN$ zawiera się od 0,7 eV (dla $x = 0, y = 0$) do 3,4 eV (dla $x = 1, y = 0$), odpowiada temu długość fali od 364 nm do 1770 nm.

Fig. 1. $Ga_xIn_{(1-x-y)}Al_yN$ spectral range: between 0.7 eV (for $x = 0, y = 0$) and 3.4 eV (for $x = 1, y = 0$), corresponding to wavelength between 364 nm and 1770 nm.

optoelektronicznych tych heterostruktur. Wydają i nieniszczącą metodą, która pozwala badać profil składu chemicznego w obszarze interfejsów jest metoda rentgenowska [1 - 2], pozwalająca określić skład chemiczny każdej płaszczyzny atomowej systemu epitaksjalnego prostopadłej do kierunku wzrostu. [3].

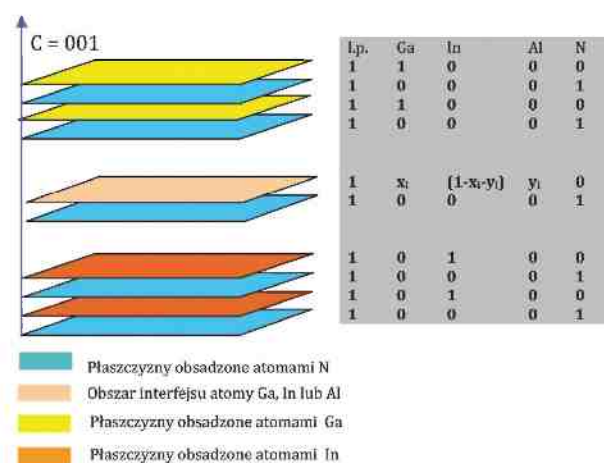
2. EKSPERYMENT

Heterostruktury InGaN/GaN zostały wykonane w ITME. Podwójne warstwy epitaksjalne InGaN/GaN o grubościach od 3 nm do 30 nm odkładano na podłożu szafirowym o orientacji 001 metodą MOCVD w urządzeniu do epitaksji związków III-N typu AIX 200/4 RF-S firmy AIXTRON. W urządzeniu tym poziomy reaktor pozwala na załadowanie jednej dwucalowej płytki. Przepływ gazów przez reaktor ma charakter laminarny, co umożliwia dokładną kontrolę składu chemicznego odkładanej warstwy [4 - 5]. Laminarny przepływ gazów roboczych pozwala wymienić atmosferę gazową w sposób natychmiastowy i kontrolować ostre przejścia pomiędzy warstwami, a także ich grubość w zakresie atomowym. Podłoże jest obracane za pomocą systemu *Gas Foil Rotation Technique*, który gwarantuje bardzo wysoką czystość i duży stopień bezpieczeństwa. Brak przelożeń mechanicznych prowadzi do znacznego wzrostu niezawodności, a połączenie obrotów stolika i laminarnego przepływu gazów roboczych prowadzi do powtarzalnych charakterystyk otrzymywanych heterostruktur.

2. 1. Metodyka badawcza

Badanie profilu składu chemicznego systemów epitaksjalnych przy użyciu wysokorozdzielczej dyfraktometrii rentgenowskiej wymaga zastosowania metod numerycznych [6 - 8]. Te metody wymagają utworzenia modelu badanego kryształu w ten sposób, że układany jest on z kolejnych płaszczyzn atomowych, które są prostopadłe do kierunku wzrostu. Na Rys. 2 jest to kierunek [001]. Zeby model był kompletny, to dla każdej płaszczyzny należy określić jej skład chemiczny co powoduje, że dla kolejnych płaszczyzn atomowych heterostruktury $\text{Ga}_x\text{In}_{(1-x)}\text{Al}_y\text{N}$ należy podać dwie liczby rzeczywiste z przedziału $\langle 0,1 \rangle$: liczbę x – oznaczającą ułamek molowy galu oraz liczbę y czyli ułamek molowy glinu, przy czym $x + y \leq 1$. W ten sposób otrzymuje się model

kryształu złożonego z $2N$ płaszczyzn atomowych, w którym co druga płaszczyzna jest obsadzona przez atomy azotu. Model ten odpowiada macierzy o trzech kolumnach, której elementami są: ułamek molowy galu x_i , ułamek molowy indu $(1-x_i-y_i)$, a także ułamek molowy aluminium y_i , gdzie i jest liczbą naturalną z zakresu od 1 do N i numeruje wszystkie płaszczyzny atomowe modelowanej heterostruktury prostopadłe do kierunku wzrostu.

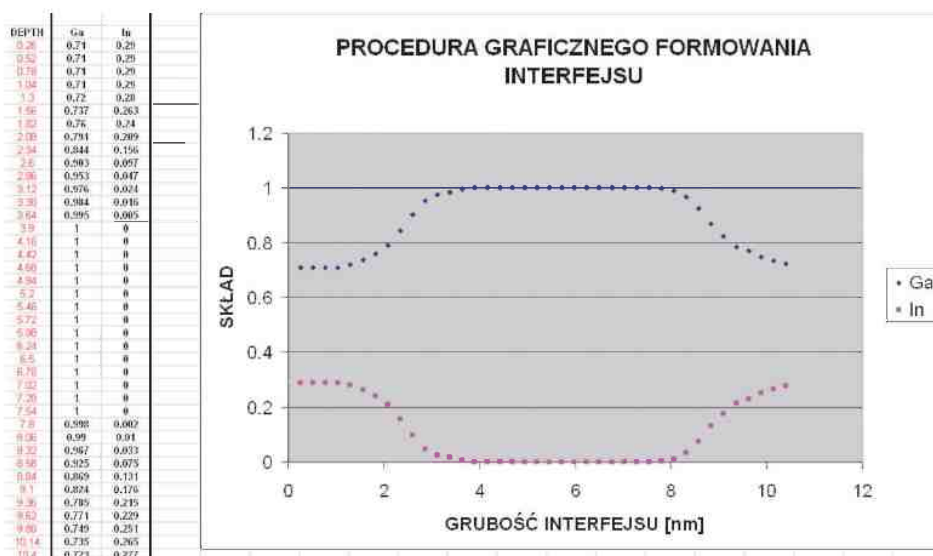


Rys. 2. Model heterostruktury (GaN/In)N z uwzględnionym obszarem interfejsu gdzie może powstać płaszczyzna atomowa o składzie pośrednim np. $\text{In}_{0.5}\text{Ga}_{0.5}\text{N}$ dla $x = 0.5$, $y = 0$, w pierwszej kolumnie tabeli znajduje się liczba płaszczyzn o założonym składzie chemicznym.

Fig. 2. The model of the heterostructure (GaN/In)N with the area of the interface with the atomic plane of the intermediate composition such as $\text{In}_{0.5}\text{Ga}_{0.5}\text{N}$ for $x = 0.5$, $y = 0$, in the first column of the table there is the number of planes with the assumed chemical composition.

Opisany powyżej sposób tworzenia modelu kryształu jest bardzo wygodny w zastosowaniu do systemów epitaksjalnych o prostokątnych interfejsach. Pewne trudności pojawiają się gdy profil interfejsów zaczyna odbiegać od prostokątnego. Dzieje się tak dlatego, że wtedy kolejne płaszczyzny atomowe tworzące interfejs różnią się składem chemicznym. Z tego też względu opracowano i uruchomiono procedurę przyspieszającą zadawanie składu chemicznego płaszczyzn atomowych w rozważanym obszarze, że w granicach dopuszczalnych przez teorię

Procedura graficznego modelowania profilu interfejsu polega na tym, że przesuwanie kolejnych aktywnych przycisków w obszarze okna pokazanego na Rys. 3 generuje odpowiednie kolumny x_i , $(1-x_i-y_i)$, y_i macierzy modelu kryształu, a jednocześnie wizualizuje skład chemiczny danej płaszczyzny atomowej, co pozwala oceniać profil interfejsu. Oczywiście



Rys. 3. Procedura graficznego formowania interfejsu użyta do wygenerowania interfejsu w obszarze 11 płaszczyzn atomowych pomiędzy warstwami $\text{In}_{0,29}\text{Ga}_{0,71}\text{N}$ oraz GaN.

Fig. 3. The procedure for the interface creation. In this case it was used to generate the interface consisting of 11 atomic planes between $\text{In}_{0,29}\text{Ga}_{0,71}\text{N}$ and GaN layers.

l.p.	Ga	In	Al	N	Skład chemiczny
4	0,71	0,29	0	1	$\text{In}_{0,29}\text{Ga}_{0,71}\text{N}$
1	0,72	0,28	0	1	Obszar interfejsu $\text{In}_{0,29}\text{Ga}_{0,71}\text{N}/\text{GaN}$
1	0,737	0,263	0	1	
1	0,76	0,24	0	1	
1	0,791	0,209	0	1	
1	0,844	0,156	0	1	
1	0,903	0,097	0	1	
1	0,953	0,047	0	1	
1	0,976	0,024	0	1	
1	0,984	0,016	0	1	
1	0,995	0,005	0	1	
15	1	0	0	1	
1	0,998	0,002	0	1	Obszar interfejsu $\text{GaN}/\text{In}_{0,29}\text{Ga}_{0,71}\text{N}$
1	0,99	0,01	0	1	
1	0,967	0,033	0	1	
1	0,925	0,075	0	1	
1	0,869	0,131	0	1	
1	0,824	0,176	0	1	
1	0,785	0,215	0	1	
1	0,771	0,229	0	1	
1	0,749	0,251	0	1	
1	0,735	0,265	0	1	
1	0,723	0,277	0	1	

Tab. 1. Profil składu chemicznego w kierunku wzrostu, odpowiadający Rys. 3.

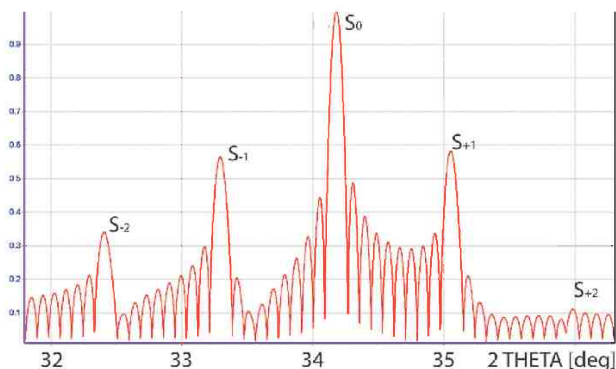
Tab. 1. Chemical composition profile in the growth direction, corresponding to Fig. 3.

ście procedura ta posiada ograniczenia, które uniemożliwiają otrzymanie niefizycznego składu chemicznego płaszczyzny tworzącej interfejs. W ten sposób powstał, zamieszczony w Tab. 1, profil składu chemicznego w kierunku wzrostu heterostruktury. Macierz $[x_i, (1-x_i-y_i), y_i]$ można bezpośrednio zaimplementować do programu *X-diffraction* i w ten sposób obliczyć rentgenowski profil dyfrakcyjny (Rys. 6), który odpowiada modelowi heterostruktury otrzymanemu za pomocą opi-

sanej procedury. Gdy w badanej heterostrukturze występuje więcej niż jeden interfejs uwzględniono możliwość multiplikowania otrzymanych macierzy danych, tak aby w efekcie otrzymać macierz odpowiadającą realnemu systemowi epitaksjalnemu. Na Rys. 4 pokazano rentgenowski profil dyfrakcyjny obliczony w zakresie kątowym 2θ od 32° do 36° dla przypadku pięciu studni InGaN/GaN o profilu składu chemicznego jak w Tab. 1. W tym zakresie kątowym rentgenowski profil dyfrakcyjny posiada pik główny oznaczony jako s_0 występujący w okolicach kąta $34,5^\circ$. Położenie tego refleksu na skali kątowej związane jest ze średnim składem chemicznym heterostruktury.

Natężenie refleksu głównego zależy zarówno od średniego składu chemicznego heterostruktury, jak i od liczby oraz grubości warstw podwójnych InGaN/GaN . Poza tym obserwuje się występowanie czterech refleksów pobocznych $s_{-2}, s_{-1}, s_{+1}, s_{+2}$ a ich położenia zależą przede wszystkim, od grubości warstwy podwójnej InGaN/GaN , ale też w nieco mniejszym stopniu od jej składu chemicznego. Ta ostatnia zależność wynika z tego, że odległości między kolejnymi płaszczyznami atomowymi, tworzącymi omawianą warstwę podwójną nie są parametrami niezależnymi ale wynikają z prawa Vegarda i są obliczane ze składu chemicznego dwu sąsiednich płaszczyzn atomowych.

Rentgenowski profil dyfrakcyjny charakteryzuje się także występowaniem, praktycznie w całym zakresie kątowym maksimum grubościowych, których



Rys. 4. Rentgenowski profil dyfrakcyjny obliczony dla interfejsu pomiędzy $\text{In}_{0.29}\text{Ga}_{0.71}\text{N}$ oraz GaN przedstawionego na Rys. 3 i powtórzonym 5 razy w objętości całej heterostruktury.

Fig. 4. X-ray diffraction profile calculated for the interface between $\text{In}_{0.29}\text{Ga}_{0.71}\text{N}$ and GaN layers presented in Fig. 3 and repeated 5 times in the volume of the entire heterostructure.

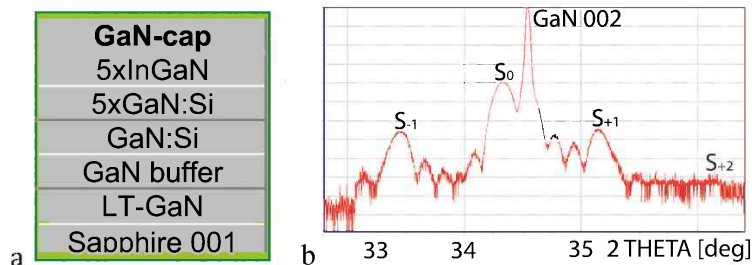
położenia na skali kątowej zależą od całkowitej grubości heterostruktury i nazywane są maksimami grubościowymi.

2. 2. Analiza kształtu profili dyfrakcyjnych

W celu stwierdzenia w jakim stopniu profil interfejsu wpływa na rentgenowski profil dyfrakcyjny przeprowadzono analizę porównawczą położenia, a także natężeń satelitarnych pików dyfrakcyjnych o indeksach -2, -1, 0, 1, 2 i stwierdzono, że natężenia tych refleksów maleją monotonicznie wraz ze wzrostem grubości interfejsu. Zależność ta nie dotyczy refleksu głównego (refleksu o indeksie 0, którego położenie praktycznie nie zmienia się wraz ze zmianą grubości interfejsu), a najbardziej czułe na zmiany grubości interfejsu pomiędzy warstwą InGaN oraz GaN jest natężenie refleksu satelitarnego o numerze -2.

Zbadano także zależności pomiędzy położeniami refleksów satelitarnych i grubością interfejsu, i stwierdzono, że podobnie jak w przypadku natężeń największą czułością na zmiany grubości interfejsu charakteryzuje się pik o indeksie -2. Biorąc to pod uwagę należy w celu określenia kształtu interfejsu przede wszystkim analizować tę część profilu dyfrakcyjnego, która występuje po niskokątowej stronie refleksu głównego, ponieważ to właśnie ta część wykazuje największą czułość na zmiany profilu składu chemicznego heterostruktury InGaN/GaN w obszarze interfejsów.

Wnioski wynikające z powyższej analizy zostały wykorzystane do określenia realnej struktury badanych obiektów, a opracowana metodyka zaprezentowana zostanie na przykładzie heterostruktury 019-HQ, której najważniejszym elementem jest układ pięciu studni InGaN/GaN odkładanych w temperaturze 765°C . Warstwa InGaN odkładana była przez 70 s, warstwa GaN przez 300 s. Układ studni został odłożony na warstwie GaN o grubości ~ 3000 nm wliczając w to 20 nm warstwę nukleacyjną GaN oraz warstwę buforową GaN o grubości 480 nm. Studnie przykryte zostały warstwą GaN odkładaną przez 7 s, a cała heterostruktura powstała na podłożu szafirowym o orientacji 001 (Rys. 5a), natomiast rentgenowski profil dyfrakcyjny otrzymany dla tego kryształu prezentowany jest na Rys. 5b. Profil doświadczalny różni się nieco od omawianego profilu teoretycznego właściwego dla układu 5 studni InGa/GaN. W centralnej części profilu dla kąta $2\theta = 34,54^\circ$ występuje dominujący refleks 002 pochodzący od względnie grubej warstwy GaN znajdującej się bezpośrednio pod studniami. Poza tym refleksem w prezentowanym profilu wyróżnić można bardzo dobrze wykształcone piki: główny s_0 , oraz refleksy satelitarne s_{-1} , s_{+1} , a także s_{+2} właściwe dla układu 5 studni.



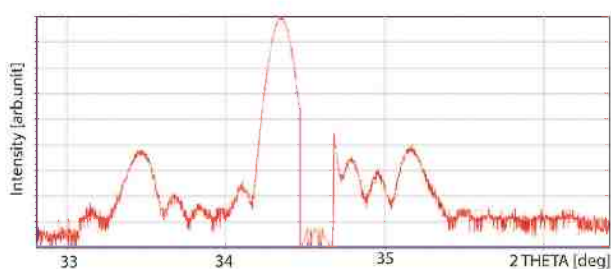
Rys. 5. a - schemat heterostruktury 019-HQ, b - rentgenowski doświadczalny profil dyfrakcyjny dla heterostruktury 019-HQ.

Fig. 5. a - The scheme of the heterostructure 019-HQ, b - experimental X-ray diffraction profile for the heterostructure 019-HQ.

2. 3. Modelowanie heterostruktury InGaN/GaN

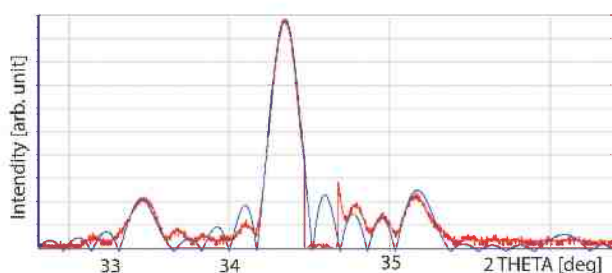
Określenie budowy krystalicznej heterostruktury InGaN/GaN polega na zastosowaniu metody trójstopniowej. Poniżej, na przykładzie modelowania kryształu pochodzącego z procesu 019-HQ pokazane są kolejne kroki tej metody.

Krok pierwszy polega na możliwie jak najdokładniejszym określeniu średniego składu chemicznego, ale także grubości



Rys. 6. Testowy profil doświadczalny dla 019-HQ z usuniętym refleksiem 002 GaN.

Fig. 6. The experimental test profile for 019-HQ with GaN 002 reflection removed.



Rys. 7. Profile: doświadczalny testowy - krzywa czerwona oraz obliczony - krzywa niebieska, otrzymany w pierwszym kroku procedury tworzenia modelu heterostruktury.

Fig. 7. The experimental test (red curve) and calculated (blue curve) profiles obtained in the first step of creating a heterostructure model.

warstwy podwójnej $\text{Ga}_x\text{In}_{(1-x)}\text{N}/\text{GaN}$. Aby osiągnąć oba zakładane cele z profilu doświadczalnego usuwa się refleks 002GaN i w ten sposób otrzymuje się profil testowy prezentowany na Rys 6.

W procesie poszukiwania najlepszego dopasowania pokazanego na Rys. 7 profilu teoretycznego do profilu eksperymentalnego otrzymano poniższy model heterostruktury:

- I) skład warstwy InGaN : In = 0,29, Ga = 0,71,
- II) grubość warstwy InGaN wynosi 2,136 nm,
- III) średnia odległość między płaszczyznami 002 w warstwie InGaN wynosi 0,13350 nm,
- IV) skład warstwy GaN jest Ga = 1,
- V) grubość warstwy GaN wynosi 8,5619 nm,
- VI) średnia odległość między płaszczyznami 002 w warstwie GaN wynosi 0,12973 nm,
- VII) całkowita grubość warstwy podwójnej InGaN/GaN wynosi 10,698 nm,
- VIII) średni skład chemiczny w objętości warstwy podwójnej jest Ga = 0,943 In = 0,057.

Wyznaczenie średniego składu chemicznego oraz całkowitej grubości warstwy podwójnej kończy krok pierwszy.

Krok drugi polega na utworzeniu (przy stosowaniu minimalnych koniecznych zmian dotyczących

parametrów wyznaczonych w pierwszym kroku czyli całkowitej grubości warstwy podwójnej i jej średniego składu chemicznego, modelu pełnej heterostruktury z wykorzystaniem prostokątnego profilu interfejsów pomiędzy warstwami InGaN i GaN, a także GaN i InGaN.

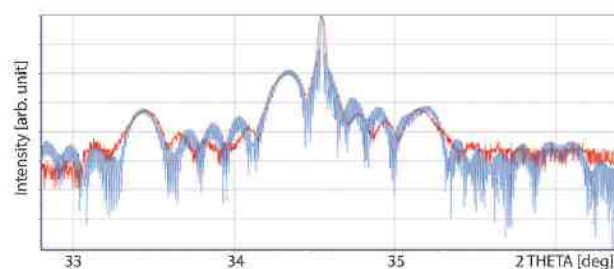
W kroku drugim procedury w przypadku heterostruktury takiej jak 019-HQ czyli odłożonej na podłożu szafirowym ustala się także całkowitą grubość warstw GaN włącznie z grubością warstwy nukleacyjnej i warstwy cap, natomiast w przypadku heterostruktur odkładanych na podłożu GaN objętościowe obliczenia należy prowadzić zakładając, że heterostruktura odłożona została na pół skończonym idealnym monokryształe GaN. Wynik tego dopasowania przedstawiony jest na Rys. 8.

W drugim kroku otrzymano następujący model heterostruktury:

- I) skład warstwy InGaN: In = 0,33, Ga = 0,67,
- II) grubość warstwy InGaN wynosi 2,41 nm,
- III) średnia odległość między płaszczyznami 002 w warstwie InGaN wynosi 0,13402 nm,
- IV) skład warstwy GaN jest Ga = 1,
- V) grubość warstwy GaN wynosi 8,5619 nm,
- VI) średnia odległość między płaszczyznami 002 w warstwie GaN wynosi 0,12973 nm,
- VII) całkowita grubość warstwy podwójnej InGaN/GaN wynosi 10,97 nm,
- VIII) średni skład chemiczny w objętości warstwy podwójnej jest Ga = 0,949 In = 0,051,
- IX) grubość warstw GaN wynosi 665,49 nm
- X) grubość całej heterostruktury wynosi 710,48 nm.

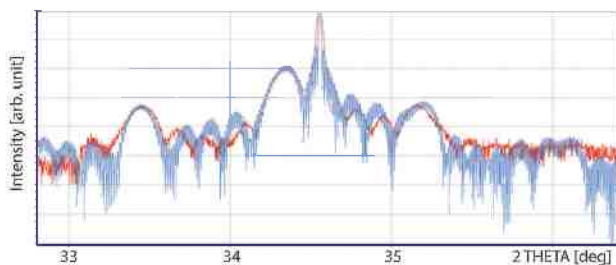
Udokładnienie średniego składu chemicznego oraz całkowitej grubości heterostruktury kończy krok drugi.

Krok trzeci polega na utworzeniu przy wykorzy-



Rys. 8. Profile: doświadczalny testowy - krzywa czerwona oraz obliczony - krzywa niebieska otrzymane w drugim kroku procedury tworzenia modelu heterostruktury.

Fig. 8. The experimental (red curve) and calculated (blue curve) profiles obtained in the second step of creating a heterostructure model.



Rys. 9. Profile: doświadczalny testowy - krzywa czerwona oraz obliczony - krzywa niebieska otrzymane w trzecim kroku procedury tworzenia modelu heterostruktury.

Fig. 9. The experimental (red curve) and calculated (blue curve) profiles obtained in the third step of creating a heterostructure model.

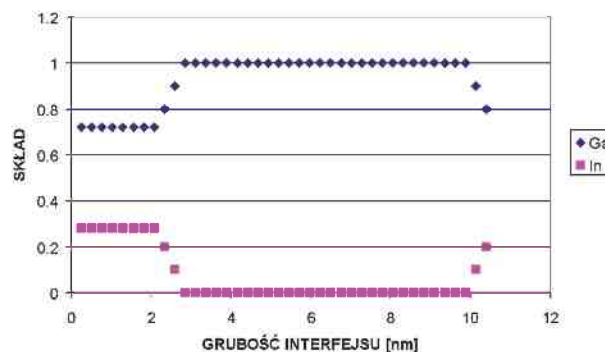
staniu procedury graficznego formowania interfejsu, modelu pełnej heterostruktury z różnymi interfejsami pomiędzy warstwami InGaN i GaN, a także GaN i InGaN, oraz na zweryfikowaniu, który z założonych interfejsów zapewnia najlepsze dopasowanie pomiędzy profilem doświadczalnym a profilem teoretycznym, ze szczególnym uwzględnieniem dopasowania w niskokątowym zakresie profilu dyfrakcyjnego. Na Rys. 9 prezentowany jest efekt przeprowadzenia tego kroku dla heterostruktury 019-HQ.

W trzecim kroku otrzymano następujący model heterostruktury:

- I) skład warstwy InGaN: In = 0,28, Ga = 0,72,
- II) grubość warstwy InGaN wynosi 2,1338 nm,
- III) średnia odległość między płaszczyznami 002 w warstwie InGaN wynosi 0,13337 nm,
- IV) interfejs pomiędzy warstwą $\text{In}_{0,28}\text{Ga}_{0,72}\text{N}$ i warstwą GaN ma grubość 0,5267 nm,
- V) średnia odległość między płaszczyznami 002 w interfejsie wynosi 0,13168 nm,
- VI) skład warstwy GaN jest Ga = 1,
- VII) grubość warstwy GaN wynosi 7,5241 nm,
- VIII) średnia odległość między płaszczyznami 002 w warstwie GaN wynosi 0,12973 nm,
- IX) interfejs pomiędzy warstwą GaN i warstwą $\text{In}_{0,28}\text{Ga}_{0,72}\text{N}$ ma grubość 0,5267 nm,
- X) średnia odległość między płaszczyznami 002 w interfejsie wynosi 0,13168 nm,
- XI) całkowita grubość warstwy podwójnej InGaN/GaN wynosi 10,711 nm,
- XII) średni skład chemiczny w objętości warstwy podwójnej jest Ga = 0,931 In = 0,069,
- XIII) grubość warstw GaN wynosi 656,93 nm w tym grubość cap-u wynosi 18,16 nm,
- XIV) grubość całej heterostruktury wynosi 709,42 nm.

Na Rys. 10 przedstawiony jest profil składu chemicznego, z uwzględnieniem obszaru interfejsu,

PROCEDURA GRAFICZNEGO FORMOWANIA INTERFEJSU



Rys. 10. Profil interfejsu o grubości w 0,5267 nm, wygenerowany za pomocą procedury graficznego formowania i wykorzystany dla otrzymania najlepszego dopasowania profilu doświadczalnego oraz obliczonego pokazanego na Rys. 9 dla heterostruktury 019-HQ.

Fig. 10. The profile of the interface with the thickness of 0.5267 nm generated by the graphical procedure and used to obtain the best fit between the experimental and calculated profiles presented in Figure 9 for the heterostructure 019-HQ.

su, uzyskany dla potrzeb symulacji dla powyższej przytoczonego modelu heterostruktury 0192-HQ i wygenerowany przy pomocy procedury graficznego formowania profilu interfejsu.

Trójstopniowa metoda tworzenia modelu heterostruktury InGaN/GaN pozwala nie tylko określić takie ważne parametry strukturalne systemu epitaksjalnego jak: średni skład chemiczny warstwy InGaN, średni skład chemiczny warstwy GaN, grubości obu warstw, ale przede wszystkim pozwala wnioskować o grubości interfejsu i wyznaczyć gradient składu chemicznego w jego obszarze.

3. ZASTOSOWANIE

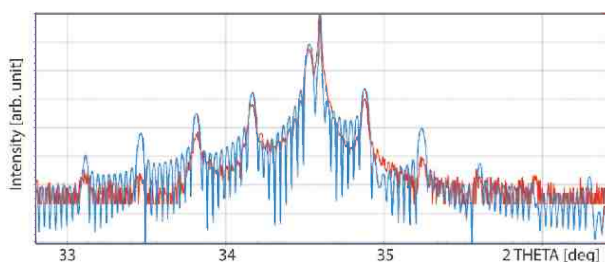
Opracowana powyżej trójstopniowa metoda tworzenia modelu heterostruktury InGaN/GaN została wykorzystana do określenia realnej budowy systemów epitaksjalnych wytwarzanych w Z-15 w ITME.

Heterostruktura 2256

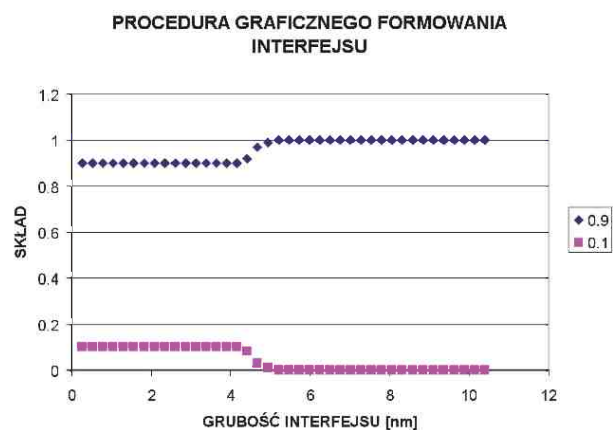
Model heterostruktury 2256:

- I) skład warstwy InGaN: In = 0,1, Ga = 0,9,
- II) grubość warstwy InGaN wynosi 7,7178 nm,
- III) średnia odległość między płaszczyznami 002 w warstwie InGaN wynosi 0,13103 nm,
- IV) interfejs pomiędzy warstwą $\text{In}_{0,1}\text{Ga}_{0,9}\text{N}$ i warstwą GaN ma grubość 0,7814 nm,

- V) średnia odległość między płaszczyznami 002 w interfejsie wynosi 0,13025 nm,
- VI) skład warstwy GaN jest $Ga = 1$,
- VII) grubość warstwy GaN wynosi 17,12 nm,
- VIII) średnia odległość między płaszczyznami 002 w warstwie GaN wynosi 0,12973 nm,
- IX) interfejs pomiędzy warstwą GaN i warstwą $In_{0,28}Ga_{0,72}N$ ma grubość 0,7814 nm,
- X) średnia odległość między płaszczyznami 002 w interfejsie wynosi 0,13025 nm,
- XI) całkowita grubość warstwy podwójnej InGaN/GaN wynosi 23,40 nm.



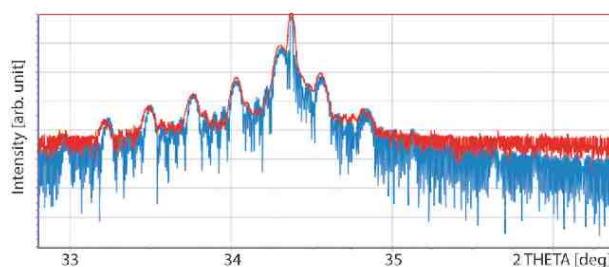
Rys. 11. Profile: doświadczalny testowy - krzywa czerwona oraz obliczony - krzywa niebieska otrzymane w trzecim kroku procedury tworzenia modelu heterostruktury 2256.
Fig. 11. The experimental (red curve) and calculated (blue curve) profiles obtained in the third step of creating the 2256 heterostructure model.



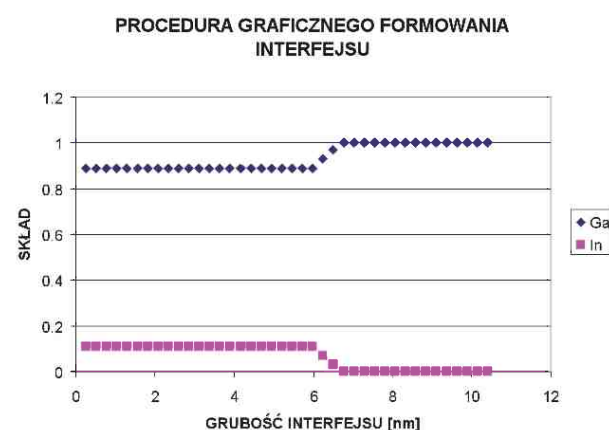
Rys. 12. Profil interfejsu o grubości 0,7814 nm wygenerowany za pomocą procedury formowania graficznego i wykorzystany dla otrzymania najlepszego dopasowania profilu doświadczalnego oraz obliczonego pokazanego na Rys. 11 dla heterostruktury 2256.
Fig. 12. The profile of the interface with the thickness of 0.7814 nm generated by the graphical procedure and used to obtain the best fit between the experimental and calculated profiles presented in Figure 11 for the heterostructure 2256.

Heterostruktura 2490-HQ2

Model heterostruktury 2490:



Rys. 13. Profile: doświadczalny testowy - krzywa czerwona oraz obliczony - krzywa niebieska otrzymane w trzecim kroku procedury tworzenia modelu heterostruktury 2490-HQ2.
Fig. 13. The experimental (red curve) and calculated (blue curve) profiles obtained in the third step of creating the 2490-HQ2 heterostructure model.



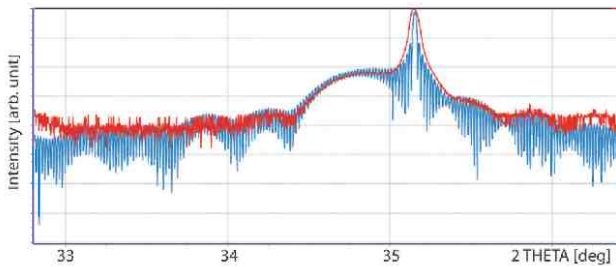
Rys. 14. Profil interfejsu o grubości 0,52 nm wygenerowany za pomocą procedury graficznego formowania i wykorzystany dla otrzymania najlepszego dopasowania profilu doświadczalnego oraz obliczonego pokazanego na Rys. 13 dla heterostruktury 2490-HQ.
Fig. 14. The profile of the interface with the thickness of 0.52 nm generated by the graphical procedure and used to obtain the best fit between the experimental and calculated profiles presented in Figure 13 for the 2490-HQ heterostructure.

- I) skład warstwy InGaN: $In = 0,11$, $Ga = 0,89$,
- II) grubość warstwy InGaN wynosi 6,033 nm,
- III) średnia odległość między płaszczyznami 002 w warstwie InGaN wynosi 0,13116 nm,
- IV) interfejs pomiędzy warstwą $In_{0,1}Ga_{0,9}N$ i warstwą GaN ma grubość 0,52 nm,
- V) średnia odległość między płaszczyznami 002 w interfejsie wynosi 0,13038 nm,
- VI) skład warstwy GaN jest $Ga = 1$,
- VII) grubość warstwy GaN wynosi 23,869 nm,
- VIII) średnia odległość między płaszczyznami 002 w warstwie GaN wynosi 0,12973 nm,
- IX) interfejs pomiędzy warstwą GaN i warstwą $In_{0,1}Ga_{0,9}N$ ma grubość 0,52 nm,
- X) średnia odległość między płaszczyznami 002 w interfejsie wynosi 0,13038 nm,

XI) całkowita grubość warstwy podwójnej InGaN/GaN wynosi 30,686 nm.

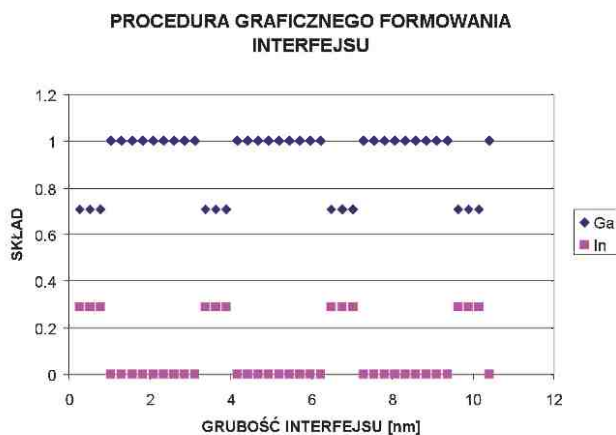
Heterostruktura 2566

Model heterostruktury 2566:



Rys. 15. Profile: doświadczalny testowy - krzywa czerwona oraz obliczony - krzywa niebieska otrzymane w trzecim kroku procedury tworzenia modelu heterostruktury 2566.

Fig. 15. The experimental (red curve) and calculated (blue curve) profiles obtained in the third step of creating the 2566 heterostructure model.



Rys. 16. Profil prostokątnego interfejsu wygenerowany za pomocą procedury graficznego formowania i wykorzystany dla otrzymania najlepszego dopasowania profilu doświadczalnego oraz obliczonego pokazanego na Rys. 15 dla heterostruktury 2566.

Fig. 16. The profile of the rectangular interface generated by the graphical procedure and used to obtain the best fit between the experimental and calculated profiles presented in Figure 15 for the 2566 heterostructure.

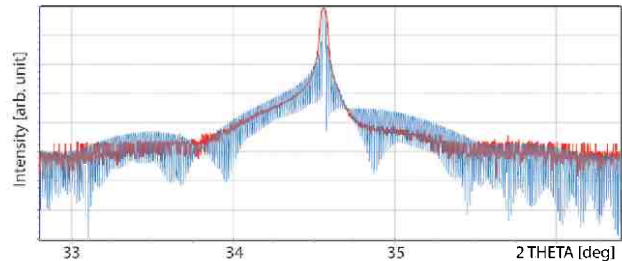
- I) skład warstwy InGaN jest In = 0,29, Ga = 0,71,
- II) grubość warstwy InGaN wynosi 0,8 nm,
- III) średnia odległość między płaszczyznami 002 w warstwie InGaN wynosi 0,13350 nm,
- IV) interfejs pomiędzy warstwą In_{0,29}Ga_{0,71}N i warstwą GaN jest prostokątny,
- V) skład warstwy GaN jest Ga = 1,
- VI) grubość warstwy GaN wynosi 2,3351 nm,
- VII) średnia odległość między płaszczyznami 002 w warstwie GaN wynosi 0,12973 nm,

VIII) interfejs pomiędzy warstwą GaN i warstwą In_{0,29}Ga_{0,71}N prostokątny,

IX) całkowita grubość warstwy podwójnej InGaN/GaN wynosi 3,136 nm.

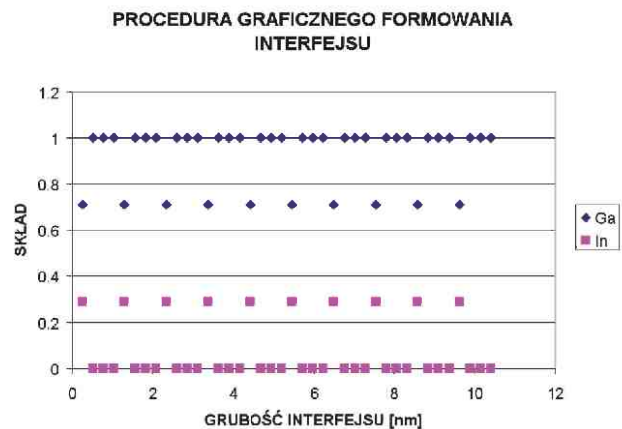
Heterostruktura 2567

Model heterostruktury 2567:



Rys. 17. Profile doświadczalny testowy - krzywa czerwona oraz obliczony - krzywa niebieska otrzymane w trzecim kroku procedury tworzenia modelu heterostruktury the 2567.

Fig. 17. The experimental (red curve) and calculated (blue curve) profiles obtained in the third step of creating 2567 heterostructure model.



Rys. 18. Profil prostokątnego interfejsu wygenerowany za pomocą procedury graficznego formowania i wykorzystany dla otrzymania najlepszego dopasowania profilu doświadczalnego oraz obliczonego pokazanego na Rys. 17 dla heterostruktury 2567.

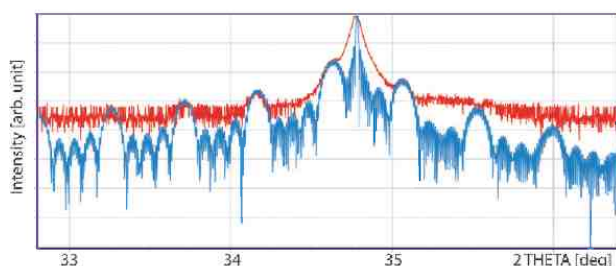
Fig. 18. The profile of the rectangular interface generated by the graphical procedure and used to obtain the best fit between the experimental and calculated profiles presented in Figure 17 for the 2567 heterostructure.

- I) skład warstwy InGaN: In = 0,29, Ga = 0,71,
- II) grubość warstwy InGaN wynosi 0,8 nm,
- III) średnia odległość między płaszczyznami 002 w warstwie InGaN wynosi 0,13350 nm,
- IV) interfejs pomiędzy warstwą In_{0,29}Ga_{0,71}N i warstwą GaN prostokątny,
- V) skład warstwy GaN jest Ga = 1,
- VI) grubość warstwy GaN wynosi 0,77835 nm,

VII) średnia odległość między płaszczyznami 002 w warstwie GaN wynosi 0,12973 nm,
 VIII) interfejs pomiędzy warstwą GaN i warstwą $\text{In}_{0,29}\text{Ga}_{0,71}\text{N}$ prostokątny,
 IX) całkowita grubość warstwy podwójnej InGaN/GaN wynosi 1,2953 nm.

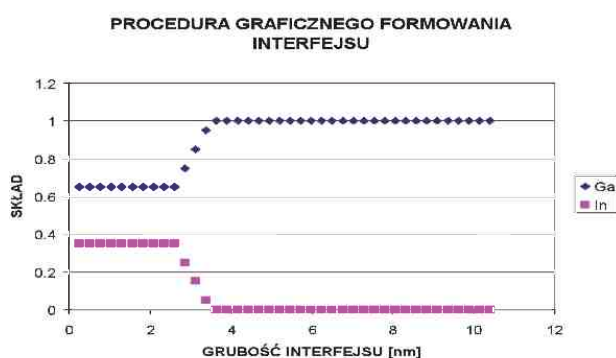
Heterostruktura 2585

Model heterostruktury 2585:



Rys. 19. Profil: doświadczalny testowy - krzywa czerwona oraz obliczony - krzywa niebieska otrzymane w trzecim kroku procedury tworzenia modelu heterostruktury 2585.

Fig. 19. The experimental (red curve) and calculated (blue curve) profiles obtained in the third step of creating the 2585 heterostructure model.



Rys. 20. Profil interfejsu wygenerowany za pomocą procedury graficznego formowania i wykorzystany dla otrzymania najlepszego dopasowania profilu doświadczalnego oraz obliczonego pokazanego na Rys. 19 dla heterostruktury 2585.

Fig. 20. The profile of the interface generated by the graphical procedure and used to obtain the best fit between the experimental and calculated profiles presented in Fig. 19 for the 2585 heterostructure.

I) skład warstwy InGaN: In = 0,35, Ga = 0,65,
 II) grubość warstwy InGaN wynosi 2,6855 nm,
 III) średnia odległość między płaszczyznami 002 w warstwie InGaN wynosi 0,13428 nm,
 IV) interfejs pomiędzy warstwą InGaN i warstwą GaN ma grubość 0,790 nm,
 V) skład warstwy GaN jest Ga = 1,
 VI) grubość warstwy GaN wynosi 20,237 nm,

VII) średnia odległość między płaszczyznami 002 w warstwie GaN wynosi 0,12973 nm,
 VIII) interfejs pomiędzy warstwą GaN i warstwą InGaN ma grubość 0,790 nm,
 IX) całkowita grubość warstwy podwójnej InGaN/GaN wynosi 23,71 nm.

W celu weryfikacji opracowanej metody badawczej porównano wyniki rentgenowskie otrzymane dla heterostruktury 2585 z wynikami otrzymanymi w badaniu *in situ*, a także przy zastosowaniu mikroskopu skaningowego SEM. Zestawienie wyników pomiarów wykonanych za pomocą tych metod zawiera Tab. 2.

Numer procesu 2585	Grubość „in situ” [nm]	Grubość SEM [nm]	Grubość HRXRD [nm]	Skład chemiczny warstwy
GaN:Mg	207	133	130	Ga = 1, N = 1
AlGaN	40	22	21	Al = 0,63, G = 0,37, N = 1
GaN spacer	20	28	26	Ga = 1, N = 1
5x (InGaN/GaN)	80	5x(2+20)=110	5x(2,68+20,24)=116,6	In = 0,35, Ga = 0,65, N = 1
GaN:Si	2048	1094	GaN półskończony	
GaN	1024	1507		
NL	20			
Podłoże	półskończone	półskończone		

Tab. 2. Wyniki otrzymane dla heterostruktury 2585.

Tab. 2. The results obtained for the heterostructure 2585.

Z zamieszczonych w Tab. 2 wyników można wnioskować o bardzo dobrej zgodności metody rentgenowskiej i pomiarów wykonanych za pomocą mikroskopu skaningowego. Na uwagę zasługuje fakt, że wyniki otrzymane tymi metodami są zgodne z dokładnością do 5% co jest bardzo dobrym wynikiem. Należy jednakże podkreślić, że ani metoda pomiarów *in situ* ani też pomiary SEM nie umożliwiają poznania składu chemicznego poszczególnych warstw tworzących heterostrukturę, a tym bardziej nie mogą dać odpowiedzi na pytanie o profil interfejsów pomiędzy tymi warstwami co powoduje, że metodę rentgenowską należy traktować jako metodę znacznie bardziej wszechstronną.

4. WNIOSKI

Procedura graficznego formowania interfejsu dla związków $A^{\text{III}}N$ w znacznym stopniu ułatwia i skraca proces tworzenia modelu heterostruktur InGaN/GaN niezbędnego w procesie poszukiwania najlepszego dopasowania pomiędzy doświadczalnym a symulowanym profilem rentgenowskim. Opracowaną procedurę zaimplementowano do trójstopniowej metody określania realnej budowy krystalicznej heterostruktur InGaN/GaN. Następnie metodę tę z powodzeniem zastosowano do zbadania realnej struktury systemów epitaksjalnych wytworzonych w Z-15 ITME. Przekrój otrzymanych wyników pokazuje duży zakres stosowalności opracowanej metody badawczej. Można ją stosować w odniesieniu do warstw podwójnych bardzo cienkich jak w heterostrukturze 2567, w której grubość warstwy podwójnej wynosi zaledwie 1,0453 nm, ale także do warstw podwójnych nieco grubszych jak np. występujących w heterostrukturze 2490, w której grubość tej warstwy wynosi 30,686 nm. Otrzymane wyniki pokazują bardzo dobrą zgodność z wynikami otrzymanymi metodą SEM, ale także przede wszystkim przydatność rentgenowskiej metodyki badawczej do wyznaczenia kształtu interfejsów pomiędzy warstwą InGaN a warstwą GaN.

LITERATURA

[1] Ryan P. A., Wall J. L., Bytheway R. T., Jacques D., Matney K. M., Qu Bo: Production metrology of advanced led structures using high resolution X-ray diffraction, The 10th Biennial Conference on High Resolution X-Ray Diffraction and Imaging United

Kingdom 20th – 23rd September 2010 ABSTRACT BOOKLET (9)

- [2] Durbin S. M., Follis G. C.: Darwin theory of heterostructure diffraction, *Phys. Rev.*, 1995, B51, 10127 – 10133
- [3] Wójcik M., Gaca J., Turos A., Strupiński W., Caban P., Borysiuk J., Pathak A.P., Sathish N.: Badanie heterostruktur związków $A^{\text{III}}N$ zawierających warstwy ultracienkie, *Materiały Elektroniczne*, 2008, 36, 4, 61 - 84
- [4] Caban P., Kosciwicz K., Strupinski W., Szmidt J., Pagowska K., Ratajczak R., Wójcik M., Gaca J., Turos A. : Structural characterization of GaN epitaxial layers grown on 4H-SiC substrates with different off-cut, *Materials Science Forum*, 2009, 615-617, 939 - 942
- [5] Caban P., Kosciwicz K., Strupinski W., Wojcik M., Gaca J., Szmidt J., Ozturk M., Ozbay E.: The influence of substrate surface preparation on LP MOVPE GaN epitaxy on differently oriented 4H-SiC substrates, *Journal of Crystal Growth*, 2008, 310, 4876 - 4897
- [6] Gaca J., Wojcik M., Jasik A., Pierściński K., Kosmala M., Turos A., and Abdul-Kaderd A. M.: Effects of composition grading at heterointerfaces and layer thickness variations on Bragg mirror quality, *OPTO-ELECTRONICS REVIEW*, 2008, 16(1), 12 – 17
- [7] Jasik A., Gaca J., Wójcik M., Muszalski J., Pierściński K., Mazur K., Kosmala M., Bugajski M.: Characterization of (Al)GaAs/AlAs distributed Bragg mirrors grown by MBE and LP MOVPE techniques, *Journal of Crystal Growth*, 2008, 310, 4094 – 4101
- [8] Gaca J., Gronkowski J., Jasik A., Tokarczyk M., Wojcik M.: Determination of lateral inhomogeneity of the chemical profile of AlAs/GaAs distributed Bragg reflectors grown by MBE on GaAs 001 substrate, *Synchrotron Radiation in Natural Science*, 2008, 7, No. 1 – 2