

INSTYTUT  
TECHNOLOGII  
MATERIAŁÓW  
ELEKTRONICZNYCH

# PRACE ITME

**ODWZOROWYWANIE DYSLOKACJI  
W KRZEMOWYCH WARSTWACH  
EPITAKSJALNYCH METODAMI  
ODBICIOWYMI  
RENTGENOWSKIEJ TOPOGRAFII  
DYFRAKCYJNEJ**

1984

Zeszyt 11







Wojciech WIERZCHOWSKI

**ODWZOROWYWANIE DYSLOKACJI  
W KRZEMOWYCH WARSTWACH  
EPITAKSJALNYCH METODAMI ODBICIOWYMI  
RENTGENOWSKIEJ TOPOGRAFII  
DYFRAKCYJNEJ**



Opiniodawca: prof. dr inż. Witold ROSIŃSKI  
Redaktor naczelny Prac ITME: dr inż. Mieczysław FRĄCKI  
Redaktor działowy: doc. dr hab. Andrzej SZYMAŃSKI  
Sekretarz redakcji: dr inż. Łukasz KACZYŃSKI

Adres redakcji  
Instytut Technologii Materiałów Elektronicznych  
ul. Konstruktorska 6, 02-673 Warszawa  
telefon 43 74 61

PL ISSN 0208-0066

#### **OD REDAKCJI**

Praca jest obszernym streszczeniem rozprawy doktorskiej pod tym samym tytułem, przeprowadzonej w Instytucie Fizyki Polskiej Akademii Nauk, w czerwcu 1982 roku.

Promotor: prof. dr hab. Julian Auleytner



Wojciech WIERZCHOWSKI

Odwzorowywanie dyslokacji w krzemowych warstwach epitaksjalnych metodami odbiciowymi rentgenowskiej topografii dyfrakcyjnej

Zbadano i przedyskutowano teoretycznie odwzorowania dyslokacji niedopasowania w krzemowych warstwach epitaksjalnych uzyskiwane za pomocą metod Berga-Barretta i spektrometru dwukrystalicznego. Opracowano metodę symulacji kontrastu teoretycznego dyslokacji niedopasowania i metodę obliczeń krzywych odbicia. Uzyskano dobrą zgodność wyników teoretycznych i eksperymentalnych. Przeprowadzono identyfikację typu krystalograficznego dyslokacji niedopasowania.

Wojciech WIERZCHOWSKI

The images of dislocations in silicon epitaxial layers obtained with help of X-ray diffraction topographic methods

The images of misfit dislocations in silicon epitaxial layers obtained with help of the Berg-Barrett and double crystal topographic methods were studied and discussed theoretically.

The methods of misfit dislocation contrast and rocking curves calculation were revealed. A good agreement of theoretical and experimental results was obtained. The identification of misfit dislocation type was also performed.

Войцех ВЕРХОВСКИЙ

Изображения дислокации несоответствия в кремниевых эпитаксиальных пленках, полученные методами отражения рентгеновской дифракционной топографии.

Исследованы и теоретически обоснованы изображения дислокации несоответствия в кремниевых эпитаксиальных пленках, полученные методами Берга Барета и двухкристальной топографии.

Разработан метод численного вычисления теоретического контраста и кривых отражения и получено хорошее сходство с экспериментом.

Определен кристаллический тип дислокации несоответствия.



## WSTĘP

Przedmiotem niniejszej pracy jest odwzorowywanie dyslokacji w krzemowych warstwach epitaksjalnych za pomocą metod odbiciowych rentgenowskiej topografii dyfrakcyjnej. Szczególną uwagę poświęcono tzw. dyslokacjom niedopasowania, charakteryzującym się długim segmentem w pobliżu granicy podłoża i warstwy.

Badania dyslokacji mają istotne znaczenie dla rozwoju technologii warstw epitaksjalnych. Z drugiej strony odwzorowywanie dyslokacji w warstwach epitaksjalnych metodami topografii rentgenowskiej stanowi ciekawy problem z zakresu teorii dyfrakcji.

W pracy rozpatruje się dwie najczęściej stosowane metody odbiciowe topografii rentgenowskiej, a mianowicie metodę Berga-Barretta i metodę rentgenowskiego spektrometru dwukrystalicznego. Dwie zastosowane metody są istotnie różne pod względem właściwości. Metoda Berga-Barretta charakteryzuje się stosunkowo małą czułością i związaną z tym dużą zdolnością rozdzielczą. Jest ona szczególnie efektywna przy większych koncentracjach defektów. Metoda spektrometru dwukrystalicznego ma natomiast bardzo dużą czułość. Dzięki zbliżeniu zjawisk dyfrakcyjnych do dyfrakcji fali płaskiej istnieje dla niej możliwość teoretycznych obliczeń kontrastu i szczegółowej oceny pól deformacji.

Wiele zagadnień związanych z formowaniem się kontrastu jest wspólnych dla obydwu rozpatrywanych metod topograficznych.

Przykłady zastosowań topografii rentgenowskiej do badań dyslokacji niedopasowania w krzemowych warstwach epitaksjalnych zawierają m.in. prace Sugly, Tamury i wsp. [1-3], Blanca [4, 5], Zsoldosa [6] oraz Schwuttkego [7, 8]. Stosowano w nich metodę topografii transmisyjnej Langa. Zastosowania topografii rentgenowskiej do badań dyslokacji w innych typach warstw epitaksjalnych omawiają m.in. prace Petroffa i Sauvage [9] oraz Stenina i wsp. [10-11].

Zastosowania metody Berga-Barretta do badań dyslokacji niedopasowania w warstwach epitaksjalnych były wzmiankowane przez Tamurę [1] i Rollanda [12]. Znacznie większa liczba publikacji zawiera natomiast zastosowania metody Berga-Barretta do badań dyslokacji niedopasowania w warstwach dyfuzyjnych [12-18].

W odniesieniu do warstw epitaksjalnych rentgenowskie spektrometry dwukrystaliczne znalazły szerokie zastosowanie do badań wykorzystujących pomiary krzywych dyfrakcyjnych. Na podstawie krzywych dyfrakcyjnych możliwa jest ocena wielkości współczynnika niedopasowania oraz przybliżona ocena profilu złącza. Przykłady takich badań zawierają m.in. prace Nishizawy i in. [19, 20], Zeyfanga [21], Estopa i in. [22], Fukuhary i Takano [23] oraz Kurody i in. [24].

Ważnym uzupełnieniem badań krzywych dyfrakcyjnych mogą być obliczenia teoretycznych krzywych odbicia dotyczące teorii Takagi-Taupina. Obliczenia takie są zamieszczone w pracach Burgeata i Taupina [24] oraz Fukuhary i Takano [23, 26, 27].



W ostatnim czasie zostały opublikowane prace Rigleta i wsp. [28-31], dotyczące kontrastu na dyslokacjach niedopasowania w przypadku odbiciowym dla fali płaskiej. W pracach tych badane były warstwy GaAsPAI. Do wykonywania topogramów zastosowano specjalny układ wielokrystaliczny i źródło synchrotronowe. Kontrast eksperymentalny porównywano z symulowanym numerycznie wg teorii Takagi-Taupina.

Istotną różnicę prowadzonych w niniejszej pracy badań odwzorowań dyslokacji niedopasowania w metodzie spektrometru dwukrystalicznego stanowi inny badany materiał oraz szczegóły metody numerycznej. Zastosowany typ warunków brzegowych pozwala na obliczenia kontrastu przy dowolnym profilu złącza epitaksjalnego.

Niniejsza praca, niezależnie od aspektów poznawczych, wyniknęła z praktycznych potrzeb badania warstw epitaksjalnych wytwarzanych w CNPME. W pewnej części wykorzystano tu wyniki uzyskane przez autora w ramach badań prowadzonych w Pracowni Rentgenografii Zakładu Badań Strukturalnych ITME pod kierunkiem J. Sassa [32-43].

#### CEL PRACY

Zasadnicze cele pracy można sformułować następująco:

1. Zbadanie i przeprowadzenie teoretycznej analizy odwzorowań dyslokacji w krzemowych warstwach epitaksjalnych uzyskiwanych metodami Berga-Barretta i rentgenowskiego spektrometru dwukrystalicznego.
2. Przeprowadzenie identyfikacji typu krystalograficznego dyslokacji niedopasowania.
3. Opracowanie metody obliczeń teoretycznych kontrastu wywołanego dyslokacjami niedopasowania i krzywych odbicia warstw epitaksjalnych przy dowolnym profilu złącza.
4. Przeprowadzenie teoretycznych i eksperymentalnych badań krzywych dyfrakcyjnych warstw epitaksjalnych dla celów analizy kontrastu w metodach odbiciowych topografii rentgenowskiej.
5. Eksperymentalna ocena stanu odkształceń sieci w warstwie epitaksjalnej i podłożu w celu sprawdzenia założeń obliczeń numerycznych.
6. Zbadanie wpływu rozmycia profilu złącza na przebieg krzywych dyfrakcyjnych i dokładność oceny odkształceń i wielkości współczynnika niedopasowania.



## 1. CHARAKTERYSTYKA METOD EKSPERYMENTALNYCH

### 1.1. Zasady realizacji

Podstawowa różnica dwu zastosowanych metod topograficznych sprowadza się do różnej rozbieżności kątowej wiązki promieniowania padającego na badany kryształ.

W metodzie Berga-Barretta stosuje się wiązkę o rozbieżności kątowej znacznie większej od szerokości krzywych odbicia badanych kryształów. W przypadku topografii realizowanej na spektrometrach dwukrystalicznych rozbieżność wiązki jest porównywalna lub nawet istotnie mniejsza od szerokości krzywych odbicia.

Należy zaznaczyć, że nazwę metoda spektrometru dwukrystalicznego stosuje się zwyczajowo do topografii realizowanej w tzw. układzie równoległym, gdy płaszczyzny odbijające obydwu kryształów są równoległe. Tylko w takim układzie następuje równoważenie się wpływu dyspersji widmowej na dwu kryształach. Układy o dużym odstępstwie od równoległości dają wyniki zbliżone do uzyskiwanych metodą Berga-Barretta [44].

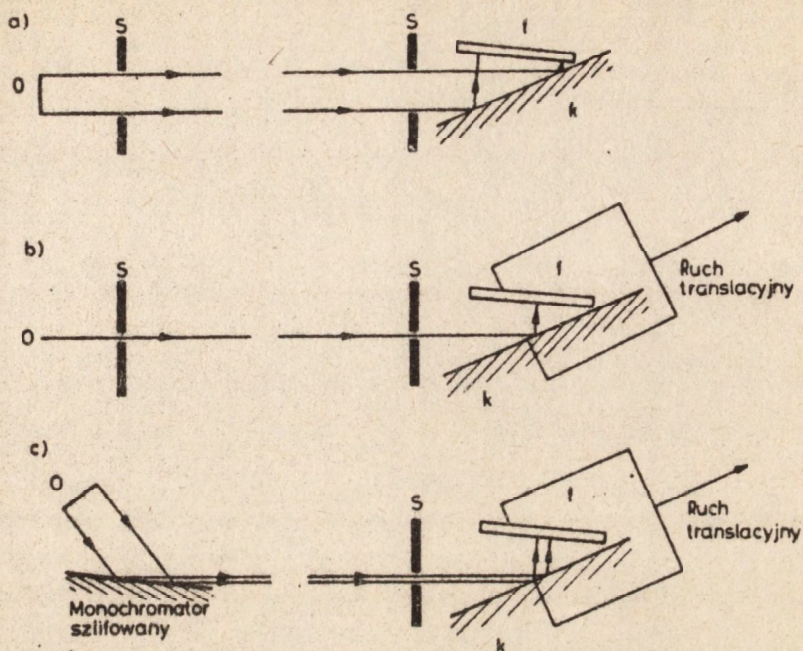
Realizacja metody Berga-Barretta jest możliwa w stosunkowo prostych układach eksperymentalnych [45-46]. W pierwotnej wersji metody stosuje się szeroką wiązkę bezpośrednio z lampy rentgenowskiej.

Zasadniczą wadą takiego układu jest uzyskiwanie podwójnego obrazu wskutek odbijania się pod różnymi kątami dwu składowych linii widma charakterystycznego  $K_{\alpha 1,2}$ . W wiązce odbitej występuje ponadto duża część widma ciągłego. Tworzy ona silnie rozmyty obraz, powodujący obniżenie się kontrastu.

Znacznie lepsze wyniki zapewnia realizacja metody odbiciowej na kamerze Langa (metoda odbiciowa Langa, ewentualnie zbliżona metoda Schillera). Przy takiej realizacji eliminuje się z wiązki odbitej drugą składową linię charakterystycznej i znaczną część widma ciągłego.

W niniejszej pracy do topografii typu Berga-Barretta zastosowano układ o właściwościach zbliżonych do realizowanego na kamerze Langa. Wykorzystano w nim standardową lampę dyfraktometryczną z ogniskiem liniowym położonym poziomo. Dla ograniczenia składu widmowego zastosowano szlifowany monochromator germanowy (refleks 111). Ponieważ wiązka promieniowania wykazywała silną modulację intensywności, związaną ze spiralną budową katody, zastosowano układ translacyjny kryształu i filmu. Schemat zastosowanego układu i innych sposobów realizacji metody typu Berga-Barretta przedstawiono na rysunku 1.





Rys. 1. Schematy realizacji metody Berga-Barretta i jej modyfikacji

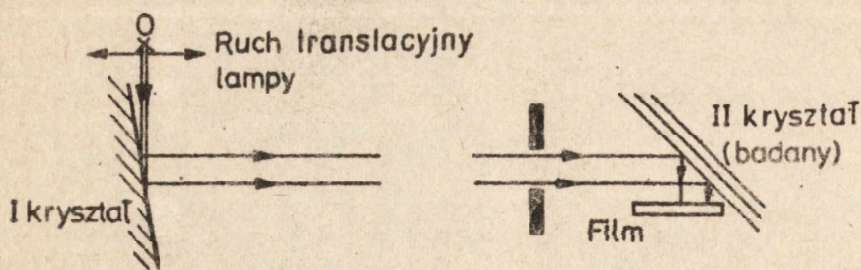
- a) podstawowa wersja metody Berga-Barretta
  - b) metoda odbiciowa Langa (met. Schillera - ruch skokowy)
  - c) układ zastosowany w niniejszej pracy
- (oznaczenia: O - ognisko lampy, f - film, k - kryształ, S - szczeliny)

Do realizacji drugiej metody topograficznej zastosowano spektrometr o konstrukcji zbliżonej do opracowanej przez Bubàkovà [47, 48]. W spektrometrze tym wykorzystuje się teodolity WILD T3A, zapewniające ustawianie i odczyt kątów z dokładnością 0,1". Istotną cechą aktualnie wykorzystywanego układu była możliwość ruchu translacyjnego lampy rentgenowskiej (o ognisku punktowym  $0,4 \times 0,4 \text{ mm}^2$ ) w zakresie 4 mm. W funkcji wyłączonego lub włączonego ruchu translacyjnego możliwe było uzyskiwanie odwzorowań odpowiednio małych pól przy dużej zdolności rozdzielczej lub dużych pól przy nieco gorszej. Spektrometr miał ponadto możliwość rejestracji krzywych podwójnego odbicia przy zapisie ciągłym z prędkością 1"/min.

Większość badań na spektrometrze dwukrystalicznym wykonano w układach z silnie asymetrycznym odbiciem na pierwszym kryształ (rys. 8). Układy tego typu zostały zaproponowane przez Renningera [49, 50] dla uzyskiwania lepszej kolimacji wiązki padającej na badany kryształ. Uzyskuje się w ten sposób zwiększoną czułość, a przy punktowym ognisku również możliwość separacji składowej  $K_{\alpha 2}$ . Wiązka padająca na badany kryształ może być z dużym przybliżeniem



traktowana jako fala płaska. Bardziej doskonałą realizację fali płaskiej zapewniają układy trójkryształne [51, 52].



Rys. 2. Schemat metody topografii odbiciowej na spektrometrze dwukryształnym

### 1.2. Powstawanie kontrastu w zastosowanych metodach topograficznych

Kontrast uzyskiwany w metodzie spektrometru dwukryształnego (w przypadku układów równoległych) jest dość dobrze poznany od strony teoretycznej. Jest to m.in. wynikiem możliwości przybliżania występujących tu zjawisk dyfrakcyjnych przez dyfrakcję fali płaskiej.

Niezależnie od tego istnieje możliwość stosowania w wielu przypadkach uproszczonej interpretacji kontrastu, zaproponowanej przez Bönsego [53]. Według tej interpretacji lokalna zmiana intensywności  $\Delta I$ , związana z deformacją sieci, może być traktowana jako wynik zmiany miejsca krzywej dyfrakcyjnej według wzoru

$$\Delta I = \frac{dP(\Theta)}{d\Theta} \left( -\frac{\Delta d}{d} \operatorname{tg}\Theta + \Delta\Theta_d \right) \quad 1.1.$$

gdzie odpowiednio  $\frac{\Delta d}{d}$  oznacza względną zmianę odległości międzypłaszczyznowych,  $\Theta$  - kąt Bragga,  $\Delta\Theta_d$  - składową dezorientacji płaszczyzn odbijających w płaszczyźnie dyfrakcji. Pochodną krzywej dyfrakcyjnej  $\frac{dP(\Theta)}{d\Theta}$  bierze się w punkcie krzywej dyfrakcyjnej, w jakim jest ustawiona ekspozycja. W różnych miejscach krzywej uzyskuje się w związku z tym inny kontrast i inną czułość metody.

Bönse uzyskał dużą zbieżność kontrastu obliczanego na podstawie wzoru 1.1 i eksperymentalnego w przypadku dyslokacji w germanie [53, 54]. W późniejszych pracach stwierdzono jednak szereg zjawisk nie mieszczących się w tym prostym modelu.

Bardziej ściśle, zwłaszcza w przypadku dyslokacji, jest zastosowanie teorii Takagi-Taupina. Rachunek kontrastu jest tu na ogół możliwy tylko na drodze numerycznej. Metoda obliczeń i warunki brzegowe dla przypadku odbiciowego zostały po raz pierwszy opracowane przez Bedyńską [55]. Metodę Bedyńskiej stosuje się do przypadku kryształu grubego (półnieskończonego).



Porównanie wyników teoretycznych, uzyskiwanych z metody Bedyńskiej i eksperymentalnych dla dyslokacji wychodzących prostopadle na powierzchnię zawierają prace Bedyńskiej, Bubákovéj i Šourka [56]. Bardziej ogólny przypadek dyslokacji wychodzącej ukośnie na powierzchnię rozpatrywał Gronkowski [57, 58].

Zastosowanie teorii Takagi-Taupina pozwoliło na uzyskanie dużej zgodności kontrastów teoretycznych i eksperymentalnych. Szczególnie dotyczy to "ogonów" prążków interferencyjnych, zaobserwowanych po raz pierwszy przez Bubákovą i Šourka [59]. "Ogony" takie są obserwowane dla dyslokacji wychodzących na powierzchnię, przy czym dla ich eksperymentalnego uwidocznienia istotne jest zastosowanie promieniowania o dość krótkiej długości fali ( $Mo K_{\alpha}$ ,  $Ag K_{\alpha}$ ). Pewnym niedostatkiem teorii Takagi jest natomiast to, że daje ona pewien gotowy wynik przy dość utrudnionej interpretacji zjawiska.

W pracy Bedyńskiej [60] jest podany prosty model tworzenia się "ogonów" prążków interferencyjnych. Zakłada on, że za dyslokacją następuje utworzenie się nowego układu pól falowych, które interferując tworzą wspomniane prążki.

Powstawanie kontrastu w metodzie Berga-Barretta wiąże się z lokalnymi różnicami integralnej zdolności odbijającej, do której w przybliżeniu jest proporcjonalna całkowita intensywność promieniowania odbitego od badanego kryształu. Powstający w metodzie Berga-Barretta kontrast nosi nazwę kontrastu ekstynkcyjnego. Jest on pod wieloma względami zbliżony do kontrastu powstającego w metodzie topografii transmisyjnej Langa przy warunku  $\mu d \ll 0,1$ .

Obliczenia kontrastu ekstynkcyjnego nasuwają poważne trudności. Poprawną symulację takiego kontrastu można uzyskać drogą sumowania (całkowania numerycznego) kontrastów obliczanych na podstawie teorii Takagi dla fal płaskich o różnych kątach padania. Ze względu na kolosalną czasochłonność takich obliczeń zostały one podjęte dopiero w ostatnim czasie przez grupę prof. Authiera (informacja prywatna) przy zastosowaniu bardzo szybkich maszyn cyfrowych.

Pewne oszacowania kontrastu ekstynkcyjnego są możliwe przy zastosowaniu bardzo uproszczonych modeli. Zakładają one, że defekt stanowi izolowany obszar kryształu spełniającego założenia teorii kinematycznej (tzw. idealnie mozaikowego), zanurzony w kryształ doskonałym. Integralna zdolność odbijająca kawałka kryształu idealnie mozaikowego zależy od wymiarów tego kawałka wzdłuż kierunku wiązki ugiętej. Może ona być przybliżana przez natężenie wiązki odbitej od równoległej do powierzchni warstwy kryształu mozaikowego o analogicznej rozciągłości wzdłuż kierunku wiązki odbitej. Oszacowania liczbowe wynikające z tego modelu są zawarte w pełnym tekście pracy doktorskiej autora.

W istniejących publikacjach zostały podane dwa sposoby określenia obszaru wokół defektów, który można traktować jako kryształ idealnie mozaikowy [60-62]. Pierwszy (Authier, Chikawa) przyjmuje za kryształ idealnie mozaikowy obszar, dla którego związana z deformacją zmiana położenia maksimum odbicia jest większa od szerokości połowkowej krzywej odbicia "w", tzn.



$$(\Delta \Theta_d + \frac{\Delta d}{d} \text{tg} \Theta) \text{ozn} = \Delta \Theta_{et} = \frac{\delta \vec{u} \cdot \vec{h}}{\delta s_h} > w \quad 1.2.$$

gdzie  $\vec{h}$  jest wektorem sieci odwrotnej,  $s_h$  - współrzędną w kierunku wiązki odbitej, a  $\vec{u}$  - wektorem deformacji.

Warunek 1.2. można uzasadnić tym, że dodatkowa intensywność odbijana przez obszar zdeformowany powinna pochodzić spoza zakresu odbicia kryształu nieodkształconego.

Drugi sposób polega na przyjmowaniu za kryształ mozaikowy obszaru, w którym następuje rozkład pola falowego. Jest on określony następującym warunkiem

$$\frac{\delta^2 \vec{u} \cdot \vec{h}}{\delta s_h^2} > \Lambda_0 \quad 1.3.$$

gdzie  $\Lambda_0$  jest odległością ekstynkcyjną.

Można spodziewać się, że warunek 1.3. będzie odgrywać istotną rolę, gdy wymiary obszaru określonego przez 1.2. będą większe od odległości ekstynkcyjnej.

Należy podkreślić, że właśnie zmiany wielkości obszaru "kryształu mozaikowego" związanego z defektem decydują o wielkości kontrastu ekstynkcyjnego, a szczególnie o lepszym kontraście w słabych wysokowskazyńskich refleksach.

Wyniki prac wielu autorów, a m.in. Authiera [60] i Chikawy [61] dla przypadku transmisyjnego oraz Schillera [13], czy O'Hary i. wsp. [63] dla przypadku odbiciowego wykazały, że warunek 1.2. tłumaczy wiele istotnych cech obrazu dyslokacji w kontraście ekstynkcyjnym. W bardzo starannej pracy Millata i Bowena [64] stwierdzono na podstawie pomiarów fotometrycznych, że warunek 1.2. lepiej opisuje rzeczywisty obraz dyslokacji niż warunek 1.3.

### 1.3. Głębokość penetracji

Pod pojęciem głębokości penetracji rozumie się zwykle grubość warstwy, z której są odwzorowywane defekty. Jest to pojęcie w pewnym stopniu subiektywne, lecz ważne z punktu widzenia zastosowań. Ponieważ kontrast, a co za tym idzie możliwości wykrycia defektu zależą od indywidualnego przypadku, możliwe są jedynie bardzo uproszczone oszacowania głębokości penetracji. Czynnikiem subiektywnym jest również próg wykrywalności fotograficznej. Przyjmuje się umownie jako wykrywalne 10% zmiany natężenia, co jest zbliżone do średniego progu wykrywalności dla rzeczywistych emulsji fotograficznych.

Należy zaznaczyć, że obydwie stosowane metody mogą istotnie różnić się pod względem głębokości penetracji, nawet przy stosowaniu tego samego refleksu i promieniowania.

W metodzie spektrometru dwukrystalicznego występuje istotna zależność głębokości penetracji od miejsca krzywej dyfrakcyjnej. Zależność ta odpowiada



zależności współczynnika pochłaniania od kąta padania (patrz np. [58]). W maksimum krzywej dyfrakcyjnej następuje znaczne zmniejszenie głębokości penetracji związane z silnym efektem ekstynkcji pierwotnej. Z kolei u podnóża jednego ze zboczy następuje zmniejszenie się pochłaniania poniżej wielkości pochłaniania fotoelektrycznego w wyniku tzw. efektu Borrmanna.

Należy ponadto pamiętać, że dzięki dużej czułości metody spektrometru dwukrystalicznego, pole odkształceń jest wykrywane już w dużej odległości od rdzenia defektu (w przypadku dyslokacji w odległości  $50 \div 100 \mu\text{m}$ ). Powoduje to zwiększenie efektywnej głębokości penetracji.

W przypadku metody Berga-Barretta podaje się najczęściej oszacowanie głębokości wnikania stosowane w dyfraktometrii proszkowej:

$$t_{\mu} = \ln 10 \left[ \mu_f \left( \frac{1}{\gamma_o} + \frac{1}{|\gamma_h|} \right) \right] \quad 1.4.$$

gdzie  $\mu_f$  jest współczynnikiem absorpcji fotoelektrycznej, a  $\gamma_o$  i  $\gamma_h$  są odpowiednio cosinusami kierunkowymi wiązki padającej i odbitej. Głębokość  $t_{\mu}$  jest określona przez warunek 10-krotnego osłabienia w wyniku absorpcji fotoelektrycznego promieniowania odbitego na tej głębokości.

Założenie, że promieniowanie tworzące obraz defektu w metodzie Berga-Barretta jest pochłanianie tylko na drodze absorpcji fotoelektrycznej, jest w dużym stopniu uzasadnione. Obraz defektu tworzy bowiem głównie promieniowanie padające pod kątem dalekim od maksimum odbicia. Tym niemniej pewien wpływ na głębokość penetracji może również mieć minimum pochłaniania związane z efektem Borrmanna.

Istotną wadą oszacowania 1.4. jest nieuwzględnienie różnic integralnej intensywności kryształu doskonałego ( $t_{\mu}$ ) i kryształu mozaikowego. Oszacowanie głębokości penetracji uwzględniające wspomniany efekt, wykorzystujące uproszczony model kontrastu ekstynkcyjnego, można znaleźć w pełnym tekście pracy doktorskiej autora.

W ramach realizowanej w ITME pracy [41, 42] przeprowadzono eksperymentalne badania głębokości penetracji na podstawie długości obrazu linii dyslokacyjnej wychodzącej na powierzchnię [16]. Badania te wykazały, że oszacowywane eksperymentalnie głębokości penetracji wahają się od  $25 \mu\text{m}$  dla refleksu 511 do około  $90 \mu\text{m}$  dla refleksu 533. Są to wartości około 20% wyższe od oszacowań obliczanych na podstawie wzoru 1.4.

## 2. OBLICZENIA NUMERYCZNE KRZYWYCH ODBICIA I KONTRASTU NA DYSLOKACJACH NIEDOPASOWANIA

### 2.1. Dynamiczna teoria dyfrakcji promieni rentgenowskich w kryształach zdeformowanych

Najefektywniejsze zastosowanie do analizy kontrastu powstającego na dyslokacjach znajduje teoria sformułowana niezależnie przez S. Takagi [65] i D. Tappina [66].



Praktycznie tylko ta teoria może być stosowana przy tak dużych jak w tym przypadku gradientach pól deformacji. Podobna sytuacja ma miejsce w przypadku teoretycznej analizy krzywych odbicia warstw epitaksjalnych i dyfuzyjnych.

W przeciwieństwie do teorii dyfrakcji w kryształach doskonałych teoria Takagi-Taupina wprowadza zamiast stałych amplitud pewne funkcje położenia nazywane pseudoamplitudami. Pseudoamplitudy uwzględniają zwykle część zależności fazowych i ich wartości mogą być zespolone.

W prowadzonych w niniejszej pracy obliczeniach posługiwano się układem równań Takagi-Taupina w postaci zaczerpniętej z pracy Bedyńskiej [55]

$$\chi_o D_o + C \chi_h^- D_h = \frac{i}{\pi k} \cdot \frac{\partial D_o}{\partial s_o}$$

$$C \chi_h D_o - a_h^- D_h = \frac{i}{\pi k} \cdot \frac{\partial D_h}{\partial s_h} \quad 2.1.$$

gdzie  $D_o$  i  $D_h$  oznaczają pseudoamplitudy dla fali padającej i odbitej,  $\chi_o$ ,  $\chi_h$  i  $\chi_h^-$  są współczynnikami Fourrierowskiego rozwinięcia zdolności polaryzacyjnej dielektrycznej,  $C$  jest współczynnikiem polaryzacji, natomiast  $s_o$  i  $s_h$ , są współrzędnymi w kierunku wiązki padającej i odbitej, a  $k$  liczbą falową promieniowania.

Występująca w równaniach 2.1. funkcja  $a_h$  uwzględnia wpływ deformacji sieci i ma postać

$$a_h = -2 \sin 2\theta \Delta\theta - \chi_o - 4 \sin \theta \frac{\partial u_h}{\partial s_h} \quad 2.2.$$

przy czym

$$u_h = \frac{\vec{u} \cdot \vec{h}}{|\vec{h}|} \quad 2.3.$$

gdzie  $\vec{u}$  jest wektorem deformacji, a  $\vec{h}$  wektorem dyfrakcji.

Wykorzystywana postać równań Takagi 2.1. jest dostosowana do przypadku fali płaskiej o ograniczonym lub nieograniczonym froncie falowym. Można ją stosować bezpośrednio do przypadku kryształu pochłaniającego. Układ równań 2.1. jest przy zerowej deformacji spełniony przez rozwiązanie wynikające z teorii Ewalda-Lauego [56, 57].

Ograniczenia deformacji, przy jakich może być stosowana teoria Takagi-Taupina, wynikają głównie z opuszczenia przy wyprowadzeniu równań podstawowych 2.1. członu postaci  $\nabla^2 \vec{u} \cdot \vec{h} / k^2$ . Prowadzi to do następującego ograniczenia

$$|\nabla^2 \vec{u} \cdot \vec{h}| \ll n^2 \chi_h \quad 2.4.$$



W przypadku dyslokacji z zależności 2.4, wynikają ograniczenia stosowania teorii Takagi-Taupina w obszarach odległych od rdzenia dyslokacji poniżej setnych części mikrometra. Z punktu widzenia zastosowań tej teorii do analizy kontrastu na odwzorowaniach dyslokacji w rentgenowskich metodach topograficznych jest to ograniczenie mało istotne.

## 2.2. Obliczenia krzywych odbicia warstw epitaksjalnych

Zagadnienie obliczania krzywych odbicia warstw epitaksjalnych jest dość ściśle związane z zagadnieniem obliczeń kontrastu na dyslokacjach niedopasowania. Procedura obliczania krzywych została bowiem bezpośrednio wykorzystana w programie obliczania kontrastu na dyslokacjach do znajdowania wartości brzegowych.

Podobnie jak w pracach Fukuhary i Takano [23, 26] podstawowym założeniem prowadzonych obliczeń krzywych odbicia jest, że deformacja sieci nie zależy od współrzędnej równoległej do powierzchni kryształu. Jak to zostanie dalej przedyskutowane, sytuacja taka jest zbliżona do występującej w rzeczywistej warstwie epitaksjalnej na grubym, niewygiętym podłożu.

Przy takim założeniu, dla fali płaskiej o nieskończonym froncie falowym, rozwiązanie równań Takagi nie może zależeć od współrzędnej równoległej do powierzchni kryształu. Rozwiązanie to uzyskuje się z następującego oczywistego przekształcenia układu równań Takagi 2.5.:

$$\begin{aligned} \gamma_o \frac{1}{\pi k} \frac{dD_o}{dy} &= \chi_o D_o + C \chi_h^- D_h \\ \gamma_h \frac{1}{\pi k} \frac{dD_h}{dy} &= C \chi_h^+ D_o - \alpha_h^w(y) D_h \end{aligned} \quad 2.5.$$

gdzie  $y$  jest współrzędną prostopadłą do powierzchni próbki.

Znak "w" przy funkcji  $\alpha_h^w$  służy jedynie do odróżnienia przypadku samej warstwy epitaksjalnej od rozpatrywanego dalej przypadku dyslokacji niedopasowania.

W niniejszej pracy do całkowania układu 2.5, stosowano metodę różniczkową w połowie kroku, opracowaną przez Tournarie [68]. Metoda ta polega na zastosowaniu do całkowania numerycznego równania różniczkowego pierwszego rzędu

$$\frac{d}{dx} f = F(f, x) \quad 2.6.$$

następującego przybliżenia rozwinięcia funkcji  $f$  wokół punktu  $x$

$$f(x+h) \approx f(x) + h \left. \frac{df}{dx} \right|_{x+\frac{h}{2}} \quad 2.7.$$

skąd

$$f(x+h) \approx f(x) + h F \left[ \left[ \frac{1}{2} f(x) + \frac{1}{2} f(x+h) \right], x + \frac{h}{2} \right] \quad 2.8.$$



Całkowanie układu 2.5. jest prowadzone wzdłuż współrzędnej  $y$  od dolnych partii kryształu do powierzchni. Szukaną wartość stanowi  $R = |D_h^2|/|D_o^2|$  na powierzchni kryształu. Całą procedurę powtarza się dla różnych kątów padania uwzględnionych w  $\alpha_h^w$ .

Istnieją dwie możliwości przyjęcia wartości początkowych  $D_o$  i  $D_h$  w dolnej części kryształu. Pierwsza odpowiada założeniu cienkiego kryształu. W tym przypadku punkt początkowy całkowania numerycznego musi leżeć na dolnej granicznej powierzchni kryształu. W tym punkcie przyjmujemy  $D_h=0$ , a  $D_o$  równe dowolnej niezerowej wartości zespolonej (wspólny czynnik zespolony jest nieistotny ze względu na liniowość równań Takagi).

Druga możliwość odpowiada założeniu kryształu półnieskończonego, w którym niezerowy gradient zmian stałej sieci występuje jedynie w skończonym obszarze przy powierzchni. Taki warunek stosowano w niniejszej pracy. Przy takich założeniach stosunek  $D_o/D_h$  w dolnych partiach kryształu musi dążyć do wartości przewidywanej przez teorię Ewalda-Lauego [67]. Całkowanie można rozpoczynać w punkcie, gdzie gradient deformacji staje się zerowy.

### 2.3. Obliczenia kontrastu na dyslokacjach niedopasowania

Zastosowana metoda obliczeń kontrastu na dyslokacjach niedopasowania jest zbliżona do metody zaproponowanej przez Bedyńską [55, 69]. Zastosowano taką samą sieć całkowania, przedstawioną na rysunku 3, oraz całkowanie numeryczne metodą różniczki w połowie kroku.

Całkowanie układu równań Takagi 2.5. przeprowadza się w trójkącie ASP, zawierającym dyslokacje niedopasowania. Po lewej stronie linii AS zakłada się występowanie pionowego gradientu deformacji.

Istotna różnica w stosunku do metody Bedyńskiej polega na tym, że wartości początkowe  $D_o$  i  $D_h$  na linii AS są obliczane numerycznie. Wykorzystywana do tego celu procedura jest identyczna do stosowanej przy obliczaniu krzywych odbicia. Istnieje tu tylko konieczność dodatkowej normalizacji dla zapewnienia właściwej wartości  $D_o$  - równej amplitudzie fali padającej - na powierzchni kryształu. W tym celu mnoży się wszystkie uzyskane wartości  $D_o$  i  $D_h$  w punktach na linii AS przez odpowiedni czynnik zespolony.

Zastosowanie numerycznego obliczania wartości brzegowych amplitud indukcji nie wpływa istotnie na czas obliczeń kontrastu. Dla uzyskania większej dokładności można przy liczeniu wartości brzegowych stosować mniejszy krok całkowania niż pionowy krok przy dalszym całkowaniu w trójkącie ASP. Ten ostatni musi być jedynie całkowitą wielokrotnością pierwszego.

Podstawową operacją powtarzaną w trójkącie ASP, przedstawioną schematycznie na rysunku 3, jest uzyskiwanie wartości  $D_o$  i  $D_h$  w punkcie  $P'$  z wartości  $D_o$  i  $D_h$  w punktach  $Q$  i  $R$ , cofniętych odpowiednio wzdłuż  $s_o$  i  $s_h$ . Wykorzystuje się do tego celu następujące przybliżenia wynikające z metody różniczki w połowie kroku <http://rcin.org.pl>



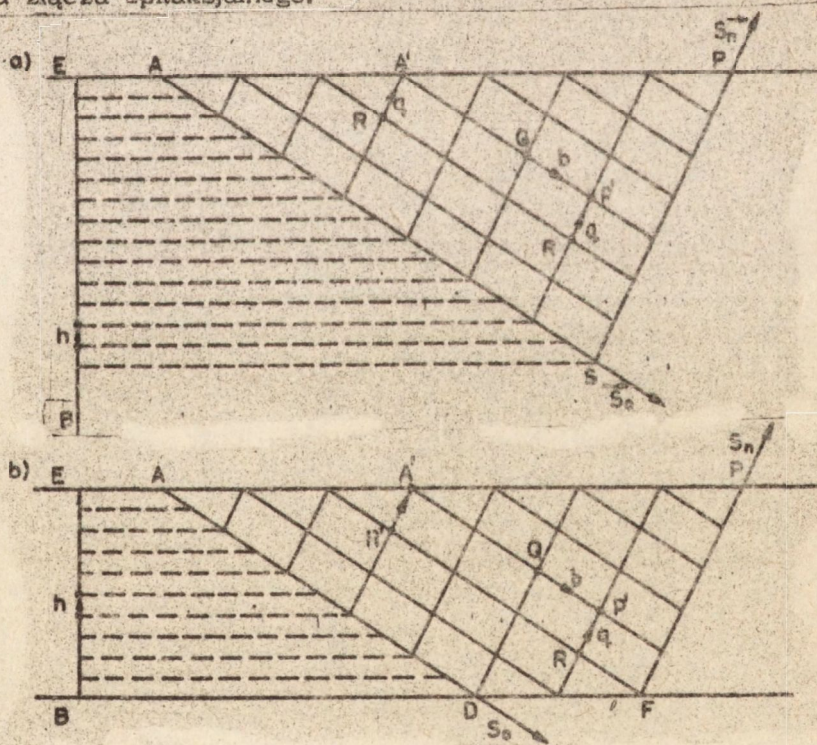
$$D_h(P') = D_h(R) + \left( \frac{\partial D}{\partial s_h} \right) \Big|_a s_h(R) + \frac{1}{2}a$$

$$D_o(P') = D_o(Q) + \left( \frac{\partial D}{\partial s_o} \right) \Big|_b s_o(Q) + \frac{1}{2}b$$

2.9.

Opisaną procedurę obliczania kontrastu można zastosować również w przypadku kryształu cienkiego. Jeżeli grubość kryształu jest mniejsza od wysokości trójkąta ASP, całkowanie prowadzi się w obszarze trapezu ADFP, odciętego przez dolną powierzchnię kryształu. W punktach leżących na odcinku DE przyjmuje się  $D_h=0$ , natomiast  $D_o$  oblicza się z drugiego z równań 2.9.

Zastosowana metoda obliczeń kontrastu na dyslokacjach jest istotnie różna od zaproponowanej przez Rigleta [28, 30], który całkował równania Takagi oddzielnie dla warstwy i podłoża, przybliżając warstwę jako izolowany kryształ cienki. Takie podejście jest możliwe tylko przy dużej wartości współczynnika niedopasowania i dużym rozmyciu złącza. W przeciwieństwie do tego metoda zastosowana w niniejszej pracy jest możliwa do stosowania przy dowolnym profilu złącza epitaksjalnego.



Rys. 3. Schemat całkowania numerycznego przy obliczaniu kontrastu w kryształach z płonowym gradientem deformacji

- a) kryształ gruby (półnieskończony)  
 b) kryształ o skończonej grubości



#### 2.4. Postać funkcji $\underline{a}_h$ dla warstwy epitaksjalnej i dyslokacji niedopasowania

Deformacja sieci krystalicznej jest uwzględniona w równaniach Takagi przez ostatni człon funkcji  $\underline{a}_h$  (wzór 2.2.). Człon ten jest proporcjonalny do efektywnego przesunięcia maksimum odbicia związanego z deformacją  $\Delta \Theta_{ef}$  (p. wzór 1.1.).

$$4 \sin \Theta \frac{\partial u_h}{\partial s_h} = 2 \sin 2\Theta \Delta \Theta_{ef} \quad 2.10.$$

W przypadku prowadzonych w ramach niniejszej pracy obliczeń mamy do czynienia z dwiema różnymi sytuacjami, odpowiadającymi różnej postaci funkcji  $\underline{a}_h$ .

1. W przypadku obliczania krzywych odbić i wartości brzegowych  $D_o$  i  $D_h^s$  na linii AS (rys. 2) jest uwzględniana tylko deformacja związana z istnieniem warstwy epitaksjalnej - jest stosowane w tym przypadku oznaczenie  $\underline{a}_h^w$ .

2. Przy całkowaniu równań Takagi w trójkącie ASP (przy obliczaniu kontrastu na dyslokacjach niedopasowania) jest uwzględniane całkowite pole deformacji dyslokacji niedopasowania - jest stosowane w tym wypadku oznaczenie  $\underline{a}_h^d$ .

Korzystając z zasady superpozycji można przyjąć, że pole deformacji dyslokacji niedopasowania będzie sumą pola deformacji związanego z warstwą epitaksjalną i pola deformacji w jednorodnym kryształcie półnieskończonym. Wynika stąd następujący związek funkcji  $\underline{a}_h^d$  i  $\underline{a}_h^w$ .

$$\underline{a}_h^d = \underline{a}_h^w + 2 \sin 2\Theta \frac{1}{|h|} \frac{\partial \underline{u}^d \cdot \underline{h}}{\partial s_h} \quad 2.11.$$

gdzie  $\underline{u}^d$  oznacza pole deformacji dyslokacji w jednorodnym kryształcie półnieskończonym.

W niniejszej pracy stosowano przybliżenie izotropowe. Jest to usprawiedliwione stosunkowo małym współczynnikiem anizotropii dla krzemu, równym 1,6. Dzięki zastosowaniu przybliżenia izotropowego możliwe było korzystanie ze wzorów analitycznych, co miało istotne znaczenie dla uproszczenia procedury numerycznej.

Obliczenia przeprowadzono dla dyslokacji biegnącej równoległe do powierzchni (jako dyslokacji niedopasowania)  $\perp$  prostopadłej do płaszczyzny dyfrakcji. W tym położeniu można było uwzględniać jedynie pole deformacji związane ze składową krawędziową dyslokacji niedopasowania.

W aktualnej pracy wykorzystano wzory na pole deformacji równoległej do powierzchni dyslokacji krawędziowej, uwzględniające relaksację naprężeń na swobodnej powierzchni. Wzory te zostały wyprowadzone przez Seegera [70] na podstawie funkcji Airy, podanych przez Liebfrieda i Dietze [71]. Korzystano z wzorów zamieszczonych w pracy Chernsa i Stowella [73] gdzie skorygowano pomyłkę z oryginalnej pracy Seegera.

Przeprowadzone obliczenia odpowiadały zrealizowanemu eksperymentalnie



przypadkowi cienkiej warstwy epitaksjalnej na grubym nieodkształconym podłożu. Zmiany stałej sieci były wywołane przez silną domieszkę boru, znajdująca się w podłożu. W takiej sytuacji  $\alpha_h^w$  powinna zawierać człon proporcjonalny do funkcji rozkładu domieszki boru. Ten ostatni przyjmowano w postaci danej jako rozwiązanie zagadnienia dyfuzji dla idealnego procesu epitaksji, odbywającego się ze stałą prędkością w stałej temperaturze [73, 74].

Stosowaną w obliczeniach postać  $\alpha_h^w$  można zapisać w sposób następujący:

$$\alpha_h^w(y) = 2 \sin 2\theta A \left[ \operatorname{erfc}\left(\frac{y-t_w}{w_r}\right) + \operatorname{erfc}\left(\frac{y+t_w}{w_r}\right) \exp\left(-\frac{4yt_w}{w_r^2}\right) \right] + \dots + 2 \sin 2\theta \Delta \theta - \chi_0 \quad 2.12.$$

gdzie  $t_w$  oznacza grubość warstwy epitaksjalnej, natomiast

$$w_r = 2 \sqrt{D \cdot t} \quad 2.13.$$

gdzie  $z$  kolei  $D$  jest stałą dyfuzji, a  $t$  jest czasem trwania procesu wzrostu warstwy epitaksjalnej.

Współczynnik  $A$  oznacza efektywną różnicę kątową maksimów odbicia warstwy i podłoża, a dokładniej mówiąc taką, jaka byłaby przy pominięciu dyfuzji domieszki borowej. Z punktu widzenia przeprowadzonych symulacji  $A$  można traktować jako parametr wyznaczany z eksperymentalnej krzywej dyfrakcyjnej. Dla odbić symetrycznych i mało rozmytych związków epitaksjalnych  $A$  jest bliskie odstępowi maksimów na krzywej dyfrakcyjnej.

## 2.5. Dobór wielkości kroku i liczby kroków

Obliczenia numeryczne przeprowadzono na EMC R-32, wykonującej około 100 000 operacji na sekundę. Korzystanie ze stosunkowo wolnej maszyny cyfrowej ograniczało zakres przeprowadzanych obliczeń i stwarzało konieczność starannego przygotowania programu oraz właściwego doboru wielkości kroku całkowania i liczby kroków.

Optymalna wielkość kroku i liczba kroków są ze sobą powiązane. W pierwszym rzędzie konieczne jest tu zapewnienie zbieżności i stabilności metody numerycznej. Z drugiej strony konieczne jest objęcie trójkątem ASP dostatecznego obszaru wokół linii dyslokacyjnej; ważne jest m.in. wystarczające oddalenie linii AS od rdzenia dyslokacji, tak by pola odkształceń związanych z dyslokacją były na linii AS możliwe do pominięcia z punktu widzenia wywołujących zmian kontrastu.

W aktualnie wykonywanych obliczeniach (symetryczny refleks 333, promieniowanie  $\text{Cu K}\alpha$ ) przyjęto długość odcinka AP równą 200  $\mu\text{m}$ , przy usytuowaniu dyslokacji na symetralnej AP. Długość AP jest w przybliżeniu około dwukrotnie większa od szerokości obrazu dyslokacji niedopasowania.

Procedura stosowana do obliczania krzywych odbicia i wartości brzegowych była wyraźnie mniej wrażliwa na wielkość kroku niż procedura całkowania.



równań Takagi w trójkącie ASP. Tym niemniej dla osiągnięcia większej dokładności obliczanych wartości brzegowych krok całkowania był dwukrotnie mniejszy od pionowego kroku całkowania przy obliczaniu kontrastu. Taki sam krok stosowano przy obliczaniu wszystkich zamieszczonych w pracy krzywych teoretycznych.

Sredni czas obliczania kontrastu wynosił około 10 min, z czego przeszło połowa była zużywana na obliczenia funkcji  $\alpha_n$  (pół deformacji). Czas obliczania krzywej odbicia złożonej z 350 punktów wynosił około 6 min.

### 3. ANALIZA STANU ODKSZTAŁCEŃ SIECI W WARSTWACH EPITAKSJALNYCH

#### 3.1. Naprężenia i odkształcenia sieci w warstwach epitaksjalnych

Ze względu na zastosowanie analizowanych tu zagadnień do praktycznego wyznaczenia współczynnika niedopasowania zostanie tu uwzględniona anizotropia ośrodka. Uwzględnienie anizotropii ma tu bowiem istotne znaczenie dla zapewnienia wystarczającej dokładności przy wyznaczaniu współczynnika niedopasowania.

Zagadnienie odkształceń sieci w przypadku anizotropowym było analizowane m.in. w pracach Reinhardta i Logana [75] oraz Fukuhary i Takano [23]. Wcześniej analogiczne zagadnienie spajanych elementów termobimetalicznych było rozpatrywane w przybliżeniu izotropowym przez Timoshenkę [76].

We wszystkich wymienionych pracach zastosowano przybliżenie znane w teorii gięcia cienkich prętów i płyt. W tym przybliżeniu zakłada się, że płaszczyzny prostopadłe do powierzchni płyty lub pręta pozostają po deformacji płaszczyznami lokalnie prostopadłymi do powierzchni.

W dalszym ciągu korzystając będziemy z wzorów na naprężenia podanych przez Reinhardta i Logana [75]. Wzory te odnoszą się do lokalnego układu współrzędnych z początkiem w płaszczyźnie rozdziału i osiami  $x$  i  $y$  równoległymi do powierzchni próbki. W takim układzie niezerowe będą jedynie składowe naprężenia  $\sigma_{xx}$  i  $\sigma_{yy}$  (mamy do czynienia z płaskim, niejednorodnym stanem naprężeń w płaszczyznach równoległych do powierzchni warstwy). W rozpatrywanych przez Reinhardta i Logana przypadkach warstw o strukturze kubicznej na płaszczyznach (100) ponadto

$$\sigma_{xx} = \sigma_{yy} \quad \text{ozn } \bar{\sigma} \quad 3.1.$$

Naprężenia odpowiednio dla warstwy i podłoża wyrażają się wzorami (dla skokowego przejścia podłoże-warstwa)

$$\begin{aligned} \bar{\sigma}_w &= \frac{-2}{3\varrho (t_w + t_p) t_w} \left( \frac{t_w^3}{4S_w} + \frac{t_p^3}{4S_p} \right) + \frac{z - \frac{t_w}{2}}{S_w \varrho} \\ \bar{\sigma}_p &= \frac{2}{3\varrho (t_w + t_p) t_p} \left( \frac{t_w^3}{4S_w} + \frac{t_p^3}{4S_p} \right) + \frac{z + \frac{t_p}{2}}{S_w \varrho} \end{aligned} \quad 3.2.$$



We wzorach 3.2. i dalej indeksem "w" i "p" oznaczono wielkości odnoszące się odpowiednio do warstwy i podłoża,  $t_w$  i  $t_p$  oznaczają natomiast odpowiednio grubość warstwy i podłoża. Z kolei

$$S = S_{11} + S_{12} \quad 3.3.$$

gdzie  $S_{11}$  i  $S_{12}$  są odpowiednimi (w układzie związanym z warstwą) składowymi tensora podatności sprężystej, wreszcie  $Q$  oznacza promień krzywizny warstwy. W przypadku, gdy krzywizna próbki jest wywołana jedynie obecnością warstwy o różnej "w" w stosunku do podłoża stałej sieci, możemy zapisać:

$$Q = 2(t_w + t_p) \left[ 1 + \frac{1}{3} \left( \frac{S_w}{t_w} + \frac{S_p}{t_p} \right) \left( \frac{t_w^3}{S_w} + \frac{t_p^3}{S_p} \right) (t_w + t_p)^{-1} \right] f_e \quad 3.4.$$

przy czym  $f_e$  oznacza tu efektywny współczynnik niedopasowania, tzn. rzeczywisty współczynnik niedopasowania zmniejszony o udział deformacji plastycznej.

Należy tu zaznaczyć, że w niektórych przypadkach o krzywiznie rzeczywistej warstwy epitaksjalnej decyduje również stan drugiej powierzchni podłoża. W takich przypadkach nie można stosować wzoru 3.4.

Dla znalezienia odkształceń sieci, na podstawie prawa Hooke'a można napisać:

$$\sigma_{zz} = 0 = C_{31} \epsilon_{xx} + C_{32} \epsilon_{yy} + C_{33} \epsilon_{zz} \quad 3.5.$$

gdzie  $C_{ij}$  są składowymi tensora sprężystości, natomiast  $\epsilon_{ij}$  - składowymi tensora naprężeń. Ponieważ w rozważanym przypadku

$$\epsilon_{xx} = \epsilon_{yy} \quad 3.6.$$

otrzymujemy z 3.4.

$$\epsilon_{zz} = - \frac{C_{31} + C_{32}}{C_{33}} \epsilon_{xx} \quad \text{ozn} \quad -N \epsilon_{xx} \quad 3.7.$$

gdzie dla wygody przyjęliśmy oznaczenie

$$N \quad \text{ozn} \quad \frac{C_{31} + C_{32}}{C_{33}} \quad 3.8.$$

Jednocześnie

$$\epsilon_{xx} = (S_{11} + S_{12}) \cdot \sigma_{xx} = S \bar{\sigma} \quad 3.9.$$

Komplet wzorów 3.1.-3.9. pozwala na łatwe znalezienie wyrażeń na odkształcenia, które jednak ze względu na skomplikowaną postać nie będą przytoczone.

Dla praktycznego korzystania z przedstawionych wzorów należy dokonać transformacji składowych tensora sprężystości, podawanych w tablicach dla układu związanego z komórką elementarną, do przyjętego tu układu współrzędnych związanego z warstwą epitaksjalną.



Dla badanych w niniejszej pracy warstw w płaszczyźnie (111) występujące w zamieszczonych tu wzorach stałe sprężyste można wyrazić przez podawane zwykle stałe  $C_{11}$ ,  $C_{12}$  i  $C_{44}$  w sposób następujący:

$$C_{31}^{(111)} = \frac{1}{3} C_{11} + \frac{2}{3} C_{12} - \frac{2}{3} C_{44}$$

$$C_{32}^{(111)} = \frac{1}{3} C_{11} + \frac{2}{3} C_{12} - \frac{2}{3} C_{44}$$

$$C_{33}^{(111)} = \frac{1}{3} C_{11} + \frac{2}{3} C_{12} + \frac{4}{3} C_{44} \quad 3.10.$$

Stąd otrzymujemy, podobnie jak w pracy Fukuhary i Takano [23]

$$N^{(111)} = \frac{2C_{11} + 4C_{12} - 2C_{44}}{C_{11} + 2C_{12} - 4C_{44}} \quad 3.11.$$

Przyjmując dla krzemu [77]  $C_{11} = 16,57 \cdot 10^{11}$  dyn/cm<sup>2</sup>\*,  $C_{12} = 6,32 \cdot 10^{11}$  dyn/cm<sup>2</sup>\*,  $C_{44} = 7,96 \cdot 10^{11}$  dyn/cm<sup>2</sup>\* otrzymujemy

$$N^{(111)} = 0,44 \quad 3.12.$$

Dla porównania, dla warstw w płaszczyźnie (100)

$$N^{(100)} = 0,71 \quad 3.13.$$

oraz w przybliżeniu izotropowym

$$N^{iz} = \frac{2\nu}{1-\nu} = 0,56 \quad 3.14.$$

Przedstawione wzory na naprężenia i odkształcenia ulegają znacznemu uproszczeniu, gdy warstwa jest znacznie cieńsza od podłoża ( $t_w \ll t_p$ ) - w tym przypadku

$$\begin{aligned} \bar{\sigma}_p &\rightarrow 0 \\ \bar{\sigma}_w &\rightarrow \frac{f_e}{S_w} \end{aligned} \quad 3.15.$$

oraz na podstawie 3.10.

$$\begin{aligned} \varepsilon_{xx_p} &\rightarrow 0 \\ \varepsilon_{xx_w} &\rightarrow f_e \\ \varepsilon_{zz_w} &\rightarrow -Nf_e \end{aligned} \quad 3.16.$$

Naprężenia i odkształcenia występują więc w tym przypadku jedynie w warstwie epitaksjalnej.

\*)  $1 \text{ dyn/cm}^2 = 10^{-1} \text{ Pa}$



### 3.2. Aspekt zastosowania pomiarów krzywych odbicia do wyznaczenia współczynnika niedopasowania sieciowego warstwy i podłoża

Jednym z podstawowych zastosowań badań krzywych dyfrakcyjnych warstw epitakcyjnych jest wyznaczenie na ich podstawie rzeczywistego współczynnika niedopasowania, określonego w sposób następujący:

$$f = \frac{a_w - a_p}{a_p} \quad 3.17.$$

gdzie  $a_w$  i  $a_p$  oznaczają odpowiednio stałe sieciowe materiału podłoża i warstwy. Występujący w poprzednim rozdziale efektywny współczynnik niedopasowania  $f_e$  oznacza rzeczywisty współczynnik niedopasowania pomniejszony o składnik związany z wystąpieniem deformacji plastycznej. Przy założeniu istnienia sieci dyslokacji niedopasowania położonych w średniej odległości "l" od siebie, można w przybliżeniu przyjmować

$$f_e = f - \frac{a b_t}{l} \quad 3.18.$$

gdzie  $b_t$  jest składową wektora Burgersa w kierunku prostopadłym do linii dyslokacyjnej w płaszczyźnie rozdziału (efektywną z punktu widzenia uwalniania naprężeń), natomiast współczynnik "a" uwzględnia występowanie dyslokacji niedopasowania w kilku kierunkach. W przypadku warstw o orientacji  $\langle 111 \rangle$ , gdy możliwe są trzy kierunki dyslokacji niedopasowania  $a = \frac{1}{2} [36]$ .

Na podstawie zmierzonych krzywych dyfrakcyjnych w pierwszej kolejności jest wyznaczana różnica kątowa warunków Bragga dla warstwy i podłoża. Dalejsze znalezienie na jej podstawie współczynnika niedopasowania wymaga przyjęcia określonego modelu odkształceń elastycznych.

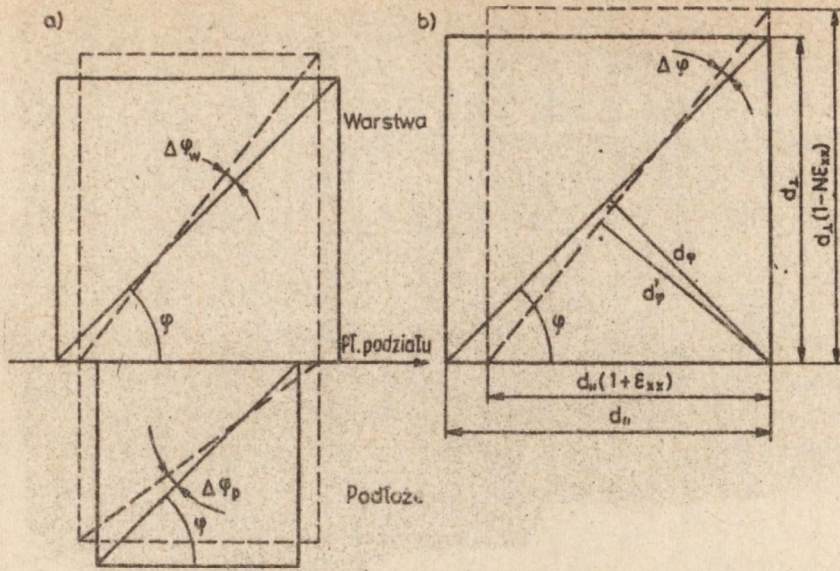
W ogólnym przypadku refleksu asymetrycznego różnica kątowa warunków Bragga dla podłoża i warstwy jest sumą przyczynku od różnicy odległości międzypłaszczyznowych i powstającej pod wpływem naprężeń dodatkowej dezorientacji płaszczyzn odbijających. Przedstawiono to schematycznie na rysunku 4. Można wykazać, że przy omawianych wcześniej założeniach upraszczających dotyczących odkształceń; zmiana kąta nachylenia płaszczyzn odbijających od płaszczyzny warstwy  $\Delta\varphi$  będzie równa

$$\Delta\varphi = -\frac{1}{2} \sin 2\varphi (1 + N) \epsilon_{xx} \quad 3.19.$$

gdzie N jest podane we wzorze 3.8. Analogicznie można znaleźć, że związana z deformacją, zmiana odległości międzypłaszczyznowych  $\frac{\Delta d_\varphi}{d_\varphi}$  płaszczyzn nachylnych pod kątem  $\varphi$  będzie równa

$$\frac{\Delta d_\varphi}{d_\varphi} = [\sin^2 \varphi (1 + N) - N] \epsilon_{xx} \quad 3.20.$$





Rys. 4

- a) Schemat deformacji sieci w warstwach epitaksjalnych  
 b) Rysunek objaśniający wyprowadzenie wzorów 3.19.-3.21.  
 (linią przerywaną zaznaczono stan sieci po deformacji)

Sumaryczna różnica warunków Bragga dla warstwy i podłoża  $\Delta\Theta_{pw}$  wyraża się wzorem

$$\Delta\Theta_{pw} = \operatorname{tg} \Theta \left\{ 1 - \left[ \sin^2 \varphi (1+N) - N \right] \left( \varepsilon_{xx_w} - \varepsilon_{xx_p} \right) \right\} \approx \frac{1}{2} \sin 2\varphi (1+N) \left( \varepsilon_{xx_w} - \varepsilon_{xx_p} \right) \quad 3.21.$$

Wyznaczanie współczynnika niedopasowania z przedstawionych wyżej wzorów 3.1.-3.21. może być ogólnie dość złożone. Ulega ono znacznemu uproszczeniu w dwóch przypadkach:

- gdy wykrzywienie próbki jest spowodowane jedynie obecnością warstwy i można stosować wzór 3.4. - w tym przypadku najlepiej jest wyznaczać eksperymentalnie promień krzywizny. Postępowanie takie pozwala na eksperymentalne uwzględnienie wpływu deformacji plastycznej bez konieczności przybliżonego oszacowywania  $f_e$ ;
- gdy grubość podłoża jest znacznie większa od grubości warstwy. W tym przypadku

$$\Delta\Theta_{pw} = \operatorname{tg} \Theta \left\{ 1 - \left[ \sin^2 \varphi (1+N) - N \right] f_e \right\} \approx \frac{1}{2} \sin 2\varphi (1+N) f_e \quad 3.22.$$

Dalsze uproszczenie można uzyskać w przypadku stosowania refleksów symetrycznych, gdy  $\varphi = 0$ . Otrzymuje się wówczas



$$f = \frac{\Delta \Theta_{pw} - \frac{a \cdot b}{t}}{1 + N} \operatorname{ctg} \Theta \quad 3.23.$$

a przy braku dyslokacji niedopasowania

$$f = \frac{\Delta \Theta_{pw}}{1 + N} \operatorname{ctg} \Theta \quad 3.24.$$

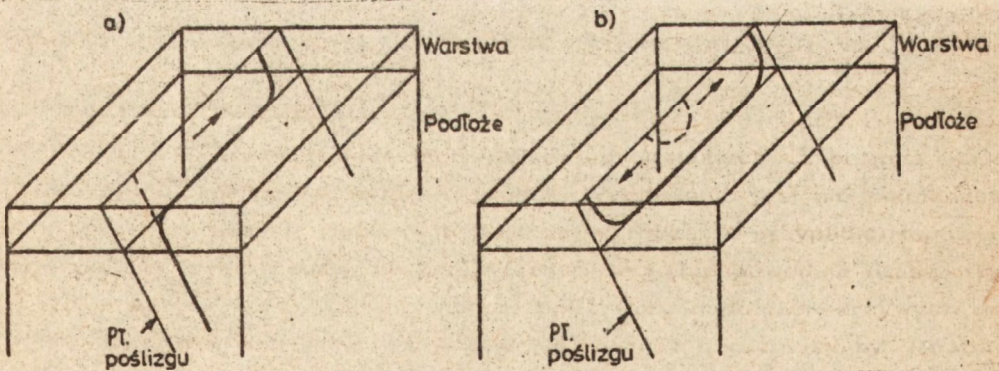
Na marginesie wypada zauważyć, że  $\Delta \Theta_{pw}$  dane wyrażeniem 3.22. jest jednocześnie równe współczynnikowi A we wzorze 3.16.

#### 4. PROBKI

##### 4.1. Powstawanie dyslokacji niedopasowania

Istniejące prace teoretyczne dowodzą, że powstawanie dyslokacji niedopasowania jest możliwe dopiero po przekroczeniu pewnej krytycznej grubości narośniętej warstwy epitaksjalnej. Ta grubość krytyczna zależy w pierwszym rzędzie od wartości współczynnika niedopasowania [78-82].

Matthews [82] zaproponował dwa podstawowe mechanizmy poślizgowe formowania się dyslokacji niedopasowania, możliwe w warunkach ciągłego wzrostu warstwy epitaksjalnej. Pierwszy z nich zakłada powstawanie dyslokacji niedopasowania z dyslokacji przechodzącej przez podłoże i warstwę. Pod wpływem naprężeń następuje zaginanie się i poślizg odcinka dyslokacji znajdującego się w warstwie. Poślizg ten następuje w płaszczyźnie poślizgu nachylonej powierzchni warstwy epitaksjalnej. Drugi, podany przez Matthews, sposób formowania się dyslokacji niedopasowania polega na podobnym rozwijaniu znajdującej się w warstwie półpełni dyslokacyjnej. Oba sposoby przedstawiono schematycznie na rys. 5. W obu przypadkach dyslokacje niedopasowania muszą mieć wektor Burgersa nachylony do powierzchni warstwy.



Rys. 5. Mechanizmy formowania się dyslokacji niedopasowania podane przez Matthews



W teorii Matthews'a uzyskuje się następujące oszacowanie grubości krytycznej  $h_k$

$$h_k = \frac{b(1 - \nu \cos^2 \alpha)}{8\pi f(1 + \nu) \cos \lambda} \ln \left( \frac{h_k}{b} \right) \quad 4.1.$$

gdzie  $f$  jest współczynnikiem niedopasowania,  $b$  - długością wektora Burgersa,  $\nu$  - współczynnikiem Poissona,  $\lambda$  - kątem między wektorem Burgersa a prostą prostopadłą do linii dyslokacyjnej w płaszczyźnie rozdziału, a  $\alpha$  jest kątem między wektorem Burgersa a kierunkiem linii dyslokacyjnej.

Badania eksperymentalne prowadzone na różnych materiałach w dużym stopniu potwierdzają sugestie Matthews'a. Dla warstw krzemowych wyniki potwierdzające teorię Matthews'a można znaleźć w pracach Sugity, Tamury i in. [1, 3] oraz Blanca [5]. Podobne wnioski uzyskano na podstawie prac prowadzonych w ITME [35, 37, 38]. Niektóre dowody potwierdzające teorię Matthews'a, uzyskane przy zastosowaniu metod topografii odbiciowej, będą omówione w dalszej części niniejszej pracy.

Należy zaznaczyć, że powstawanie dyslokacji niedopasowania stanowi w pewnej mierze proces przypadkowy - wg teorii Matthews'a konieczne jest tu wcześniejsze znalezienie się w obszarze warstwy dyslokacji, lub pętli dyslokacyjnej o odpowiednim wektorze Burgersa. Wyniki doświadczalne wykazują, że przy dużej staranności obróbki powierzchni i odpowiednim prowadzeniu procesu epitaksjalnego możliwe jest znaczne przekraczanie grubości krytycznej bez powstawania dyslokacji niedopasowania [4, 37].

#### 4.2. Przygotowanie próbek

Przedstawione w niniejszej pracy wyniki zostały uzyskane w większości na specjalnie przygotowanych pod kątem badań spektrometrycznych warstwach na podłożach o grubości 1,5 mm.

Wszystkie badane próbki zostały przygotowane w Zakładzie Epitaksji ITME. Warstwy epitaksjalne otrzymywano metodą epitaksji z fazy gazowej w procesie redukcji  $\text{SiCl}_4$  wodorem [83, 84]. Stosowano temperatury procesu w granicach  $1125 \div 1200^\circ\text{C}$  oraz prędkość wzrostu ok.  $1 \mu\text{m}/\text{min}$ . Na niektórych próbkach pierwsze partie nanoszono z prędkością  $0,4 \mu\text{m}/\text{min}$ . Proces epitaksji prowadzono w reaktorze poziomym.

Podłoża zastosowane do nakładania wszystkich badanych warstw były wycinane z monokryształów bezdyslokacyjnych, otrzymywanych w Zakładzie Monokrysztalizacji Krzemu ITME. Powierzchnie próbek przygotowywano przez polerowanie mechaniczno-chemiczne w Zakładzie Epitaksji ITME. Dodatkowo w pierwszym stadium procesu epitaksji przeprowadzono trawienie w gazowym  $\text{HCl}$ , zdejmujące warstwę ok.  $5 \mu\text{m}$ .

Różnica stałych sieciowych podłoża i warstwy w badanych próbkach była wywołana różnym poziomem domieszkiowania. W większości przypadków jako



domieszka był stosowany bor, a jedynie pojedyncze wyniki pochodzą z próbek domieszkowanych antymonem i fosforem.

Względna zmiana stałej sieciowej materiału wywołana domieszkowaniem może być określona na podstawie przybliżonego wzoru [20, 74]

$$\frac{\Delta a}{a} = \beta N_d = -\frac{1}{3} \left[ 1 - \left( \frac{R_d}{R_{Si}} \right)^3 \right] \frac{N_d}{N_{Si}} \quad 4.2.$$

gdzie  $N_d$  i  $N_{Si}$  oznaczają odpowiednio koncentrację atomów domieszki i krzemu natomiast  $R_d$  i  $R_{Si}$  - promienie jonowe atomów domieszki i krzemu.

Przyjmując wartości  $N_{Si} = 5 \cdot 10^{22}$  atomów/cm<sup>3</sup>,  $R_{Si} = 1,26 \text{ \AA}$  oraz dla domieszki boru  $R_d = 0,88 \text{ \AA}$  uzyskuje się wartość  $\beta$  równą  $-4,39 \cdot 10^{-24} \text{ cm}^3/\text{a}$ -tom. Domieszka boru wywołuje spośród najczęściej stosowanych największe zmiany stałej sieci. Ma ona jednak ważne znaczenie praktyczne jako główna domieszka typu p, stosowana w technologii elementów półprzewodnikowych.

Zestawienie badanych próbek (serii próbek), na których uzyskano wyniki omawiane w niniejszej pracy zawiera tabela 1. Podstawowe wyniki dotyczące kontrastu w metodzie spektrometru dwukrystalicznego uzyskano na próbkach z serii 1 - warstwach niedomieszkowanych o grubości 12  $\mu\text{m}$  na podłożach silnie domieszkowanych borem o koncentracji boru w granicach  $1,35 \div 1,5 \cdot 10^{19}$  atomów/cm<sup>3</sup>. Grubość warstwy epitaksjalnej dla tych próbek jest nieco większa od grubości krytycznej, oszacowywanej wg wzoru 4.1. na około 10  $\mu\text{m}$ .

Wyniki uzyskane na pozostałych próbkach stanowią zasadniczo uzupełnienie dla dyskusji niektórych zagadnień. Tab. 1, oprócz podstawowych parametrów podłoża i procesu, zawiera szereg parametrów, określonych na podstawie opisanych dalej badań. Szczególnie dotyczy to promienia krzywizny, mierzonego za pomocą kamery Langa lub oszacowanego na podstawie szerokości obrazu dla metody spektrometru dwukrystalicznego.

## 5. BADANIA KRZYWYCH ODBICIA WARSTW EPITAKSJALNYCH

### 5.1. Uwagi dotyczące eksperymentu

Istotnym problemem przy badaniach warstw epitaksjalnych za pomocą spektrometru dwukrystalicznego jest wygięcie próbek. Wygięcie to jest nieuniknioną konsekwencją różnicy stałych sieciowych podłoża i próbki. W przypadku topografii realizowanej na spektrometrze dwukrystalicznym wygięcie powoduje drastyczne ograniczenie szerokości odwzorowywanego pola. Przy badaniach krzywych odbicia wpływ krzywizny jest mniej krytyczny, ale również bardzo istotny. Powoduje on poszerzenie maksimów krzywych i zacieranie istotnych efektów dyfrakcyjnych.

Poszerzenie  $\Delta w$  krzywych podwójnego odbicia, związane z krzywizną, jest w przybliżeniu równe

$$\Delta w = \frac{l}{\rho} \quad 5.1.$$

gdzie  $\rho$  jest promieniem krzywizny próbki w płaszczyźnie dyfrakcji, natomiast  $l$  jest poziomą szerokością pola próbki oświetlanego wiązką promieniowania.



Tabela 1. Zestawienie badanych serii próbek

Ozn. serii	Grubość warstwy $[\mu\text{m}]$	Grubość podłoża $[\mu\text{m}]$	Domieszkowanie pierw. konc. $[\text{cm}^{-3}]$	Domieszkowanie warstwy pierw. konc. $[\text{cm}^{-3}]$	Temp. procesu $[\text{°C}]$	Prędkość wzrostu $[\mu\text{m}/\text{min}]$	Wielkość współczynnika niedopasowania z póm. elektr.	Wielkość współczynnika niedopasowania z krzywych dyf.	Promień krzywizny teoret. $[\text{m}]$	Promień krzywizny eksper. $[\text{m}]$	Występow dyslok
1a	12			$1,35 \cdot 10^{19}$			$6,1 \cdot 10^{-5}$	$6,1 \cdot 10^{-5}$	524	ok. 1000	+
1b	40	1500	B	$1,5 \cdot 10^{19}$	1200	1	$6,6 \cdot 10^{-5}$	$6,7 \cdot 10^{-5}$	170	250	+
2	12			$10^{14}$			$4,5 \cdot 10^{-5}$	$4,3 \cdot 10^{-5}$	710	500	+
3a	1					0,4	-	-	559	180	-
3b	3								189	90	-
3c	5		B	$1,1 \cdot 10^{19}$	1125	0,9	$4,8 \cdot 10^{-5}$	$4,8 \cdot 10^{-5}$	115	60	-
3d	10								75	200	+
3e	20								40	105	+
4a	15		B	$1,5 \cdot 10^{19}$	1200	1	$3,9 \cdot 10^{-5}$	$4,0 \cdot 10^{-5}$	38	35	+
4b	28								22	20	+
5	50	200	Sb	$1,1 \cdot 10^{19}$	1200	1	$1,7 \cdot 10^{-5}$	-	15	18	+
6	160	200	Sb	$1,1 \cdot 10^{19}$	1200	1	$1,7 \cdot 10^{-5}$	-	-	33	+



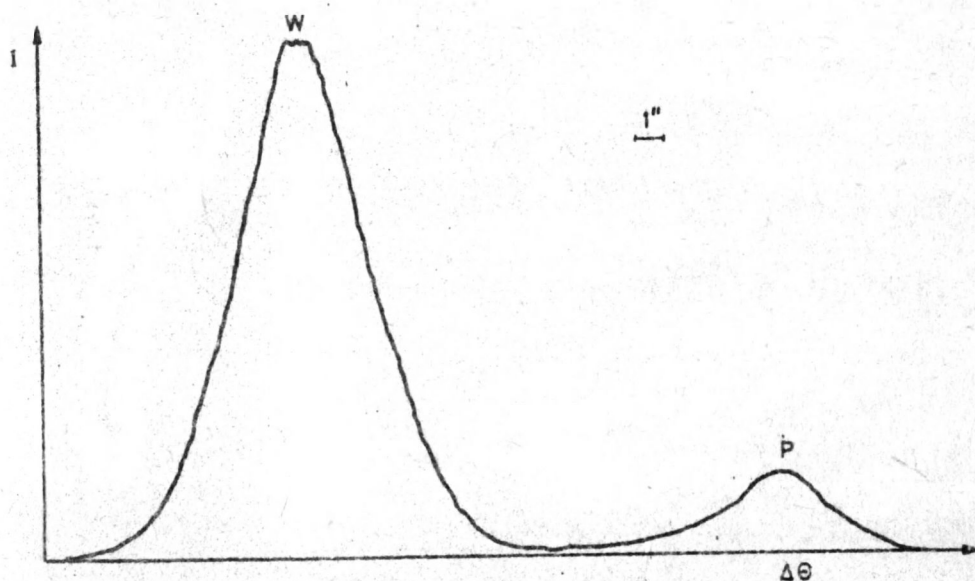
Minimalna szerokość wiązki jest ograniczona wielkością sygnału niezbędnego dla rejestracji krzywej oraz szerokością frontu falowego, konieczną dla tworzenia się maksimum pobocznych. Ograniczenia wynikające z tego drugiego tytułu były analizowane przez Battermanna i Hildebrandta [85].

Na podstawie uzyskanego doświadczenia można stwierdzić, że przy rejestracji krzywych  $511^V, -333^S$ \*) możliwe było ograniczenie szerokości wiązki do około 0,2 mm. Przy promieniach krzywizny większych niż 60 m zapewniało to ograniczenie powiększenia szerokości półkowej do 1".

## 5.2. Przykłady eksperymentalnych krzywych odbicia dla warstw epitaksjalnych

Przykłady eksperymentalnych krzywych dyfrakcyjnych dla warstw epitaksjalnych o różnej grubości przedstawiono na rys. 6.

a)

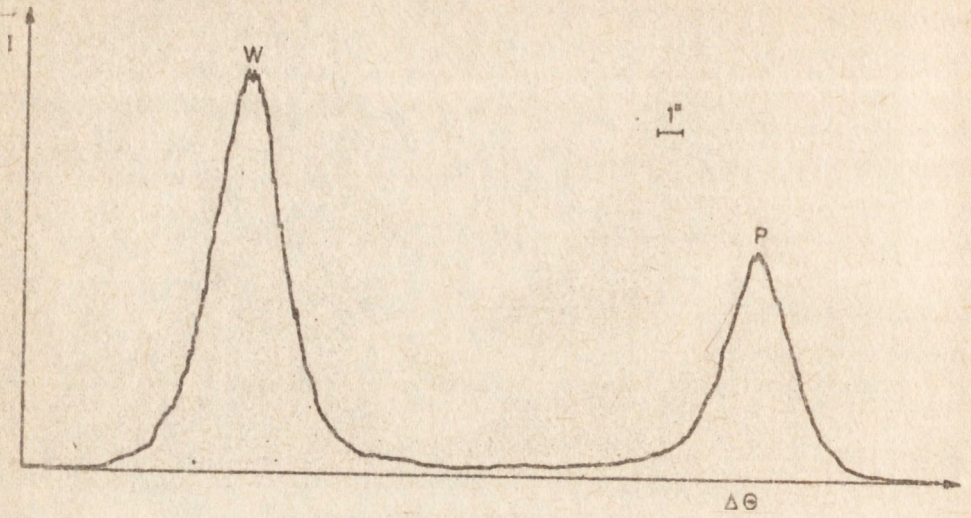


Rys. 6. Eksperymentalne krzywe dyfrakcyjne w układzie  $511^V, -333^S$  dla warstw epitaksjalnych o różnej grubości: a)  $t_w = 40 \mu\text{m}$

\*) W niniejszej pracy zastosowano wprowadzoną przez Rennigera [49] konwencję zapisu układów spektrometru dwukryształowego

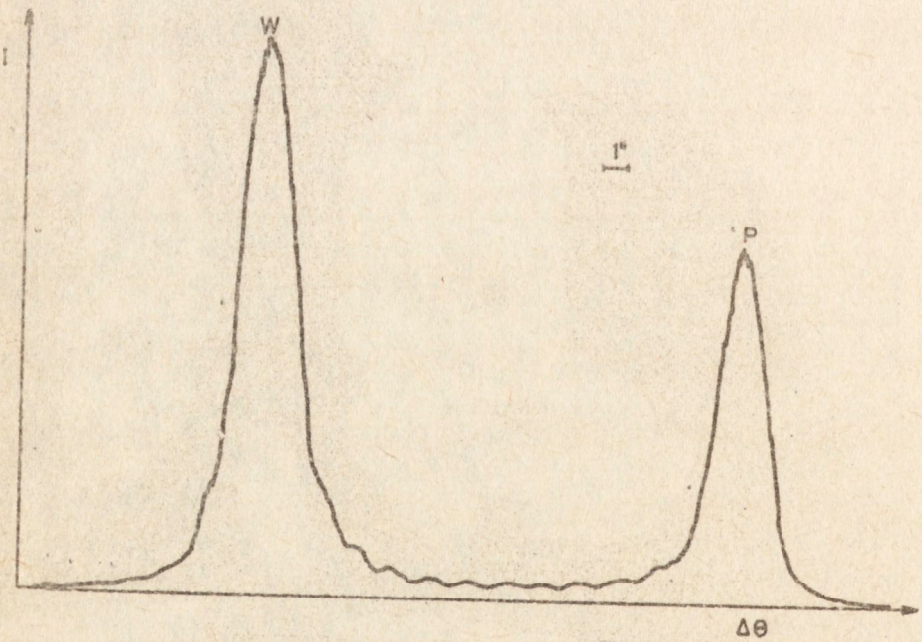


b)



b)  $t_w = 20 \mu\text{m}$

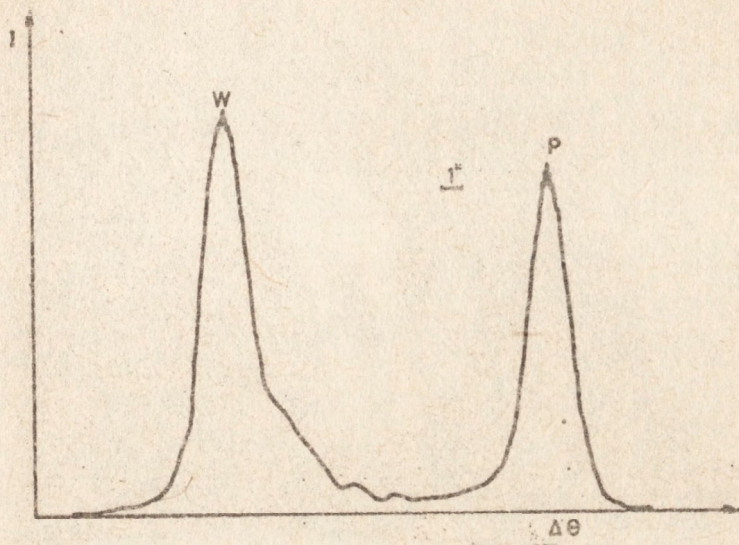
c)



c)  $t_w = 13 \mu\text{m}$

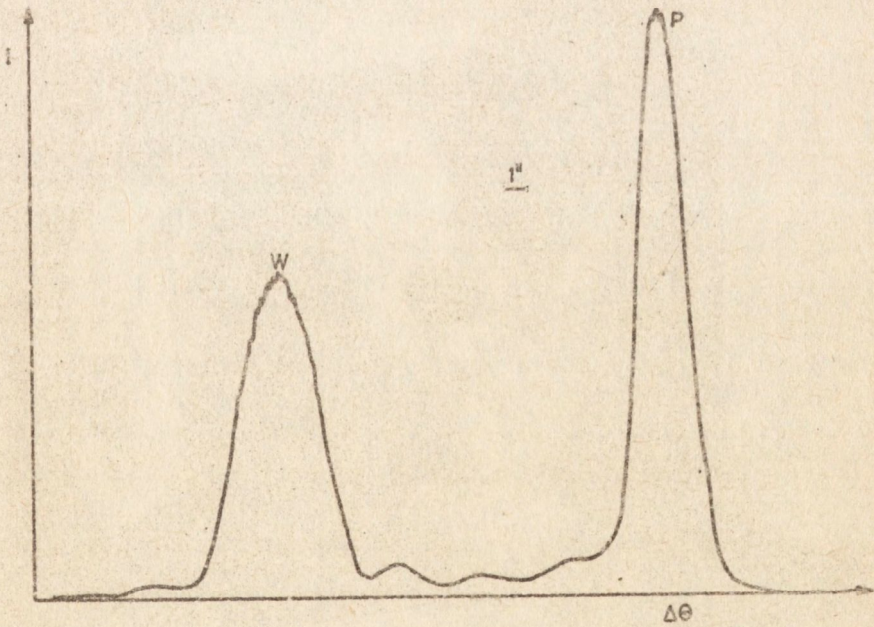


d)



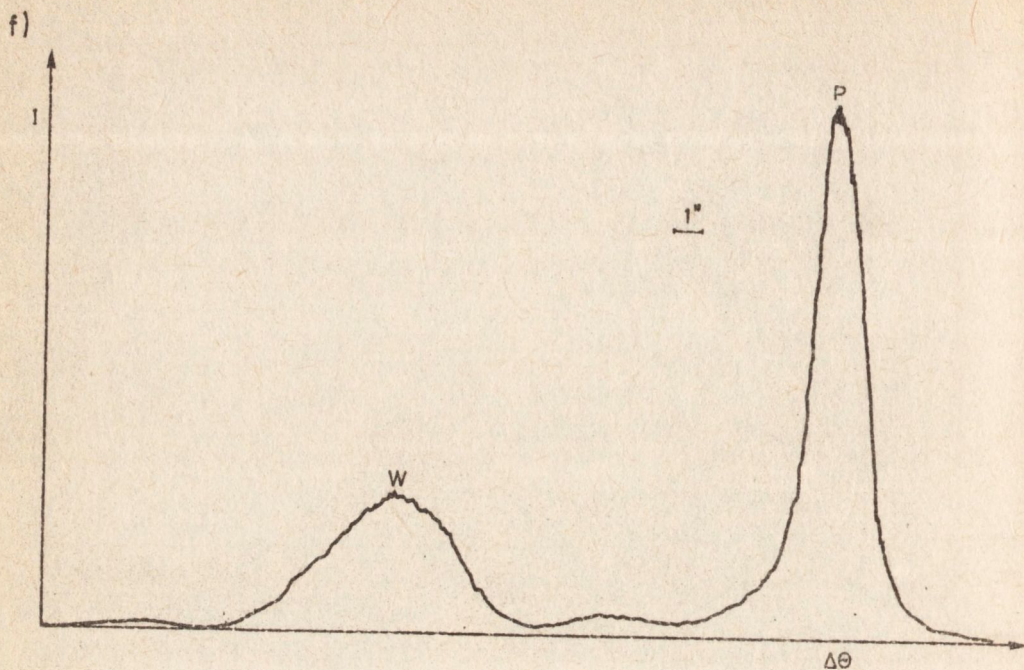
d)  $t_w = 10 \mu\text{m}$

e)



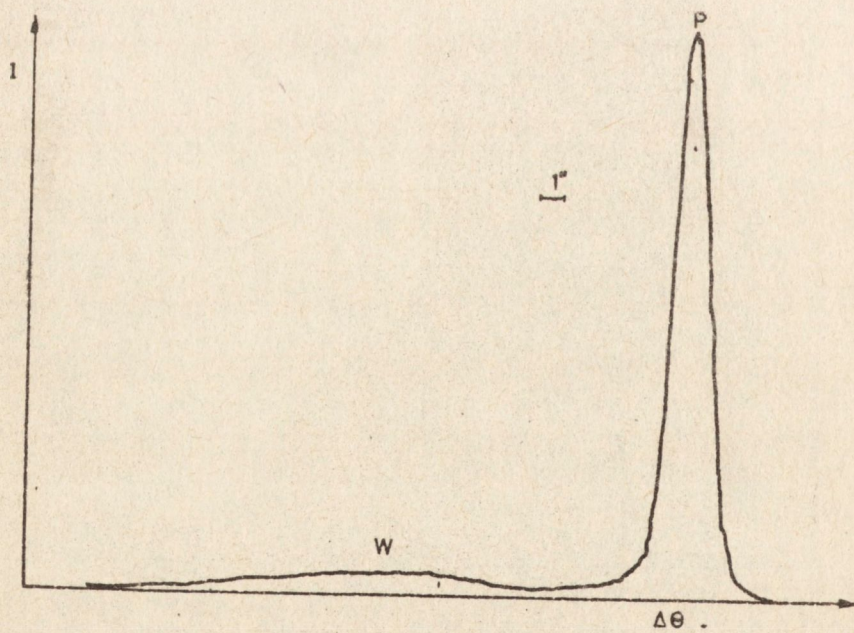
e)  $t_w = 5 \mu\text{m}$





f)  $t_w = 3 \mu\text{m}$

g)



g)  $t_w = 1 \mu\text{m}$



Są to krzywe dla próbek z serii 3a, 3b, 3c, 3d, 1a, 3e i 1b o grubościach warstw odpowiednio 1, 3, 5, 10, 13, 20 i 40  $\mu\text{m}$ . Wszystkie próbki miały podobny układ domieszkowania, z dużą koncentracją domieszki boru w podłożu i praktycznie niedomieszkowaną warstwą. Wielkość współczynnika niedopasowania wszystkich próbek była również zbliżona. Eksperymentalne krzywe zarejestrowano w układzie Renningera spektrometru dwukrystalicznego  $511^{\text{V}}$ ,  $_{-333}^{\text{B}}$ . Na pierwszym kryształach stosowano asymetryczny refleks 511 z kątem wejścia promieniowania równym  $4^{\circ}$ . Skala intensywności na poszczególnych wykresach nie jest zachowana.

Na krzywych można zauważyć występowanie rozdzielonych maksimów dyfrakcyjnych warstwy i podłoża, oddalonych od siebie o  $19\div 23''$ . Jedyne na krzywej dla warstwy o grubości 1  $\mu\text{m}$  maksimum warstwy jest oddalone od maksimum podłoża tylko o  $10''$ . Maksima oddalone od podłoża, odpowiadające mniejszym odległościom płaszczyzn odbijających znajdują się po stronie większych kątów poślizgu.

Szerokość połówkowa maksimów dyfrakcyjnych podłoża jest na wszystkich krzywych zbliżona i zawiera się w granicach  $2,9\div 3,6''$ . Jest ona o  $0,4\div 1''$  większa od uzyskiwanej w stosowanym układzie szerokości połówkowej krzywych dla monokryształów krzemu o dużej doskonałości, wynoszącej około  $2,5''$ . Obserwowane niewielkie poszerzenie maksimów od podłoża jest prawdopodobnie wynikiem wygięcia próbek, gdyż tego rzędu poszerzenie można uzyskać ze wzoru 5.1. dla promieni krzywizny przedstawionych w tabeli 1.

Mierzone eksperymentalnie promienie krzywizny badanych próbek zawierają się w granicach  $60\div 1500\text{ m}$ . Są to wartości często różne od obliczanych ze wzoru 3.4. Fakt ten można wytłumaczyć stanem odwrotnej strony podłoża.

Jak stwierdzono wykonując badania krzywych dyfrakcyjnych drugiej strony badanych próbek, występuje tam często warstwa epitaksjalna o stosunkowo dużej doskonałości. Krzywe dyfrakcyjne drugich stron płytek mają często bowiem podobne dwa maksima dyfrakcyjne jak warstwa właściwa, a szerokości tych maksimów nie przekraczają  $4''$ . Jak można przypuszczać wspomniana przypadkowa warstwa epitaksjalna powstaje z polikrystalicznego krzemu, jakim pokrywa się grafitowy grzejnik reaktora. Ponieważ jest używany do tego celu krzem niedomieszkowany, wspomniana warstwa w aktualnym przypadku przyczynia się do zmniejszenia wykrzywienia spowodowanego warstwą epitaksjalną (z wyjątkiem najcieńszych warstw, dla których sama powoduje istotne wygięcie w przeciwną stronę).

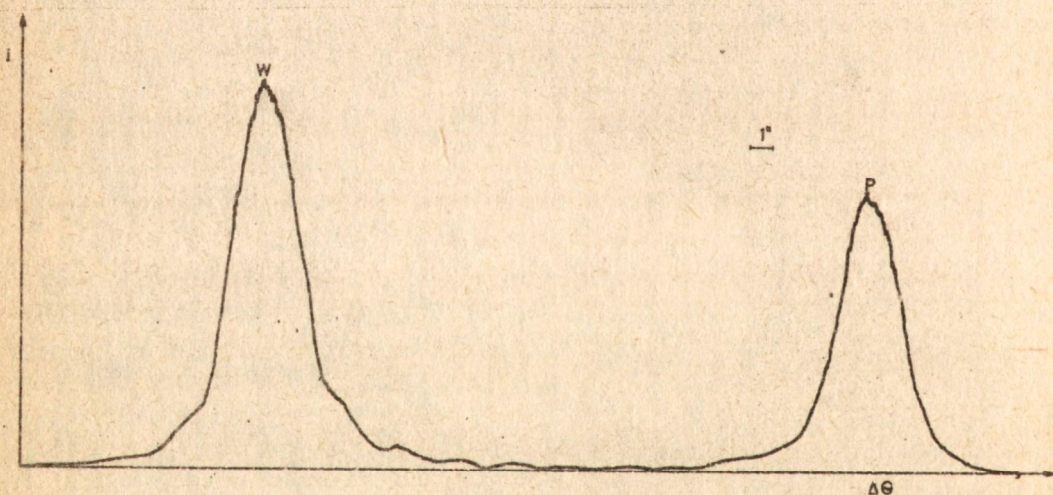
Oprócz wygięcia próbek, czynnikiem wpływającym na poszerzenie krzywych dyfrakcyjnych może być obecność innych defektów sieci krystalicznej - dyslokacji niedopasowania, segregacji domieszek i wtrąceń. Prawdopodobnie na to miejsce dla krzywej dyfrakcyjnej próbki z serii 1b, o grubości warstwy równej  $40\ \mu\text{m}$ , gdzie obserwuje się szczególnie duże poszerzenie maksimów, a zwłaszcza maksimum dyfrakcyjnego warstwy. Próbka ta zawiera znaczną koncentrację dyslokacji niedopasowania.



Na krzywych odbić warstw o grubościach 13, 10, 5 i 3  $\mu\text{m}$  są widoczne dodatkowe maksima interferencyjne. Maksima te są znacznie wyraźniejsze w obszarze między maksimami głównymi, choć wyraźne ślady maksimów interferencyjnych są widoczne również po przeciwnej stronie maksimum głównego warstwy. W miarę zmniejszania się grubości badanych warstw obserwuje się malenie wysokości i wydłużanie się okresu maksimów pobocznych. Są to efekty przewidywane przez teorię dynamiczną dla dyfrakcji w cienkim kryształach (patrz np. praca Battermanna i Hildebrandta [85]).

Pokazane na rysunku 6 krzywe eksperymentalne są zbliżone do uzyskanych przez Fukuharę i Takano [23] oraz Korodę i inn. [24], w aktualnym przypadku przedstawiono krzywe dla większej liczby warstw o różnych grubościach.

W uzupełnieniu na rysunku 7 pokazano krzywą dyfrakcyjną próbki z serii 1a w układzie  $53\bar{1}^V, -531^V$ , w jakim prowadzono część badań topograficznych. W tym przypadku na pierwszym kryształach stosowano silnie asymetryczne odbicie  $53\bar{1}$  z kątem wejścia ok.  $4^\circ$ . Krzywe dyfrakcyjne w tym układzie są dość zbliżone do uzyskiwanych w układzie  $511^V, -333^S$ . Dotyczy to szczególnie szerokości maksimów głównych i nachylenia ich zboczy, co decyduje o czułości metody topograficznej realizowanej w takim układzie.



Rys. 7. Eksperymentalna krzywa dyfrakcyjna w układzie  $53\bar{1}^V, -531^V$  próbki z warstwą o grubości  $t_w = 12 \mu\text{m}$

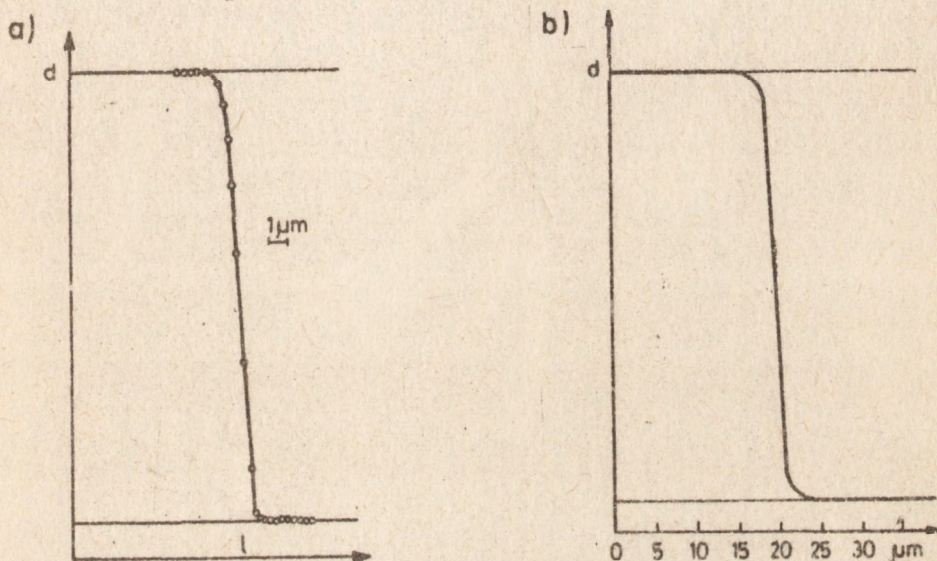
### 5.3. Ocena zgodności krzywych teoretycznych i eksperymentalnych

Przy obliczeniach krzywych teoretycznych nie przeprowadzono ścisłego dopasowania krzywych teoretycznych i eksperymentalnych. Wynikało to z ograniczeń dostępnego czasu wykorzystania maszyny cyfrowej. Nie wydawało się to ponadto celowe z uwagi na następujące czynniki ograniczające możliwość dokładnego dopasowania krzywych doświadczalnych i teoretycznych:



- występowanie w realnych próbkach odstępstw od zakładanego przy obliczeniach modelu jednowymiarowej deformacji. Odstępstwa te są szczególnie związane z segregacjami domieszek, dyslokacjami, wygięciem i innymi defektami sieci;
- zakładany wyidealizowany opis profilu złącza;
- ograniczenie frontu falowego przy mierzeniu krzywych eksperymentalnych.

Porównanie zakładanego profilu teoretycznego i typowego profilu eksperymentalnego, mierzonego metodą czterosondową na szlifie skośnym [33] (próbka z serii 3a), pokazano na rysunku 8.



Rys. 8

- Porównanie rzeczywistego profilu złącza mierzonego metodą czterosondową na szlifie skośnym ( $t_w = 20 \mu\text{m}$ )
- profilu teoretycznego dla zakładanej temperatury procesu  $1200^\circ\text{C}$

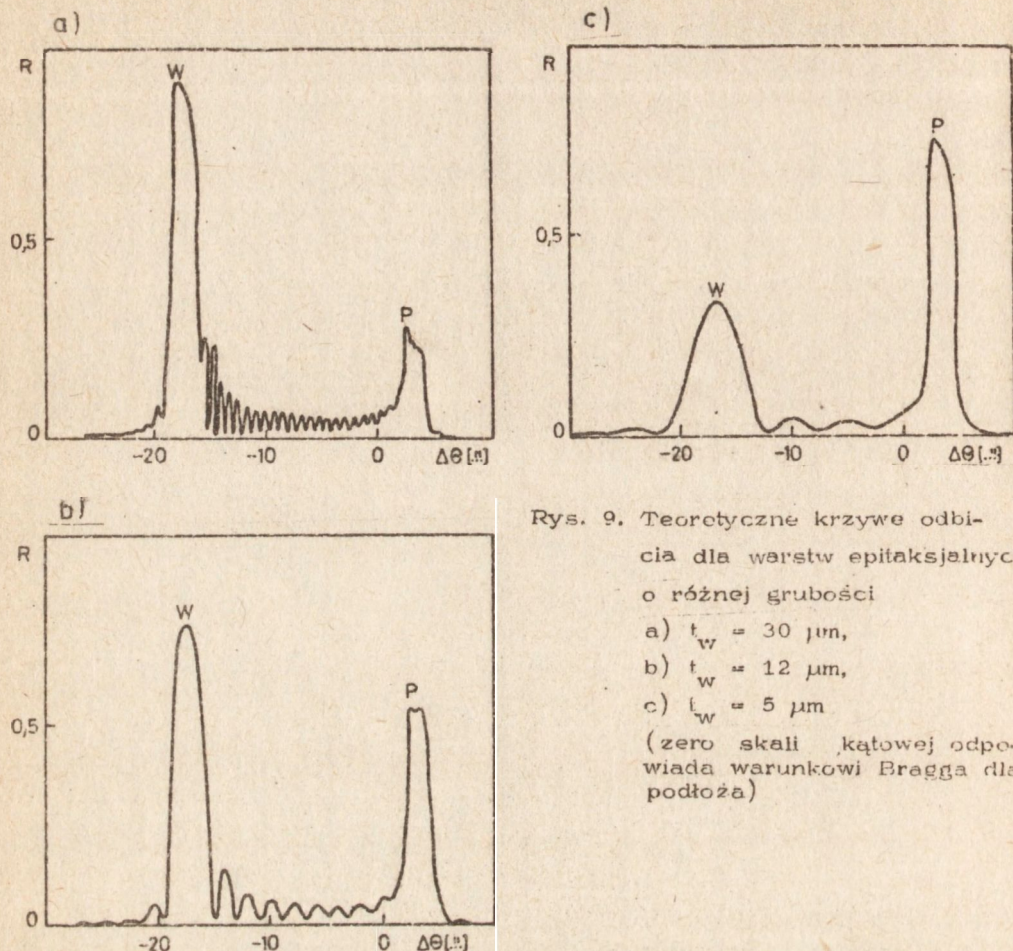
Jak widać, zgodność jest dostateczna i usprawiedliwia zakładane przybliżenie.

Przeprowadzone obliczenia krzywych teoretycznych miały na celu ogólne sprawdzenie słuszności teorii i poprawności działania programu numerycznego. W dalszym etapie, pod kątem zastosowań pomiarów krzywych odbicia do użytkowych badań warstw epitaksjalnych, przeprowadzono szereg obliczeń krzywych dla różnego stopnia rozmycia profilu złącza. Miały one na celu m.in. oszacowanie zauważonego przez Fukuharę i Takano efektu zmniejszania się odstępu kąтового maksimum krzywej w stosunku do rzeczywistej różnicy warunków Bragga podłoża i warstwy.

Teoretyczne krzywe odbicia obliczano dla promieniowania  $\text{Cu K}\alpha_1$  i symetrycznego refleksu 333, zarówno dla przypadku gdy odległości międzypłaszczyznowe w warstwie są mniejsze niż w podłożu, jak i odwrotnego. Przykłady krzywych dla warstw z większymi odległościami międzypłaszczyznowymi, wraz



z zakładanymi profilami teoretycznymi złącz przedstawiono na rysunku 9.



Rys. 9. Teoretyczne krzywe odbicia dla warstw epitaksjalnych o różnej grubości

a)  $t_w = 30 \mu\text{m}$ ,

b)  $t_w = 12 \mu\text{m}$ ,

c)  $t_w = 5 \mu\text{m}$

(zero skali kątowej odpowiada warunkowi Bragga dla podłoża)

Porównując krzywe 9c i 7e oraz 9b i 7c można stwierdzić dość dobrą zgodność krzywych teoretycznych i eksperymentalnych, biorąc pod uwagę skończoną rozbieżność wiązki analizującej i wygięcie próbek. Szczególnie dobra zgodność krzywej eksperymentalnej i teoretycznej jest widoczna dla grubości warstwy  $5 \mu\text{m}$ , gdy okres maksimum pobocznych jest znacznie większy od rozbieżności wiązki analizującej. Elementy krzywych odbicia nie zacierane przez rozbieżność wiązki analizującej, takie jak proporcje maksimum głównych, czy położenie maksimum pobocznych, są zgodne również dla większych grubości warstw.

Niższa wysokość maksimum pobocznych na krzywych eksperymentalnych jest prawdopodobnie wynikiem obecności w warstwie naprężeń ścinających, związanych z segregacjami domieszek i innymi defektami.

Maksima poboczne występują na krzywych teoretycznych po obydwu stronach maksimum głównego warstwy. Po stronie zewnętrznej maksimum głównego warstwy są one jednak kilka do kilkunastu razy mniejsze niż w obszarze



między maksimami głównymi. Można również zaobserwować nakładanie się maksimów pobocznych na maksimum podłoża, powodujące nieregularności profilu wierzchołka.

#### 5.4. Wpływ rozmycia złącza epitaksjalnego na profil krzywej odbicia

Badania wpływu rozmycia profilu złącza epitaksjalnego na przebieg teoretycznych krzywych odbicia przeprowadzono dla przypadku warstw o mniejszych odległościach międzyfazowych w warstwie. Przyjęcie odwrotnego układu było podyktowane praktyczną potrzebą oceny błędu przy wyznaczeniu współczynnika niedopasowania w tego typu warstwach [35-37]. Wnioski uzyskane na podstawie tych obliczeń stosują się również dla przeciwnego znaku niedopasowania. Krzywe różniące się znakiem niedopasowania (rys. 9c i 10a) są w dużym stopniu zwierciadlanym odbiciem.

Wpływ rozmycia badano na krzywych dla warstw o grubościach 5 i 10  $\mu\text{m}$ . Dla każdej grubości obliczano kilka krzywych, odpowiadających następującym wartościom  $w_r$ :

- a) wartości  $w_r$  odpowiadającej wzrostowi warstwy epitaksjalnej z szybkością 1  $\mu\text{m}/\text{min}$  w temperaturze 1200°C,
- b) wartości  $w_r$  5-krotnie wyższej niż w punkcie a), co odpowiadałoby np. 25-krotnie wolniejszemu wzrostowi warstwy,
- c) wartości  $w_r$  10-krotnie wyższej niż w punkcie a) (tylko dla grubości warstwy 10  $\mu\text{m}$ ).

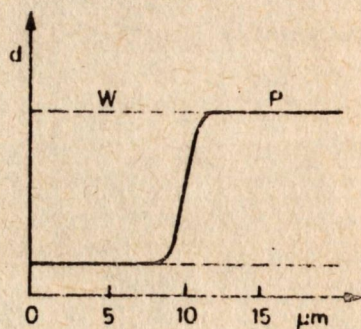
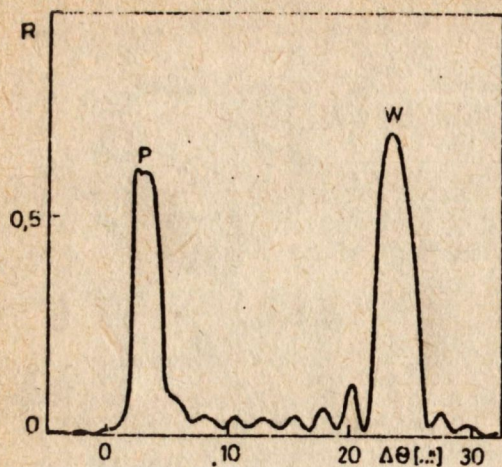
Uzyskane krzywe przedstawiono na rysunkach 10 i 11. Charakterystyczne zmiany krzywych odbicia, pojawiające się w miarę wzrostu rozmycia profilu złącza, to podniesienie się łła w obszarze między maksimami głównymi i osłabienie się maksimów pobocznych po zewnętrznej stronie maksimum warstwy. Amplituda maksimów pobocznych w obszarze między maksimami głównymi staje się większa.

Podniesienie się łła w obszarze między maksimami głównymi jest związane z większą szerokością strefy przejściowej między podłożem i warstwą.

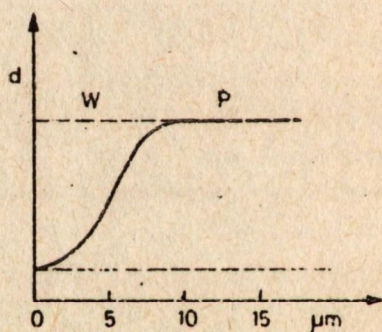
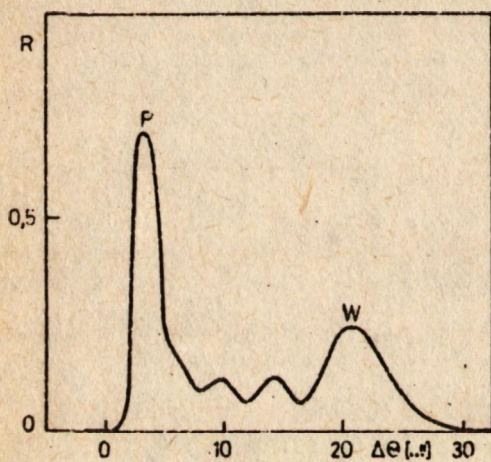
Odstęp kątowy maksimów głównych krzywych przedstawionych na rysunkach 10a, 11a i b, podobnie jak dla omawianych wcześniej krzywych pokazanych na rysunku 9, jest bardzo zbliżony do zakładanej w obliczeniach różnicy warunków Bragga podłoża i warstwy, wynoszącej 20". Różnice nie przekraczają 0,25". Należy zaznaczyć, że ze względu na zakłócenia profilu wierzchołka maksimum podłoża odległość maksimów należy wyznaczać dla położenia środków szerokości połówkowej. Na krzywej przedstawionej na rysunku 10b odstęp maksimów głównych jest około 1,5" mniejszy od różnicy warunków Bragga. Przesunięcie dotyczy tu głównie maksimum dyfrakcyjnego warstwy. Jest ono prawdopodobnie związane z tym, że na odpowiadającym tej krzywej profilu złącza obserwuje się gradient odległości międzyfazowych zaraz przy powierzchni warstwy.



a)



b)



Rys. 10. Teoretyczne krzywe odbicia dla warstw epitaksjalnych o grubości  $5 \mu\text{m}$  i różnym stopniu rozmycia złącza wraz z odpowiadającymi im profilami złącza

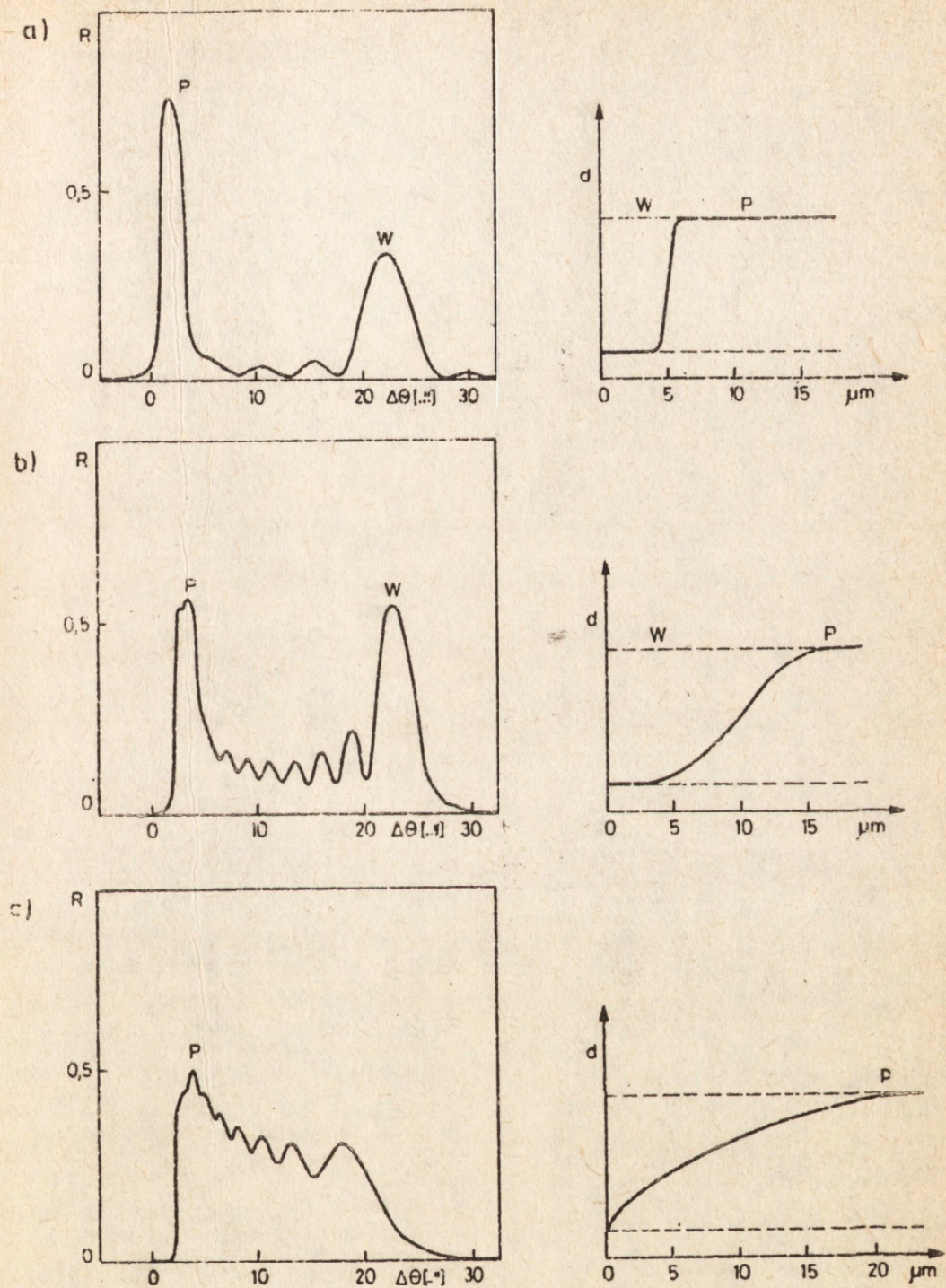
a)  $w_r = 0,29 \mu\text{m}$  (wartość odpowiadająca typowym procesom epitaksjalnym w temp.  $1200^\circ\text{C}$ )

b)  $w_r = 1,45 \mu\text{m}$

Na krzywej przedstawionej na rysunku 11c trudno jest wyodrębnić maksimum główne warstwy. Jednocześnie na załączonym profilu trudno jest wyodrębnić wyraźny obszar warstwy.

Jak można łatwo oszacować błąd  $0,25\%$  wynikający z przyjęcia za różnicę warunków Bragga podłoża i warstwy odstępu kąтового maksimumów nie powoduje błędu w wyznaczaniu współczynnika niedopasowania większego niż  $2 \cdot 10^{-6}$ . Jest to wartość w większości przypadków całkowicie możliwa do pominięcia.





Rys. 11. Teoretyczne krzywe odbicia dla warstw epitaksjalnych o grubości  $10 \mu\text{m}$  i różnym stopniu rozmycia złącza wraz z odpowiadającymi im profilami złącza

a)  $w_r = 0,41 \mu\text{m}$  (wartość odpowiadająca typowym procesom epitaksjalnym w temp.  $1200^\circ\text{C}$ )

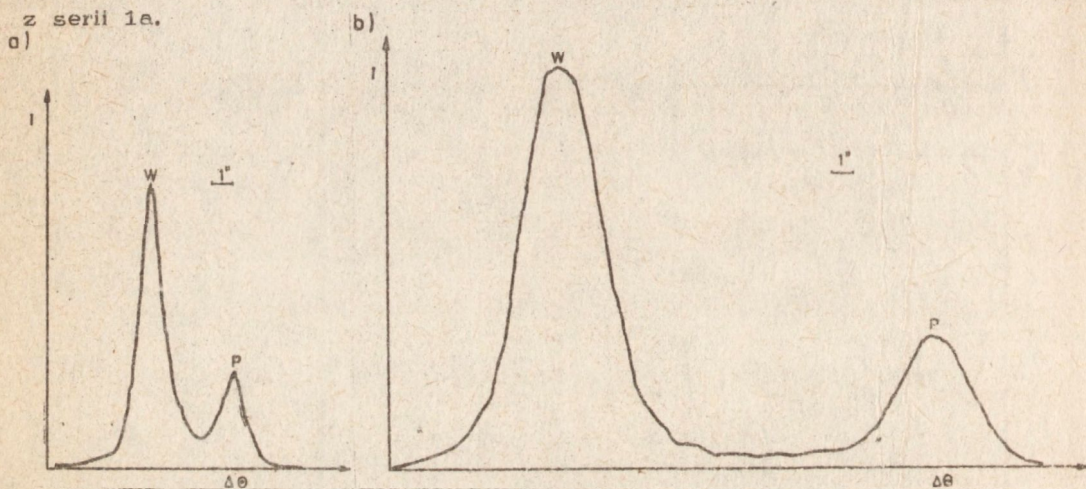
b)  $w_r = 2,05 \mu\text{m}$

c)  $w_r = 10 \mu\text{m}$



### 5.5. Ocena rzeczywistych odkształceń warstw epitaksjalnych

Zgodnie z wzorami 3.19. i 3.20. przyczynę do różnicy kątovej warunków Bragga podłoża i warstwy, związany z dezorientacją płaszczyzn odbijających, zależy od znaku  $\varphi$  w przeciwieństwie do przyczynki związanego z różnicą stałych sieciowych. Wynika stąd wniosek, że dla refleksów typu v odległość maksimów podłoża i warstwy będzie większa o podwójną odległość wzajemnej dezorientacji płaszczyzn odbijających podłoża i warstwy niż na refleksach typu R. Że tak jest w istocie dowodzą krzywe eksperymentalne, przedstawione na rysunku 12, uzyskane w układach  $511^V, -511^V$  oraz  $511^V, -511^R$  na płytce z serii 1a.



Rys. 12. Porównanie eksperymentalnych krzywych dyfrakcyjnych dla próbki z serii 1a

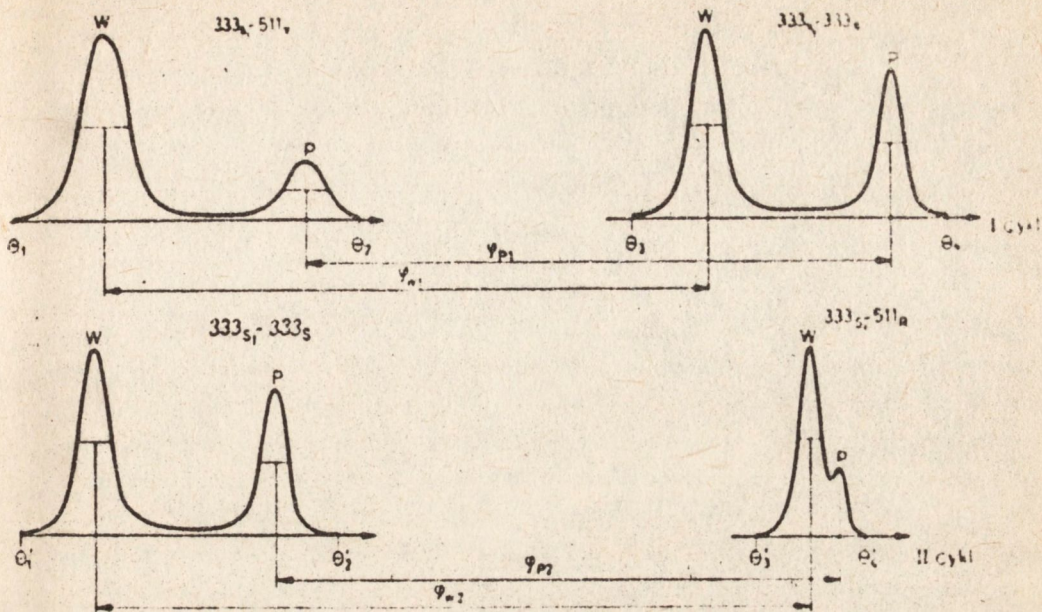
- a) w układzie  $511^V, -511^V$   
 b) w układzie  $511^V, -511^R$

Przedstawione wyżej własności różnych refleksów asymetrycznych zostały przez autora wykorzystane [39] do bezpośredniego pomiaru kąta międzyplaszczynowego dla próbek o orientacji  $\langle 111 \rangle$ . Schemat metody jest przedstawiony na rysunku 13.

Pomiar jest realizowany w dwóch cyklach. W pierwszym cyklu pomiarowym rejestrowano krzywą  $333^S, -511^V$ , obracano teodolit o kąt zbliżony do  $\varphi$  i rejestrowano krzywą  $333^S, -333^S$ . Następnie obracano próbkę o  $180^\circ$  wokół osi prostopadłej do powierzchni (osi pomocniczej uchwyty próbek) i wykonywano drugi cykl pomiarowy. W drugim cyklu rejestrowano kolejno krzywe  $333^S, -333^S$  i  $333^S, -511^R$ .

W trakcie pomiaru są mierzone kolejno początkowe i końcowe punkty każdej rejestrowanej krzywej. Na podstawie tych kątów i zarejestrowanych krzywych wyznaczono kąty między odpowiednimi maksimami kolejno rejestrowanych krzywych, zaznaczone na rysunku 13 jako  $\varphi_{p1}, \varphi_{w1}, \varphi_{p2}, \varphi_{w2}$ .





Rys. 13. Schemat wyznaczania kąta między płaszczyznowego

Przy uwzględnieniu refrakcji można uzyskać następujące wzory, pozwalające na wyznaczenie kątów między płaszczyznowych w podłożu  $\varphi_p$  i warstwie  $\varphi_w$ :

$$\varphi_w = \frac{\varphi_{w1} + \varphi_{w2}}{2} - \frac{1}{4 \sin^2} R_e(\chi_o) \left[ \frac{\sin(\Theta - \varphi)}{\sin(\Theta + \varphi)} - \frac{\sin(\Theta + \varphi)}{\sin(\Theta - \varphi)} \right]$$

$$\varphi_p = \frac{\varphi_{p1} + \varphi_{p2}}{2} - \frac{1}{4 \sin^2} R_e(\chi_o) \left[ \frac{\sin(\Theta - \varphi)}{\sin(\Theta + \varphi)} - \frac{\sin(\Theta + \varphi)}{\sin(\Theta - \varphi)} \right] \quad 5.2.$$

O dokładności wyznaczenia kąta między płaszczyznowego za pomocą przedstawionej wyżej metody decyduje wielkość przesunięcia punktu padania wiązki na powierzchnię kryształu przy rejestracji kolejnych krzywych w każdym cyklu. Dla ograniczenia wspomnianego przesunięcia opracowano następujący sposób postępowania:

- za pomocą katetometru wprowadzono powierzchnię próbki w oś teodolitu z dokładnością  $0,05 \pm 0,1 \mu\text{m}$ ;
- dla refleksu z mniejszym kątem poślizgu, od którego zaczynano każdy cykl, ustawiono przez kontrolowany ruch translacyjny lampę rentgenowską, tak aby wymusić przechodzenie wiązki przez ustawioną za pomocą katetometru szczelinę. Zapewniało to dokładność padania wiązki na oś obrotu rzędu  $0,2 \pm 0,5 \text{ mm}$ .



Można wykazać (patrz pełny tekst rozprawy doktorskiej autora), że przy promieniach krzywizny większych niż 30 m, błąd związany z przesuwaniem się punktu padania wiązki nie powinien przekroczyć 1". Podobnej wielkości błąd wynika z zastosowanego przybliżenia efektów refrakcyjnych.

Pomiary kąta między płaszczyznowego między płaszczyznami (111) i (511), przeprowadzone na próbce z serii 1a dały następujące wyniki (odpowiednio dla warstwy i podłoża)

$$\begin{aligned}\varphi_w &= 38,9406^\circ \pm 0,0002^\circ \\ \varphi_p &= 38,9425^\circ \pm 0,0002^\circ\end{aligned}$$

Dla porównania wartość teoretyczna kąta  $\varphi$  dla sieci niezdeformowanej wynosi  $38,9424^\circ$ . Jak widać wyraźna zmiana kąta między płaszczyznowego występuje jedynie w warstwie, natomiast w podłożu jest niewykrywalna. Jednocześnie różnica kątów  $\varphi_w - \varphi_p$  odpowiada obliczonej ze wzoru 3.19. przy podstawieniu wartości  $\varepsilon_{xx}^i(f)$  oszacowanej z krzywej dla refleksu symetrycznego 333. Te dwa fakty istotnie potwierdzają słuszność dyskutowanego w rozdziale trzecim modelu odkształceń sieci w warstwach epitaksjalnych, który był zakładany przy obliczeniach kontrastu obrazu dyslokacji niedopasowania.

## 6. ODWZOROWYWANIE DYSLOKACJI NIEDOPASOWANIA METODAMI ODBICIOWYMI RENTGENOWSKIEJ TOPOGRAFII DYFRAKCYJNEJ

### 6.1. Występowanie dyslokacji niedopasowania w badanych warstwach epitaksjalnych

Wybrane do realizacji niniejszej pracy typy warstw epitaksjalnych były przedmiotem prowadzonych w Zakładzie Badań Strukturalnych ITME badań nad powstawaniem defektów wywołanych niedopasowaniem sieciowym [32-37].

W trakcie tych badań stwierdzono, że dla warstw o grubościach przekraczających grubość krytyczną, wynikającą z teorii Matthews'a (wzór 4.1.), obserwuje się często odwzorowania defektów w postaci linii o dość silnym kontraście w trzech kierunkach  $[110]$ , położonych w płaszczyźnie warstwy.

Interpretacja obserwowanych defektów jako dyslokacji, w świetle wyników uzyskanych tylko metodą transmisyjną Langa, nie była do końca oczywista. Szczególnie obserwowano całkowite lub częściowe odwracanie się kontrastu w refleksach asymetrycznych (transmisyjnych). Podobne zjawisko było opisywane bez interpretacji przez Zsoldosa [6]. Na podstawie analizy wygaszeń w metodzie Langa nie udawało się przypisać domniemanym dyslokacjom określonego wektora Burgersa. Dowody, że są to istotnie dyslokacje, potwierdziły wyniki uzyskane metodami odbiciowymi.

Obraz defektów nie był w pełni analogiczny na wszystkich próbkach. Niekiedy znaczne różnice występowały na próbkach pochodzących z jednego



procesu epitaksjalnego. W wielu przypadkach nie obserwowano dyslokacji niedopasowania, pomimo znacznego przekroczenia grubości krytycznej. Na próbkach tych udawało się wytworzyć dyslokacje niedopasowania drogą silnego zarysowania powierzchni warstwy i wygrzewania próbki (ok. 2 godzin w temperaturze  $1200^{\circ}\text{C}$ ) [36, 37].

Przykład obrazu dyslokacji niedopasowania typowy dla badanych warstw epitaksjalnych przedstawiono na rysunku 14. Na rys. 14a przedstawiono wykonany przez Wł. Hofmana topogram próbki z serii 3e (grubość warstwy  $t_w = 20 \mu\text{m}$ ) oraz próbki z serii 4a ( $t_w = 20 \mu\text{m}$ ) poddanej zarysowaniu i wygrzewaniu, wykonany przez K. Mazur. W obydwu przypadkach przed wykonaniem topogramów metodą transmisyjną strawiono warstwę przypadkowej epitaksji z tylnej strony próbek po zamaskowaniu właściwej warstwy epitaksjalnej.

Zamieszczone topogramy ilustrują m.in. związek części dyslokacji z pasmami poślizgu i uszkodzeniami powierzchni bocznej. W przypadku próbki przedstawionej na rysunku 14b widać wyraźnie, że większość dyslokacji niedopasowania jest związana z celowymi zarysowaniami.

Wypada wspomnieć, że w przekroju szeregu różnych próbek obserwowano dyslokacje niedopasowania o różnej długości - od kilkuset mikrometrów do centymetrów (biegnące w poprzek całej próbki).

## 6.2. Odwzorowywanie dyslokacji niedopasowania za pomocą metody

### Berga-Barretta

Wyniki badań dyslokacji niedopasowania za pomocą metody Berga-Barretta były przez autora częściowo publikowane w pracach [34, 37, 42, 43].

Należy stwierdzić, że kontrast odwzorowań dyslokacji niedopasowania w metodzie Berga-Barretta należy uznać za niespodziewanie dobry. Kontrast ten zależy od wielu parametrów warstwy epitaksjalnej oraz zastosowanego refleksu. Oprócz grubości warstwy istotne znaczenie ma wielkość współczynnika niedopasowania i stopień rozmycia złącza epitaksjalnego.

Przykłady odwzorowań przy znacznej grubości warstwy uzyskano na próbkach z serii: 1b ( $t_w = 40 \mu\text{m}$ ), 5 ( $t_w = 50 \mu\text{m}$ ) oraz 6 ( $t_w = 120 \mu\text{m}$ ), przy czym próbki 5 i 6 odznaczały się znacznie mniejszym współczynnikiem niedopasowania niż większość pozostałych warstw badanych w niniejszej pracy (było to podyktowane zbyt dużymi koncentracjami dyslokacji pojawiającymi się na tym ostatnim typie warstw przy dużych grubościach).

Stosunkowo dobrze widoczny obraz dyslokacji niedopasowania można było uzyskać za pomocą metody Berga-Barretta jeszcze w przypadku warstw o grubości  $50 \mu\text{m}$ . Jedynie na próbce 6 uzyskiwano odwzorowania samych zakończeń linii dyslokacyjnych na powierzchni próbki.

Stosunkowo najlepsze pod względem kontrastu wyniki uzyskiwano na próbkach z warstwami o grubościach  $15\div 30 \mu\text{m}$ . Należy jednak stwierdzić, że w



przeciwieństwie do materiałów podłożowych korzystniejsze było w tym przypadku stosowanie refleksów o średniej głębokości penetracji - 620 i 440. Wyniki uzyskiwane w refleksach o największej głębokości wnikania - 533, 531 i 333 - dawały odwzorowania o nieco gorszym kontraście. To ostatnie zjawisko jest zrozumiałe w związku z omawianym w poprzednim rozdziale występowaniem dwóch maksimów krzywych dyfrakcyjnych. Z występowaniem dwóch maksimów wiąże się znaczne podwyższenie  $I_{\lambda}$ . Jest ono większe dla refleksów o większej głębokości wnikania w związku z mniejszym osłabieniem maksimum podłoża. W skrajnych przypadkach (np. dla refleksów 333 przy grubości warstwy 10  $\mu\text{m}$ ) wzrost intensywności  $I_{\lambda}$  może sięgać 70%. W miarę wzrostu grubości warstwy zachowanie się kontrastu w różnych refleksach staje się zbliżone do obserwowanego na monokryształach litych.

Silniejsze odwzorowywanie ujęć dyslokacji niedopasowania na powierzchni warstwy można uzyskać już przy grubości warstwy rzędu 15  $\mu\text{m}$ , wymaga to jednak stosowania refleksów o małej głębokości penetracji, jak np. 511.

Rozmycie profilu złącza powoduje, z reguły istotne osłabienie kontrastu dyslokacji i ich zakończeń. Jest to zrozumiałe, ponieważ obszar strefy przejściowej ma właściwości dyfrakcyjne zbliżone do kryształu idealnie mozaikowego. W tej sytuacji dyslokacje będą dostarczać znacznie mniej dodatkowej intensywności i ich kontrast będzie mniejszy. Przykładami mogą tu być wyniki otrzymane na kryształach z serii 4a-4d. Na próbkach tych duże rozmycie profilu złącza było spowodowane dodatkowym procesem wygrzewania. Przykłady odwzorowań dyslokacji niedopasowania na tego rodzaju próbkach przedstawiono na rysunku 17.

Podobnie jak w przypadku metody Langa, również na odwzorowaniach dyslokacji niedopasowania uzyskanych przez Berga-Barretta obserwowano niekiedy dodatek białego kontrastu - patrz rys. 16c. Wydaje się, że występowanie białego kontrastu jest charakterystyczne dla warstw o niezbyt dużym współczynniku niedopasowania, gdy odległość maksimów warstwy i podłoża na krzywej odbicia jest niewielka. Powstawanie białego kontrastu może być wynikiem nakrywania się zakresów odbicia odkształconych obszarów wokół linii dyslokacyjnej z zakresem odbicia podłoża.

Na topogramach próbek z serii 2 i 6, gdzie gęstość dyslokacji jest stosunkowo duża, można zaobserwować powstawanie rozmytych kontrastów, związanych z silną deformacją sieci warstwy. Jest to szczególnie wyraźnie widoczne dla próbki z serii 6, w przypadku której same dyslokacje niedopasowania są niewidoczne. Podobne efekty odkształceń sieci związanych z dużą koncentracją dyslokacji niedopasowania w warstwach arsenofosforu galu zostały podane przez Bartelsa i inn. [86].

Wszystkie przedstawione wyniki należy uznać za zgodne z założeniem, że obserwowane dyslokacje są dyslokacjami pełnymi, położonymi w pobliżu granicy



warstwy i podłoża. Są one również zgodne z omawianymi w rozdziale 1 oszacowaniami głębokości penetracji, w tym również z eksperymentalnymi oszacowaniami głębokości penetracji.

Ważnym dowodem na to, że obserwowane dyslokacje niedopasowania są dyslokacjami pełnymi, są topogramy przedstawione na rysunkach 16d i 16e, na których są widoczne same zakończenia tych dyslokacji przy braku widoczności odcinka dyslokacji przy granicy warstwy i podłoża.

Zastosowanie metody Berga-Barretta pozwoliło na wyciągnięcie wielu istotnych wniosków dotyczących materiału. Szczególnie przez wykonywanie topogramów obydwu stron próbki ustalono, że w większości przypadków obydwa ujścia dyslokacji niedopasowania znajdują się na powierzchni warstwy epitaksjalnej (wyjątek stanowią głównie dyslokacje od pasm poślizgu). Wynik ten sugeruje że dyslokacje powstają zgodnie z drugą wersją zaproponowanego przez Matthews mechanizmu. Jak można prześledzić na zdjęciu 15a, niektóre z dyslokacji kończą się na bardziej złożonych defektach krystalograficznych. Część zakończeń linii dyslokacyjnych - to wtrącenia, które są obserwowane w stosunkowo dużej gęstości na całej powierzchni próbki. Pierwotnym źródłem takich defektów mogą być przypadkowe zanieczyszczenia reaktora używanego do procesu epitaksji.

Na podstawie lokalizacji ujść poszczególnych linii dyslokacyjnych stwierdzono również fakt zakręcania niektórych linii dyslokacyjnych o  $120^{\circ}$ .

### 6.3. Odwzorowywanie dyslokacji niedopasowania i innych defektów strukturalnych warstw epitaksjalnych za pomocą metody spektrometru dwukrystalicznego

Jak zostało już powiedziane, metoda topografii odbiciowej w układach równoległych spektrometru dwukrystalicznego w przeciwieństwie do metody Berga-Barretta odznacza się bardzo dużą czułością na odkształcenia sieci krystalicznej.

Duża czułość metody drastycznie ogranicza możliwość jej stosowania na próbkach wygiętych, jakimi są prawie z reguły warstwy epitaksjalne. Na próbkach wygiętych odwzorowywane pole ogranicza się do wąskiego paska. Poszczególne części tego paska odpowiadają różnym miejscom krzywej odbicia i są w związku z tym nierównocenne pod względem właściwości kontrastu - patrz rys. 18.

W tym przypadku pod kątem badań spektrometrycznych przygotowano próbki na specjalnie grubych podłożach (ok. 1,5 mm). Większość badań przeprowadzono na próbkach z serii 1a, dla których promień krzywizny był rzędu ponad 1000 m.

Przy występującej w badanych warstwach wielkości współczynnika niedopasowania pojawiają się ciekawe możliwości metody spektrometru dwukrystalicznego.



licznego, związane z występowaniem dwu maksimów krzywej dyfrakcyjnej. Przez ustawienie ekspozycji odpowiednio w punktach warstwy lub podłoża można uzyskać efekt znacznie silniejszego odwzorowania defektów warstwy lub podłoża. Takie możliwości metody spektrometrycznej były pokazywane m.in. w pracach Zeyfanga [21] oraz Glassa [87].

Przykłady topogramów próbek z serii 1a dla punktów różnych maksimów krzywej dyfrakcyjnej przedstawiono na rysunkach 19 i 20. Topogramy te wykonano w układach  $511^V$ ,  $-333^S$  i  $531^V$ ,  $-531^V$ , przy zastosowaniu ruchu translacyjnego lampy.

Bardzo istotną różnicą między topogramami wykonywanymi w punktach maksimum podłoża i topogramami wykonywanymi w punktach maksimum warstwy jest, że tylko w pierwszym przypadku są widoczne pierścienie segregacyjne. Podobne efekty były stwierdzane przez Glassa [87]. Obserwowane pierścienie segregacyjne są związane z nierównomiernym rozkładem domieszki boru w podłożu. Istotną sprawą może być w tym przypadku to, że występowanie pierścieni segregacyjnych, a szczególnie fakt znikania pierścieni na topogramach uzyskiwanych w punktach maksimum warstwy, dowodzą występowania odkształceń typu ścinania. Na podstawie kontrastu obserwowanych pierścieni można oceniać wielkość tych odkształceń na dwie, trzy sekundy. Są to jednak wielkości blisko o dwa rzędy mniejsze od odkształceń typu rozciągania, związanych z niedopasowaniem sieciowym.

Typowe odwzorowania linii dyslokacyjnych dla metody spektrometru dwukrystalicznego odznaczają się znaczną szerokością i charakterystycznym biało-czarnym kontrastem, silnie zależnym od punktu krzywej dyfrakcyjnej, w jakim wykonuje się ekspozycję.

W przeciwieństwie do dyslokacji odwzorowania wtrąceń obecnych w warstwie są znacznie mniej dominujące na topogramach niż w przypadku odwzorowań uzyskiwanych za pomocą metody Berga-Barretta.

Na zakończenie przeglądu wyników uzyskanych metodą spektrometru dwukrystalicznego, na rysunku 21 przedstawiono dwa topogramy próbki z serii 2, uzyskane za pomocą metody Berga-Barretta wyjaśnionej na rysunku 13. Przy występującej na wspomnianej próbce gęstości dyslokacji topogramy są już stosunkowo mało czytelne. Szczególnie dotyczy to topogramu eksponowanego w maksimum odbicia warstwy. Widać tam wyraźnie silne odkształcenia, powodujące lokalnie wychodzenie części obszaru warstwy z zakresu maksimum dyfrakcyjnego. Obraz topograficzny składa się w wyniku tego z krzyżujących się rozmytych pasm. Taki stan odkształceń tłumaczy znaczne poszerzenie maksimum odbicia warstwy na krzywej dyfrakcyjnej tej próbki, przedstawionej na rysunku 7a.

Obraz uzyskiwany w maksimum podłoża wykazuje znacznie mniejszą deformację sieci. Widoczna jest tu gęsta sieć linii podobnych do obrazów dysloka-



cji niedopasowania na omawianych wcześniej próbkach. Koreponduje to jednocześnie z faktem, że poszerzenie maksimum dyfrakcyjnego podłoża krzywej na rysunku 7a jest znacznie mniejsze niż poszerzenie maksimum dyfrakcyjnego warstwy.

#### 6.4. Identyfikacja typu dyslokacji niedopasowania

W niniejszym podrozdziale zostaną przedstawione pewne proste wyniki stanowiące podstawę do wstępnej identyfikacji typu dyslokacji. Ta wstępna identyfikacja stanowiła punkt wyjścia do obliczeń numerycznych kontrastu.

Identyfikacja krystalograficznego typu dyslokacji niedopasowania opierała się w dużym stopniu na wynikach uzyskanych metodą Berga-Barretta. Dla podstawowego typu badanych warstw w metodzie Langa występowało silne odwracanie się kontrastu na dyslokacjach niedopasowania. W związku z tym wykorzystanie tej metody do identyfikacji typu dyslokacji było niemożliwe. Zjawisko to miało miejsce w przypadku metody Berga-Barretta.

Jednym z faktów eksperymentalnych bardzo istotnych dla identyfikacji typu dyslokacji niedopasowania jest silny kontrast w symetrycznych refleksach 333 (dotyczy to również metody spektrometru dwukrystalicznego). Na tej podstawie można wykluczyć to, że dyslokacje niedopasowania mogą mieć wektor Burgersa położony w płaszczyźnie warstwy. Można powiedzieć, że w przypadku monokryształów litych stwierdzono praktyczną niewidoczność dyslokacji z wektorami Burgersa w płaszczyźnie próbki w refleksach 333 [41].

Przy założeniu, że dyslokacje niedopasowania są dyslokacjami pełnymi, wyboru właściwego kierunku wektora Burgersa spośród możliwych trzech  $\frac{1}{2} [110]$ ,  $\frac{1}{2} [101]$ , i  $\frac{1}{2} [011]$  można dokonać porównując wielkość kontrastu w różnych refleksach asymetrycznych. Ważne jest tu jednak, żeby porównywać kontrast w refleksach tego samego typu z możliwie bliskimi kątami wejścia. Wskazane jest ponadto wykorzystywanie refleksów o możliwie dużej asymetrii tak, by zmiany wielkości  $[\vec{g}, \vec{b}]$  były dość duże. W aktualnym przypadku do analizy wektorów Burgersa wykorzystywano refleksy typu 440 i 620 z kątem wejścia około  $20^\circ$ .

Przykład zmian kontrastu w metodzie Berga-Barretta dla próbki z serii 3a, o grubości  $20 \mu\text{m}$ , w trzech refleksach 440 i symetrycznym refleksie 333 pokazano na rysunku 22.

Zachowanie się kontrastu w funkcji różnych refleksów typu 440 charakteryzuje się występowaniem w jednym refleksie znacznie silniejszego kontrastu danej dyslokacji niż w dwu pozostałych. Ponadto w każdym z trzech kierunków  $\langle 110 \rangle$  występują zwykle dwie grupy dyslokacji, których maksimum kontrastu wypada w innym refleksie.

Jak można prześledzić na rysunku 20 dla zaznaczonych rzutów wektorów Burgersa i wektorów dyfrakcji dwu wybranych dyslokacji, obserwowane zachowa-



nie kontrastu odpowiada zmianom  $|\vec{g}\cdot\vec{b}|$  dla dyslokacji  $60^\circ$  z wektorem Burgersa nachylonym do powierzchni warstwy pod kątem  $54,7^\circ$ . Dla każdego kierunku typu  $\langle 110 \rangle$  mogą istnieć takie dyslokacje z dwoma różnymi położeniami wektora Burgersa.

Spektakularny dowód występowania składowej śrubowej obserwowanych dyslokacji niedopasowania uzyskano również przy zastosowaniu metody spektrometru dwukrystalicznego. Ilustruje to rysunek 23, przedstawiający kolejno fragment topogramów uzyskanych w refleksach 531, 135 (uzyskane w układzie  $531^V$ ,  $-531^V$ ) oraz w symetrycznym refleksie 333 (układ  $511^V$ ,  $-333^S$ ). Pierwsze dwa refleksy stanowią stereoparę, uzyskaną przez obrót próbki o  $180^\circ$ .

Wśród dyslokacji równoległych do płaszczyzny dyfrakcji (poziomych) można wyodrębnić dwie główne grupy, różniące się w refleksach 531 i 135 kontrastem, tzn. wyraźnie słabsze i silniejsze. Intensywność kontrastu tych dwu grup ulega wzajemnej zamianie w drugim refleksie stereopary - te, które miały kontrast silniejszy mają teraz słabszy i odwrotnie. Kontrast obydwu grup dyslokacji jest natomiast jednakowy w refleksie 333, dla którego w formowaniu się kontrastu nie bierze udziału składowa śrubowa.

Na badanych próbkach spotykano również pewien mały procent defektów, tworzących liniowe kontrasty w kierunkach  $\langle 110 \rangle$ , lecz odznaczających się innym zachowaniem kontrastu. Defekty te możemy podzielić na dwie grupy.

Pierwszą grupę stanowią defekty o bardzo silnych kontrastach nie ulegających istotnym zmianom w różnych refleksach. Mogą to być skupiska blisko położonych dyslokacji i błędów wzrostu lub nawet mikropęknięcia. Przykłady takich defektów można zaobserwować np. na rysunku 18.

Drugą grupę stanowią widoczne np. na rysunku 21 defekty o zbliżonej szerokości odwzorowań jak dyslokacje  $60^\circ$  lecz o regularnych zmianach kontrastu odpowiadających dyslokacji krawędziowej z wektorem Burgersa o kierunku  $[112]$ . Tego typu kontrasty mogą być związane z następującymi defektami:

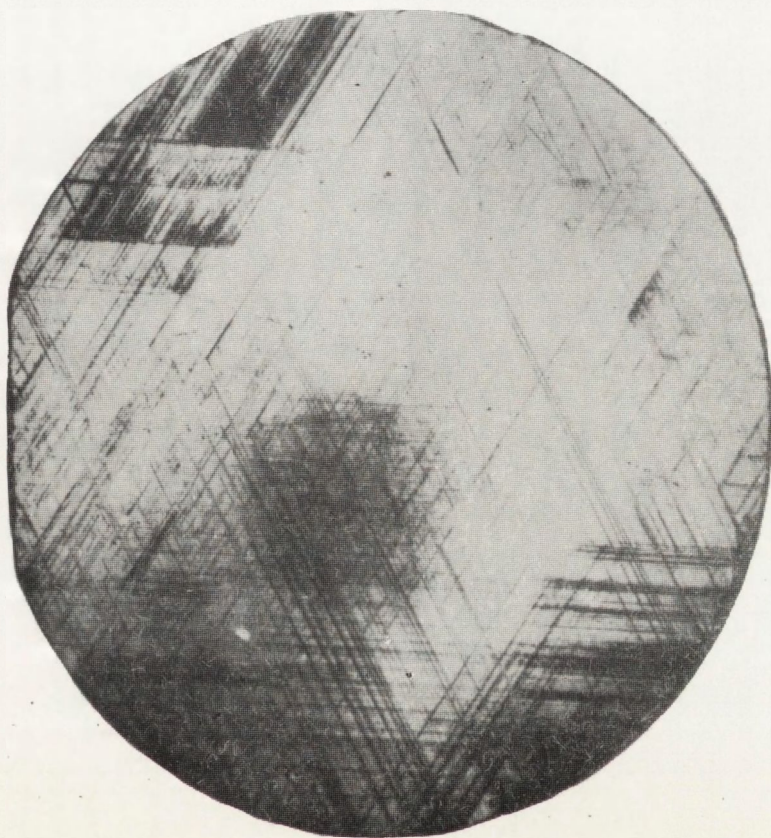
- dyslokacjami częściowymi Shockleya z wektorem Burgersa  $\frac{1}{6} [112]$ ,
- dwiema blisko położonymi dyslokacjami  $60^\circ$ -stopniowymi, działającymi jako dyslokacja krawędziowa o wektorze Burgersa  $\frac{1}{2} [112]$ .

## 7. PORÓWNANIE EKSPERYMENTALNYCH I TEORETYCZNYCH KONTRASTÓW ODWZOROWAŃ DYSLOKACJI NIEDOPASOWANIA

Porównanie eksperymentalnego i teoretycznego kontrastu odwzorowań dyslokacji niedopasowania w metodzie spektrometru dwukrystalicznego przeprowadzono dla symetrycznego refleksu 333 i położenia dyslokacji prostopadłego do płaszczyzny dyfrakcji.

Serię topogramów eksperymentalnych dla przeprowadzenia tych porównań wykonano na próbce 1a. Topogramy eksponowano przy wyłączonym ruchu translacyjnym lampy. Uzyskiwano odwzorowania pól o szerokości około 8 mm

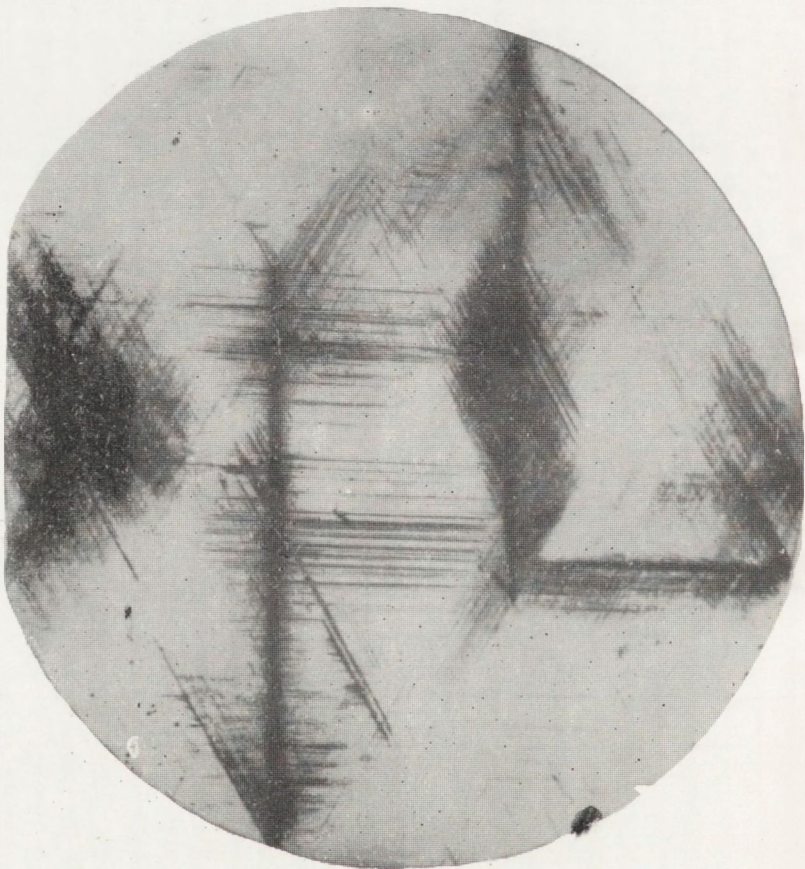




Rys. 14. Przykłady defektów warstw epitaksjalnych ujawnionych metodą topografii transmisyjnej Langa

a) próbka z serii 3e ( $t_w = 20 \mu\text{m}$ ), refleks  $\bar{1}\bar{1}1$   
(za zgodą W. Hofmana)

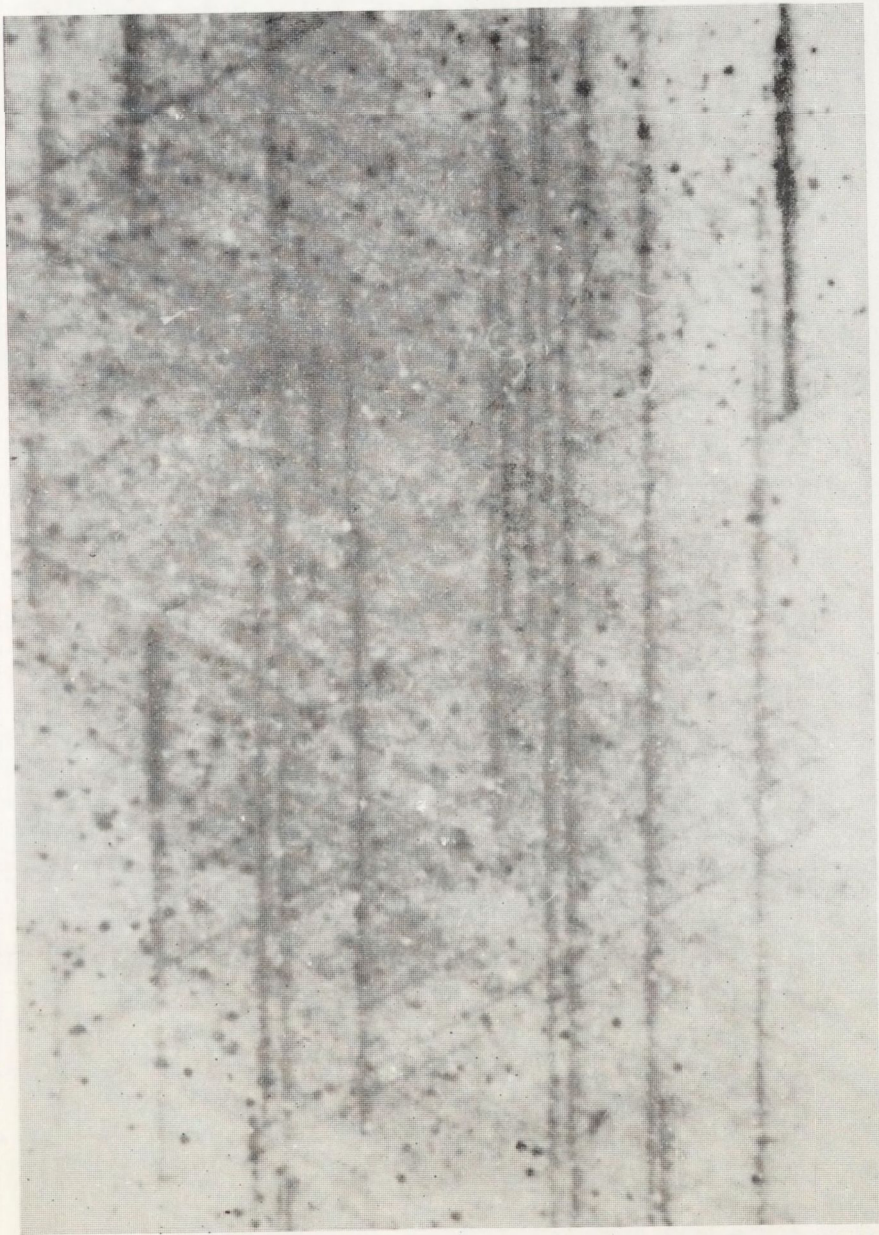




Rys. 14. Przykłady defektów warstw epitaksjalnych ujawnionych metodą topografii transmisyjnej Langa

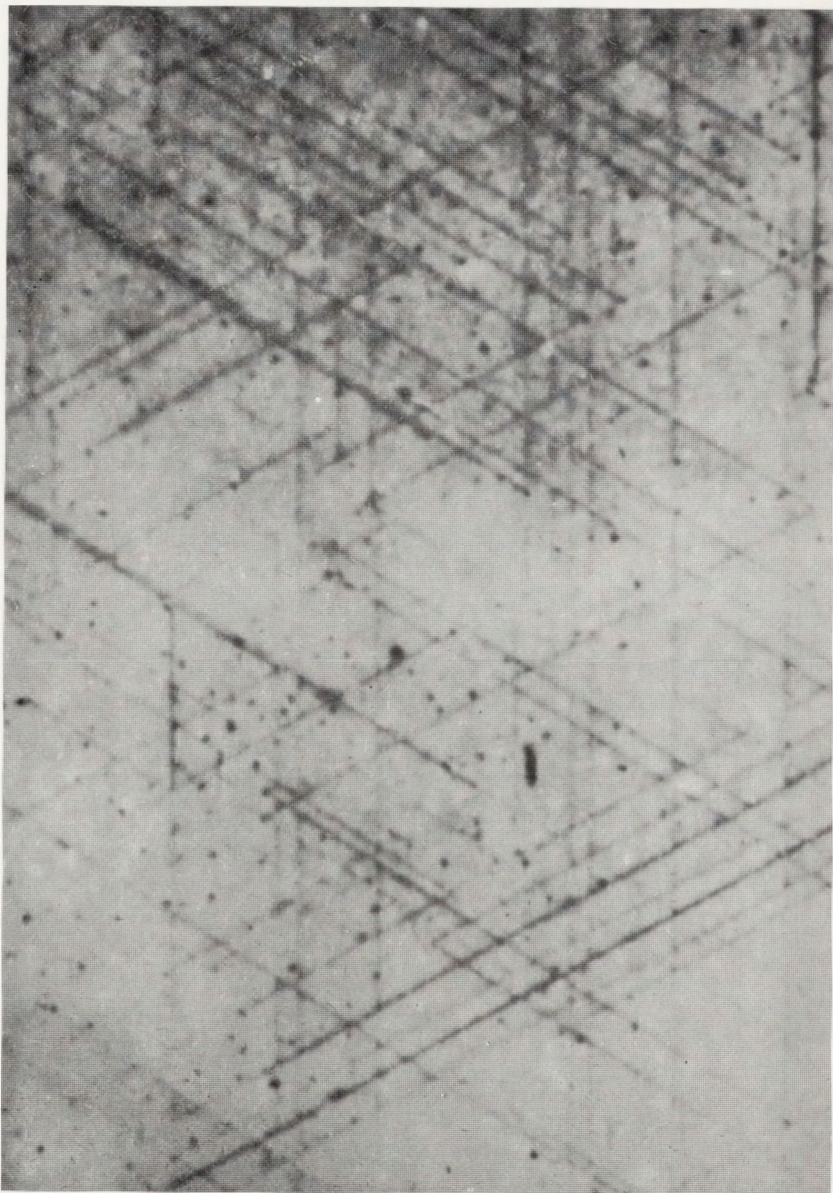
b) próbka z serii 4a po zarysowaniu i wygrzewaniu ( $t_w = 15 \mu\text{m}$ ), refleks 220 (za zgodą K. Mazur)





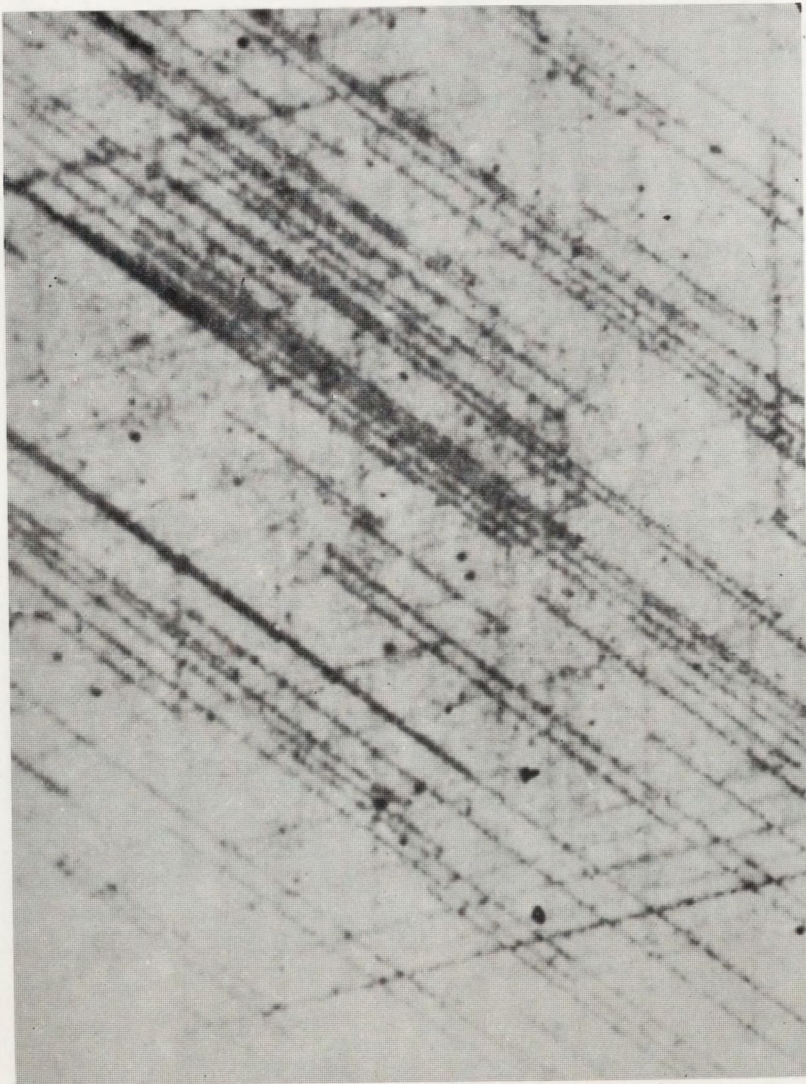
Rys. 15. Przykłady odwzorowań dyslokacji niedopasowania uzyskane za pomocą metody Berga-Barretta na próbce z serii 3e ( $t_w = 20 \mu\text{m}$ ), powiększenie ok. 40x  
a) refleks 511





Rys. 15. Przykłady odwzorowań dyslokacji niedopasowania uzyskane za pomocą metody Berga-Barretta na próbce z serii 3e ( $t_w = 20 \mu\text{m}$ ), powiększenie ok. 40x  
b) refleks 440





Rys. 15. Przykłady odwzorowań dyslokacji niedopasowania uzyskane za pomocą metody Berga-Barretta na próbce z serii 3e ( $t_w = 20 \mu\text{m}$ ), powiększenie ok. 40x  
c) refleks 333





Rys. 16. Przykłady odwzorowań dyslokacji niedopasowania lub ich zakończeń uzyskane za pomocą metody Berga-Barretta w przypadku warstw epitaksjalnych o znacznej grubości  
a) próbka z serii 2 ( $t_w = 40 \mu\text{m}$ ), refleksy 333 i 511





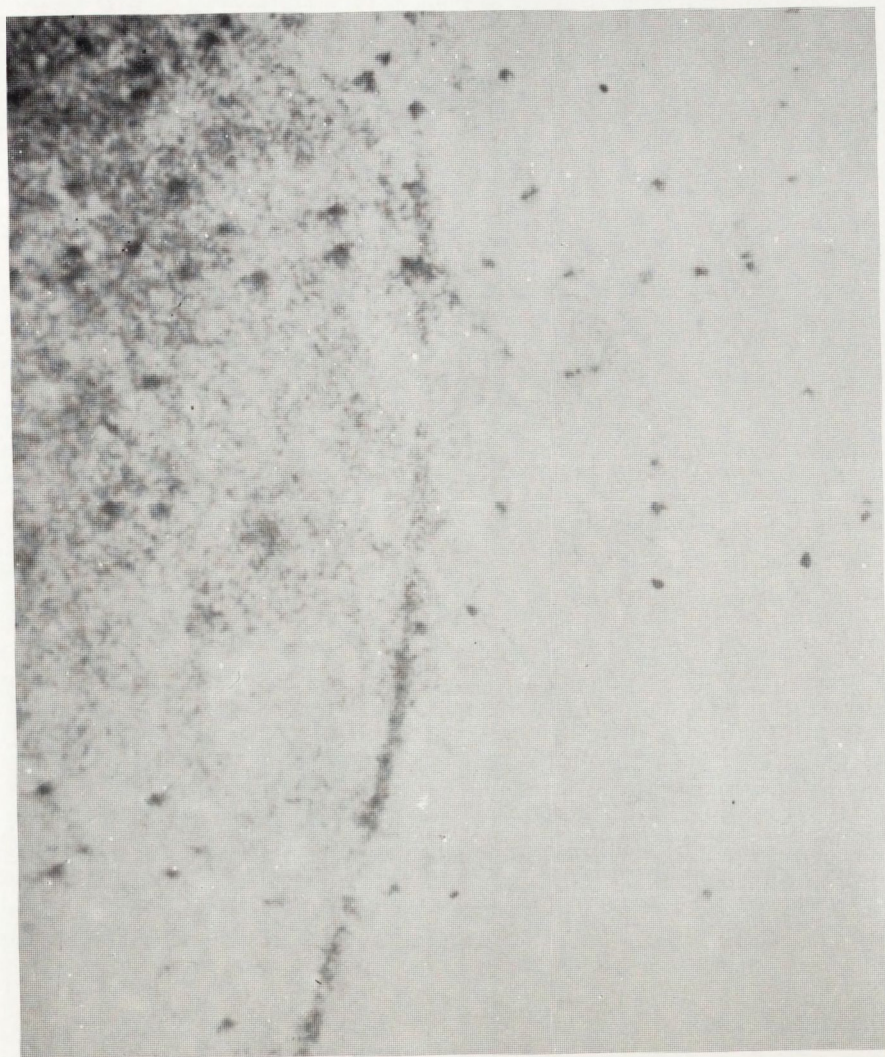
Rys. 16. Przykłady odwzorowań dyslokacji niedopasowania lub ich zakończeń uzyskane za pomocą metody Berga-Barretta w przypadku warstw epitaksjalnych o znacznej grubości  
b) próbka z serii 2 ( $t_w = 40 \mu\text{m}$ ), refleksy 333 i 511





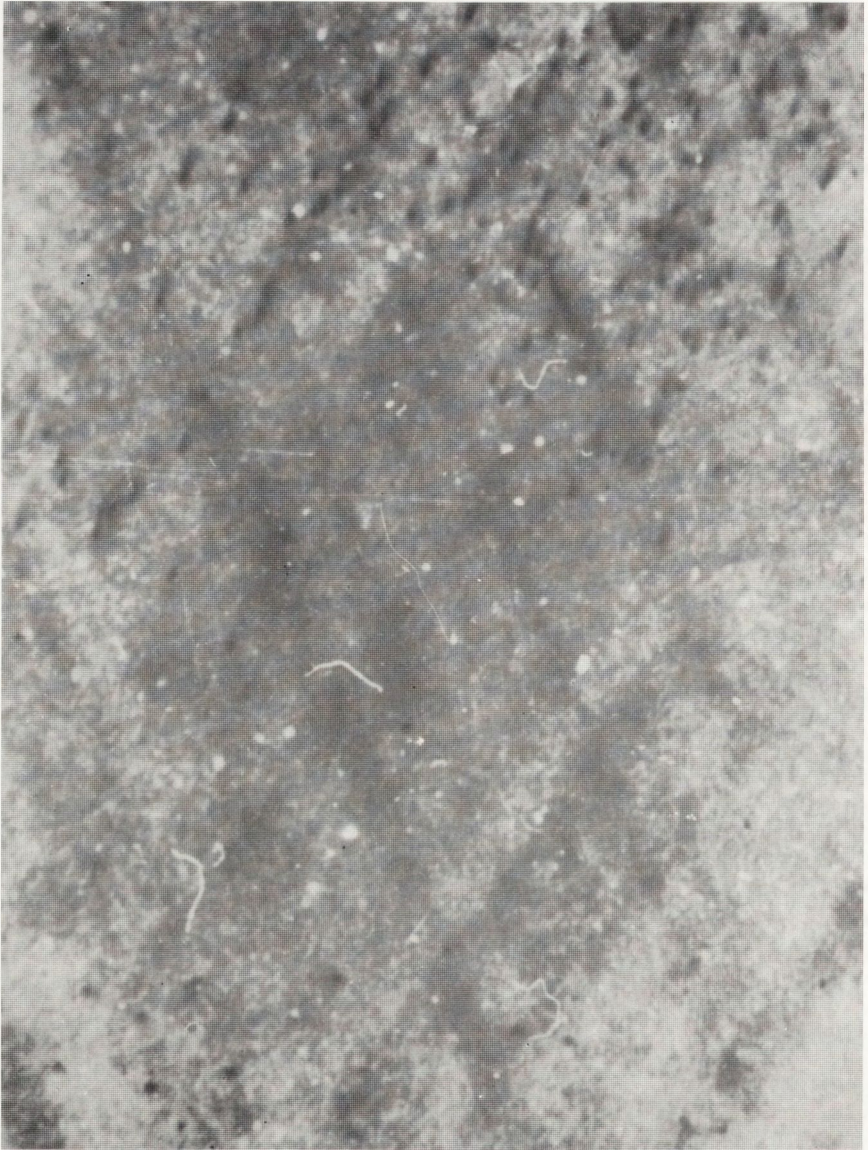
Rys. 16. Przykłady odwzorowań dyslokacji niedopasowania lub ich zakończeń uzyskane za pomocą metody Berga-Barretta w przypadku warstw epitaksjalnych o znacznej grubości  
c) próbka z serii 5 ( $t_w = 50 \mu\text{m}$ ), refleksy 531 i 511





Rys. 16. Przykłady odwzorowań dyslokacji niedopasowania lub ich zakończeń uzyskane za pomocą metody Berga-Barretta w przypadku warstw epitaksjalnych o znacznej grubości  
d) próbka z serii 5 ( $t_w = 50 \mu\text{m}$ ), refleksy 531 i 511





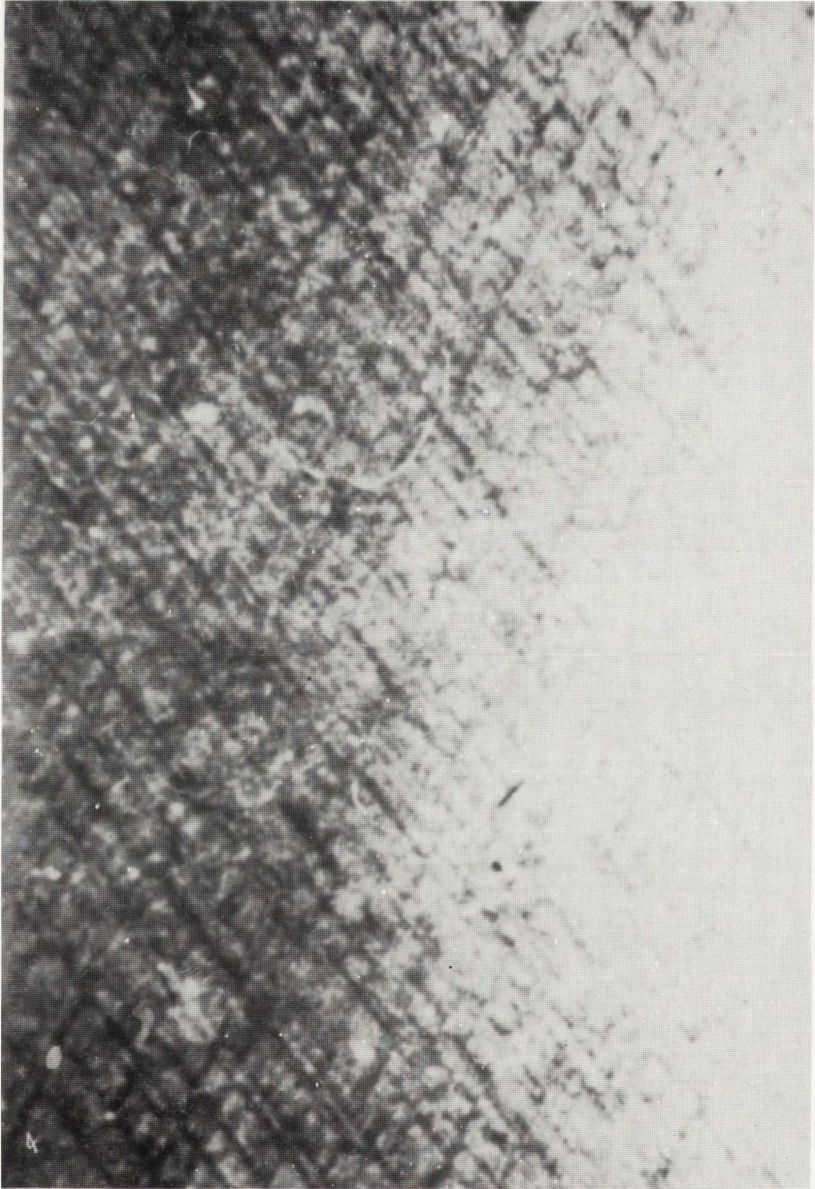
Rys. 16. Przykłady odwzorowań dyslokacji niedopasowania lub ich zakończeń uzyskane za pomocą metody Berga-Barretta w przypadku warstw epitaksjalnych o znacznej grubości  
e) próbka z serii 6 ( $t_w = 120 \mu\text{m}$ ), refleks 531





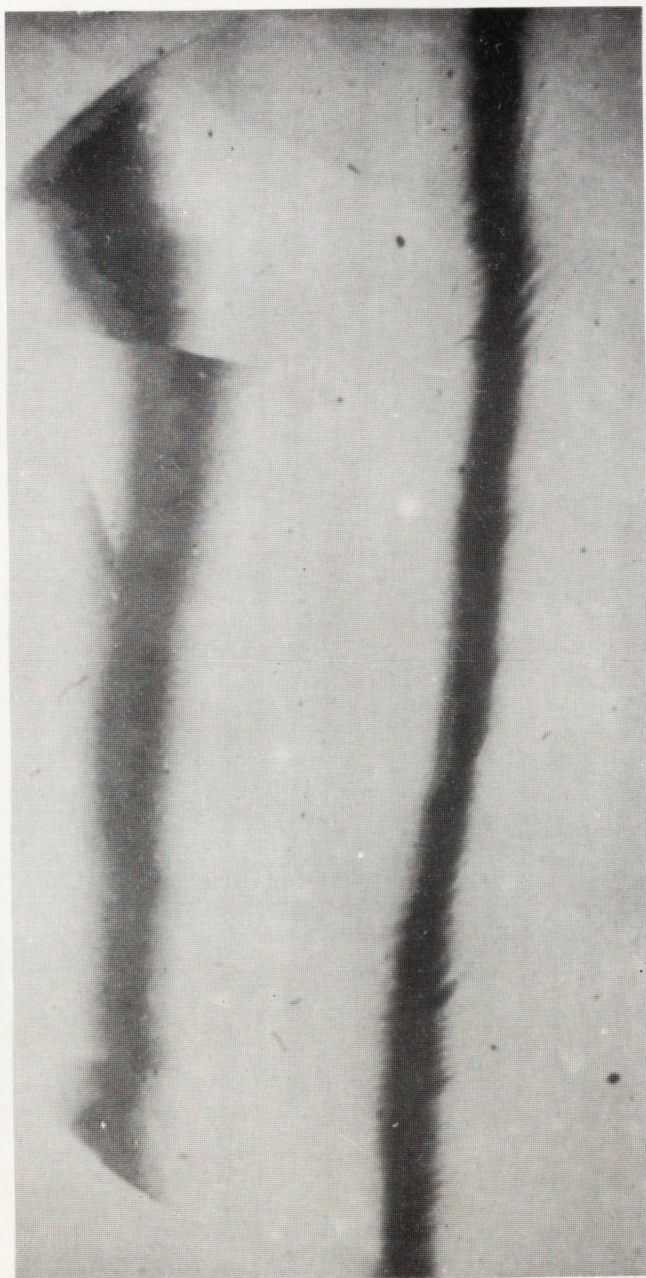
Rys. 17. Przykłady odwzorowań dyslokacji niedopasowania uzyskanych za pomocą metody Berga-Barręta w przypadku warstw epitaksjalnych o znacznym rozmyciu złącza (próbki po wygrzewaniu)  
a) próbka z serii 4b ( $t_w = 15 \mu\text{m}$ ), refleks 620





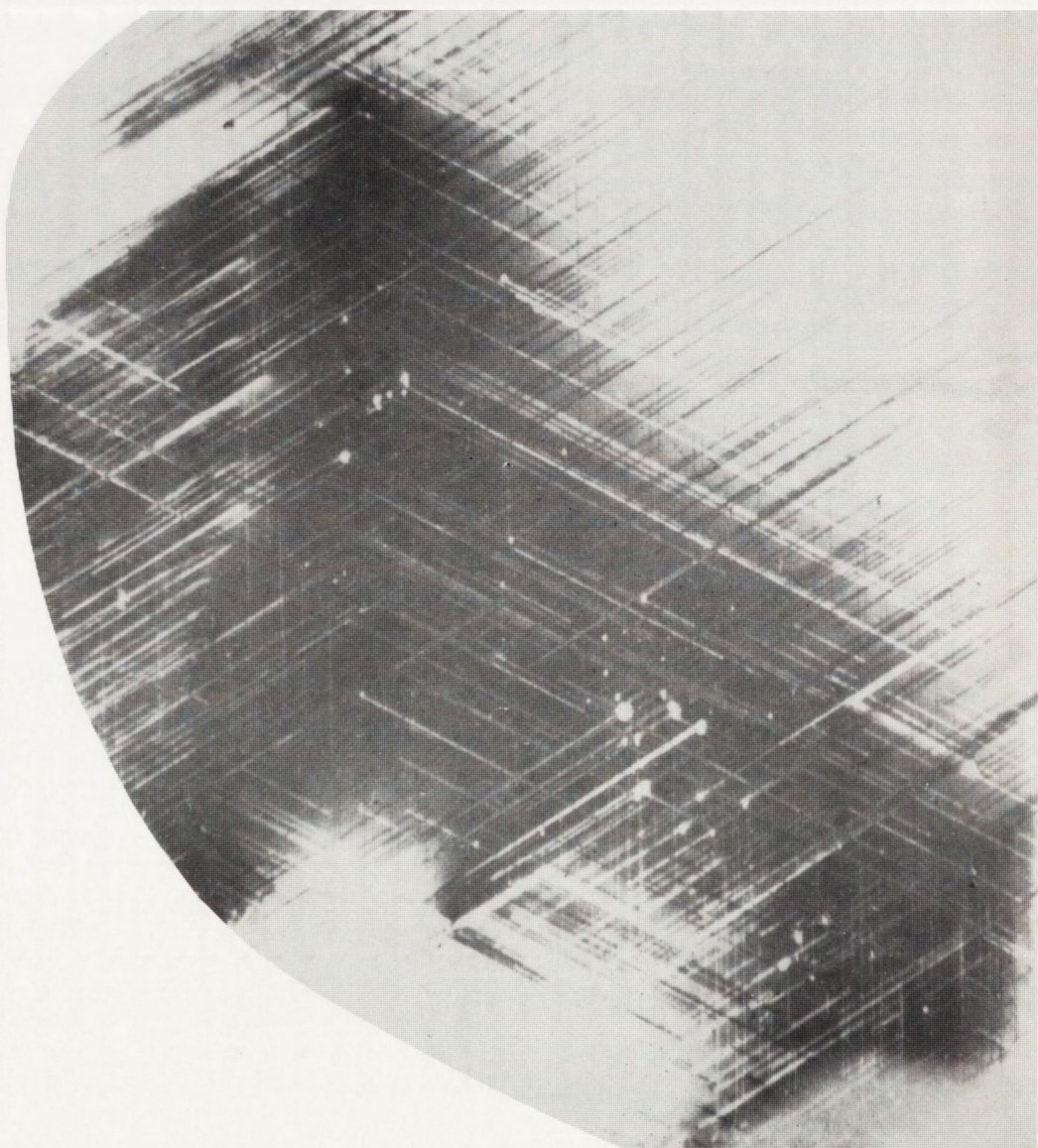
Rys. 17. Przykłady odwzorowań dyslokacji niedopasowania uzyskanych za pomocą metody Berga-Barretta w przypadku warstw epitaksjalnych o znacznym rozmyciu złącza (próbki po wygrzewaniu)  
b) próbka z serii 4c ( $t_w = 25 \mu\text{m}$ ), refleks 620





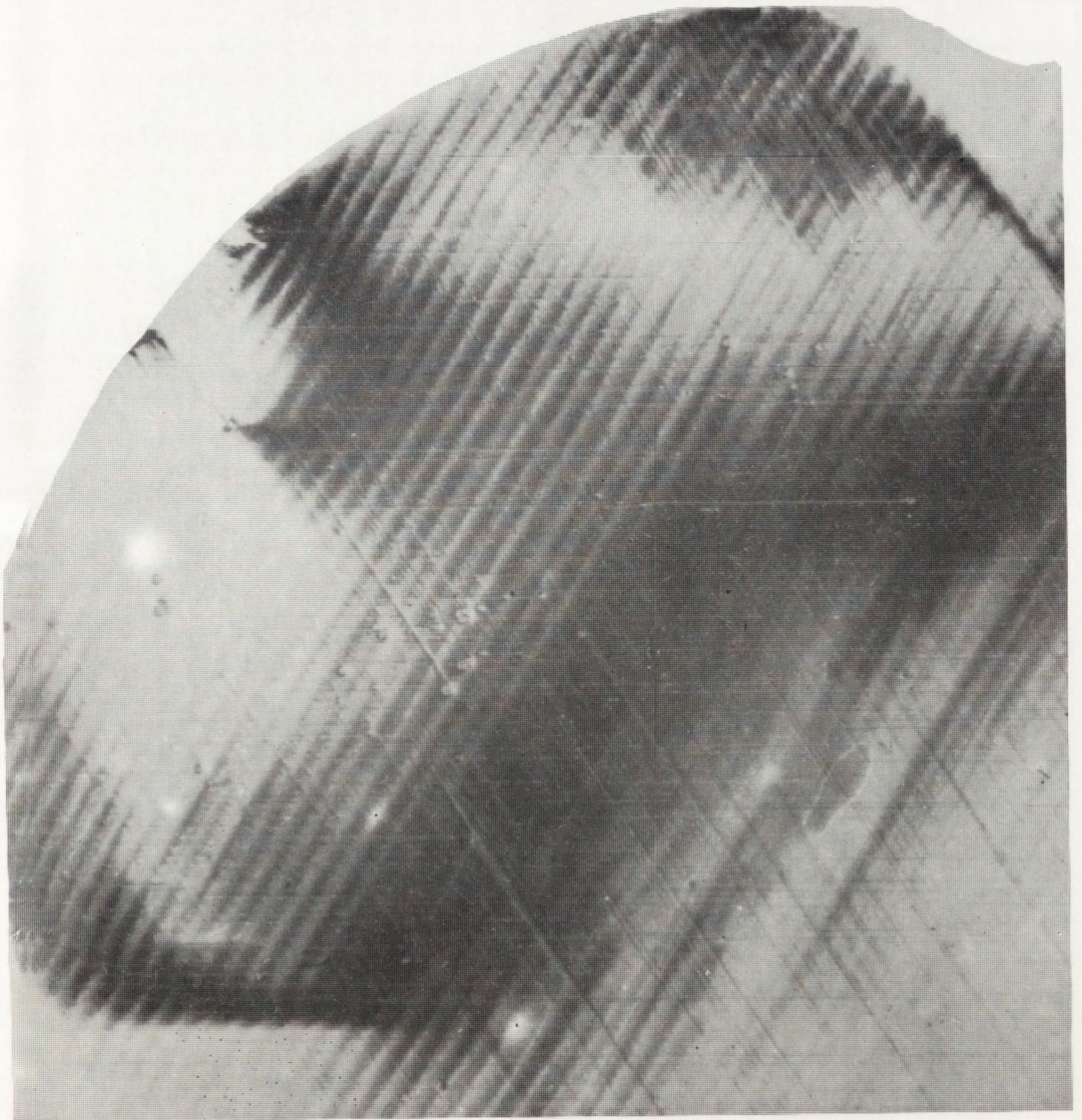
Rys. 18. Przykład topogramu uzyskanego metodą spektrometru dwukrystalicznego na próbce wygiętej z serii 3c ( $t_w = 5 \mu\text{m}$ ) w układzie  $511^V$ ,  $-333^S$  - słabo zaznaczone prążki w środkowej części odpowiadającej maksimum pobocznym





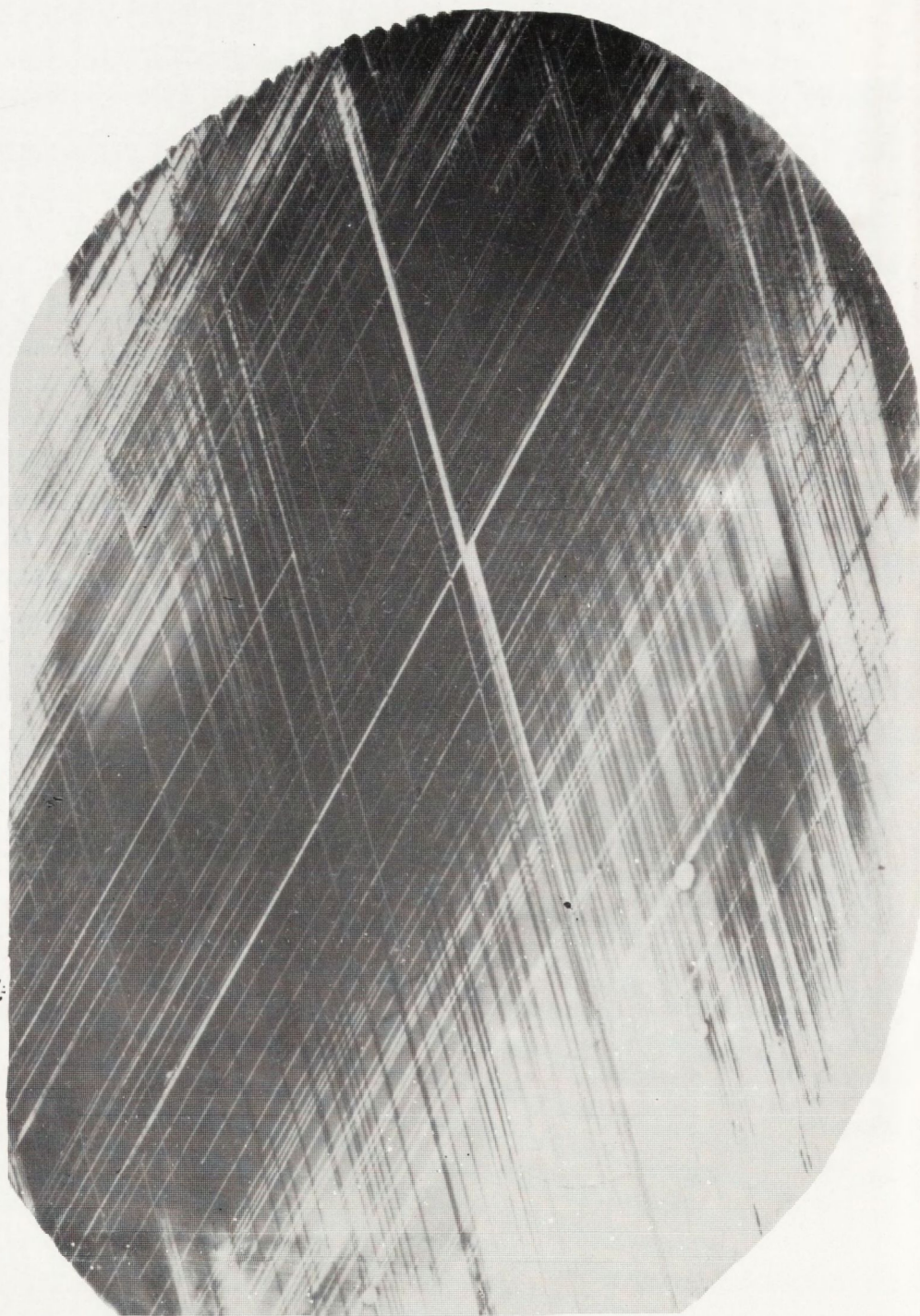
Rys. 19. Przykłady topogramów uzyskanych metodą spektrometru dwukrystalicznego próbek z serii 1a ( $t_w = 12 \mu\text{m}$ )  
a) refleks od warstwy





Rys. 19. Przykłady topogramów uzyskanych metodą spektrometru dwukrystalicznego próbek z serii 1a ( $t_w = 12 \mu\text{m}$ )  
b) refleks od podłoża

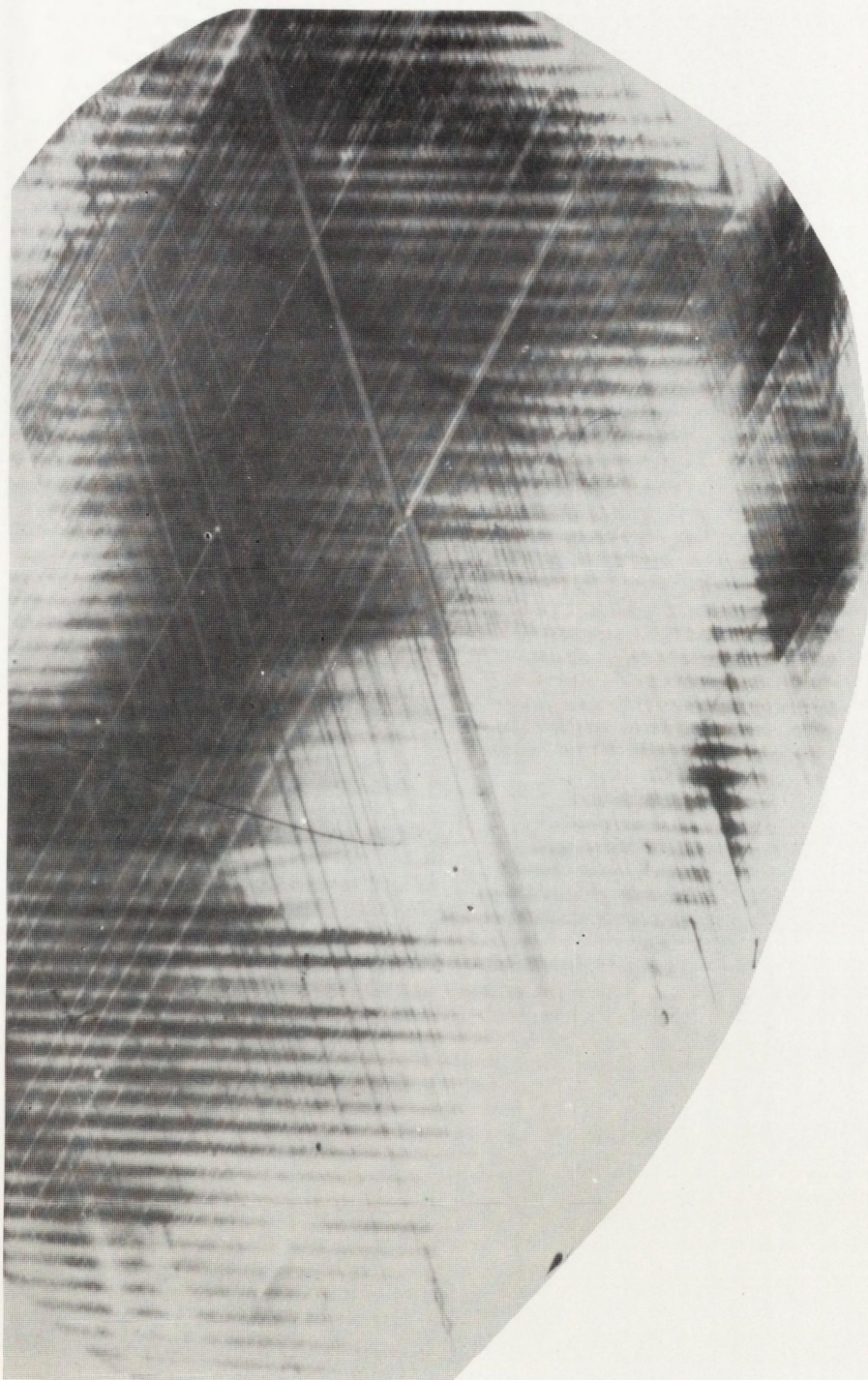




Rys. 19. Przykłady topogramów uzyskanych metodą spektrometru dwukrystalicznego próbek z serii 1a ( $t_w = 12 \mu\text{m}$ )  
c) refleks od warstwy

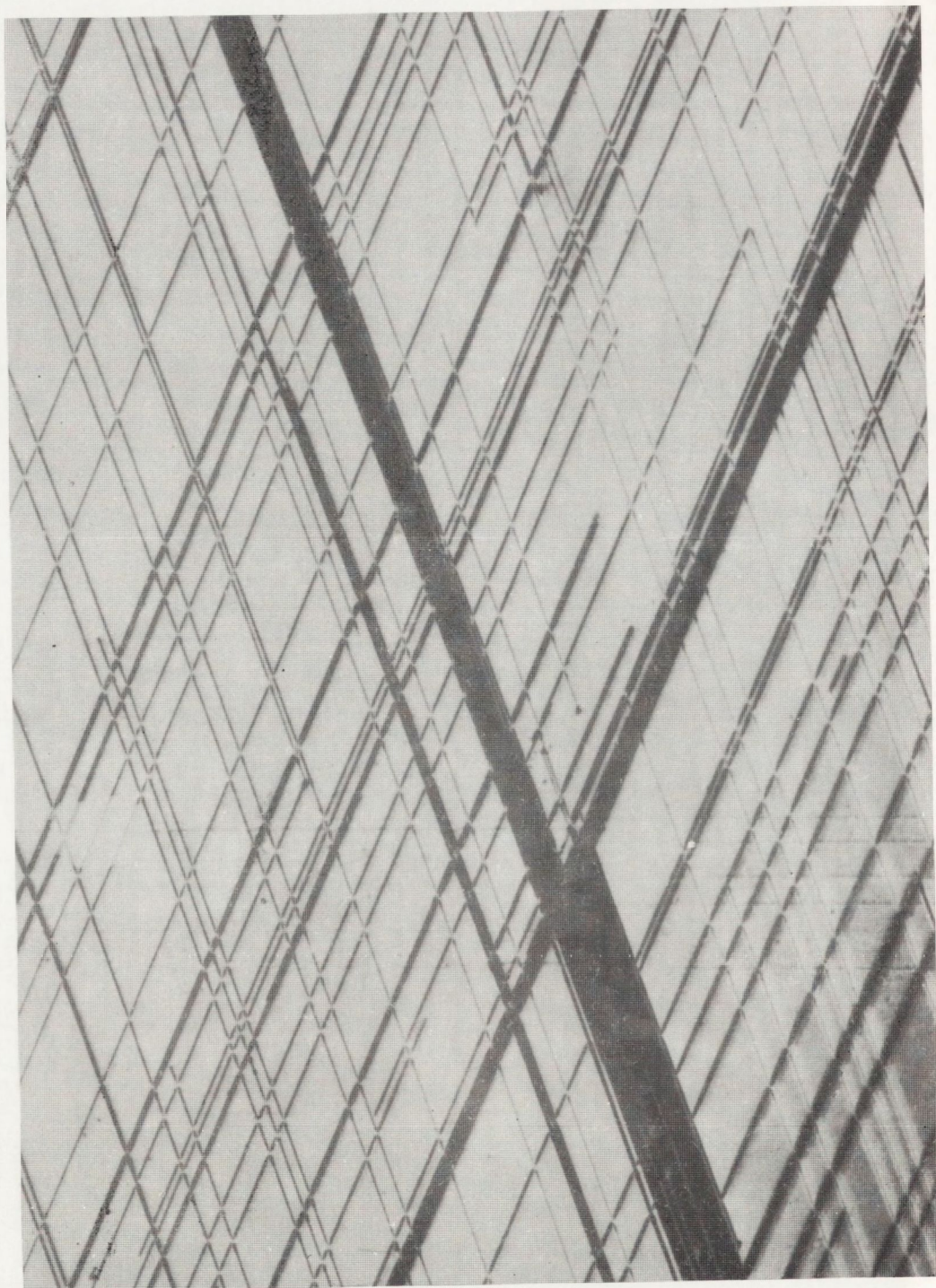
<http://icm.org.pl>





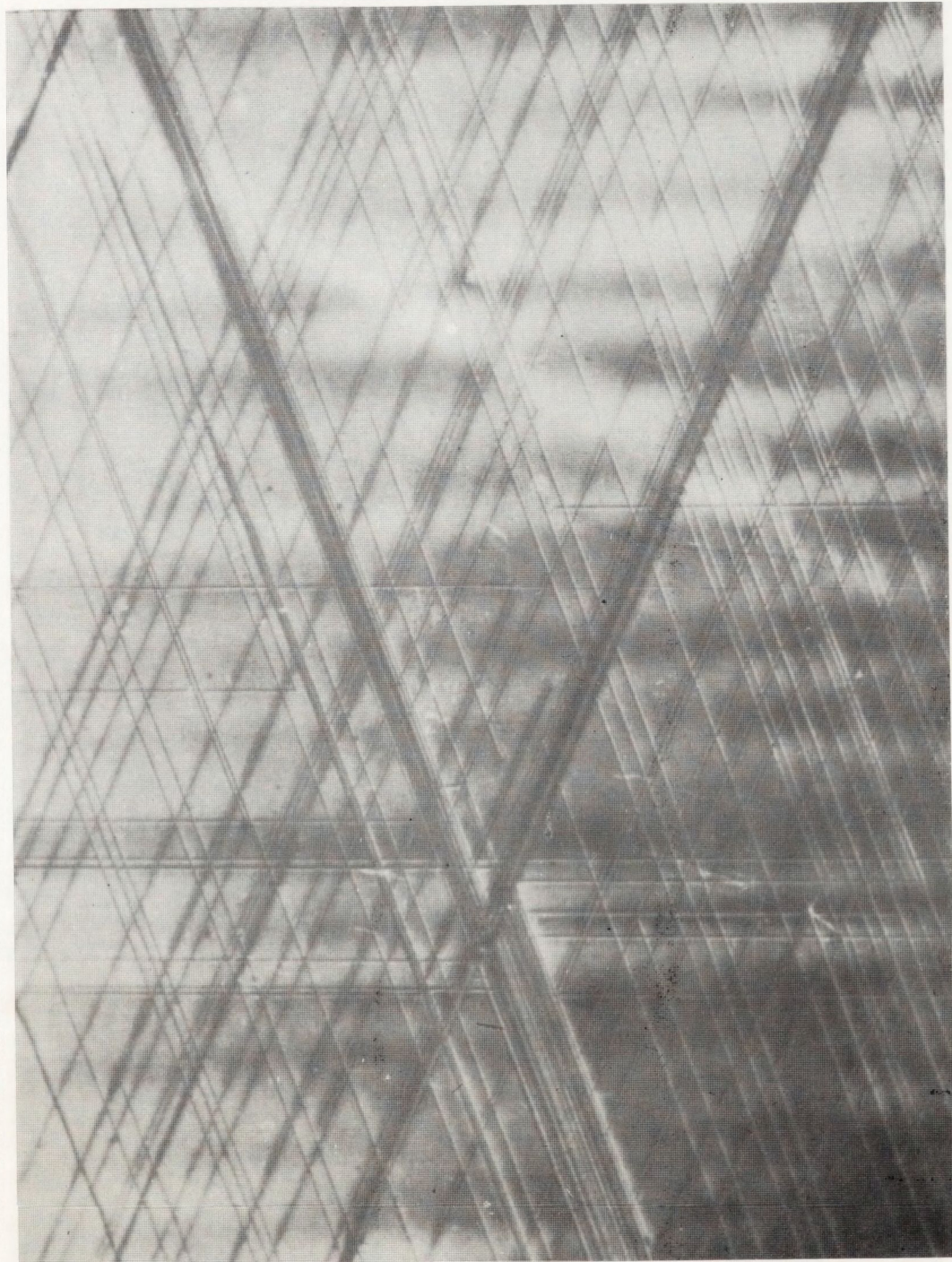
Rys. 19. Przykłady topogramów uzyskanych metodą spektrometru dwukrystalicznego próbek z serii 1a ( $t_w = 12 \mu\text{m}$ )  
d) refleks od podłoża <http://rcin.org.pl>





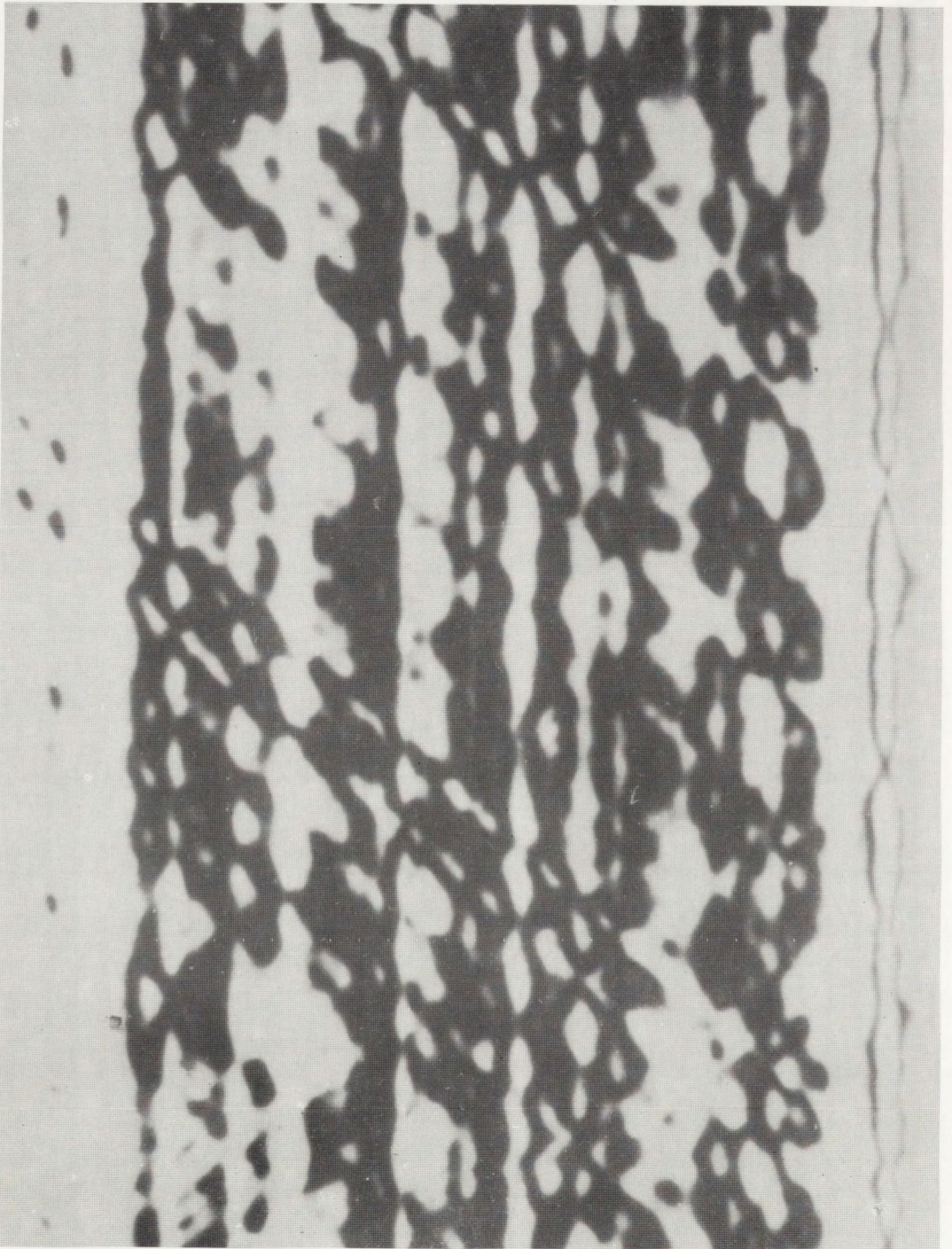
Rys. 20. Fragmenty topogramów przedstawionych na rysunku 19c, d w większym powiększeniu (kopia bezpośrednio z negatywu)





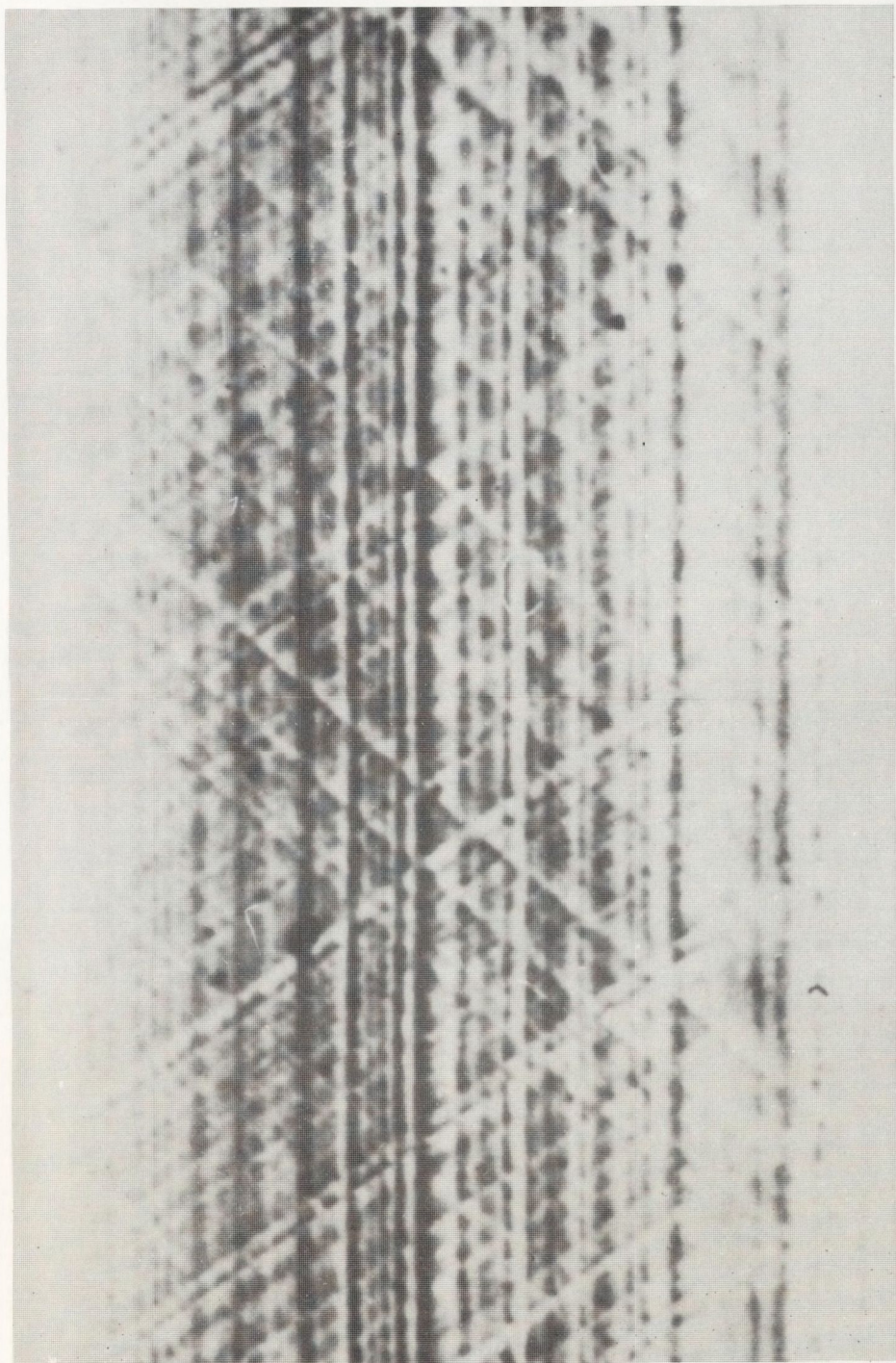
Rys. 20. Fragmenty topogramów przedstawionych na rysunku 19c, d w większym powiększeniu (kopia bezpośrednio z negatywu)





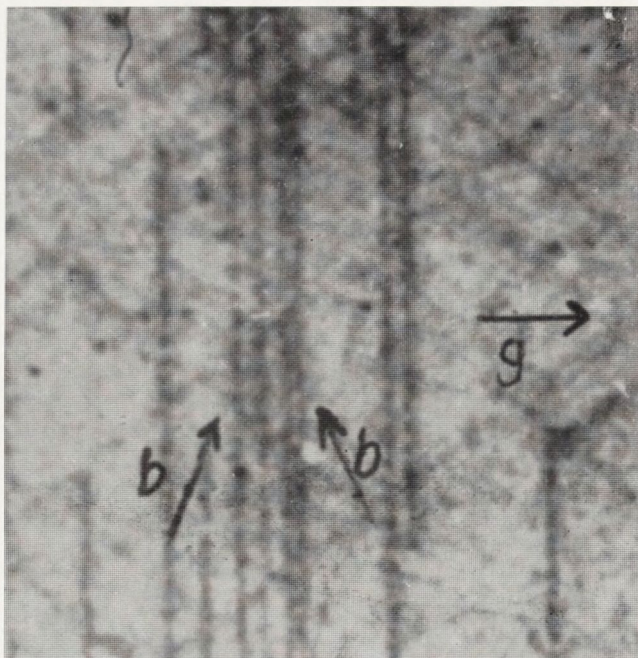
Rys. 21. Przykłady topogramów uzyskanych metodą spektrometru dwukrystalicznego w układzie  $511^{\text{V}}, -333^{\text{S}}$  dla próbki z serii 2 ( $t_w = 40 \mu\text{m}$ )  
a) maksimum warstwy



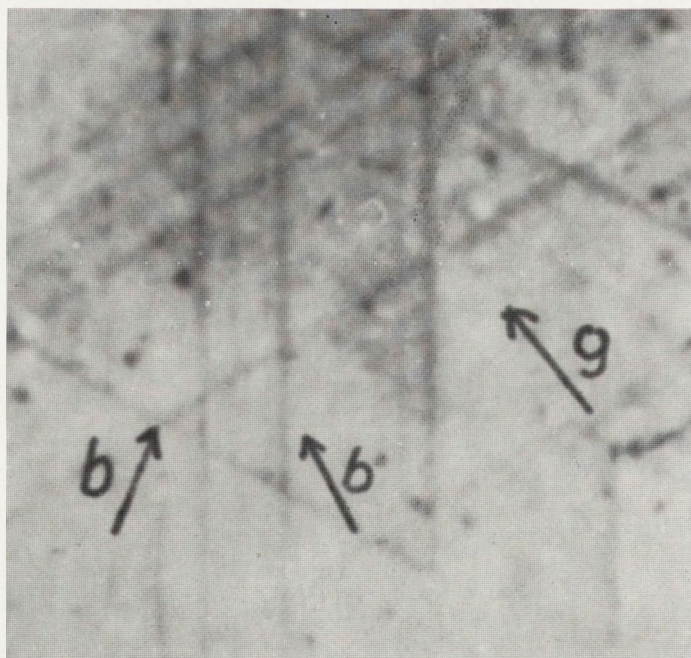


Rys. 21. Przykłady topogramów uzyskanych metodą spektrometru dwukrystalicznego w układzie  $511^V, -333^S$  dla próbki z serii 2 ( $t_w = 40 \mu\text{m}$ )  
b) maksimum podłoża



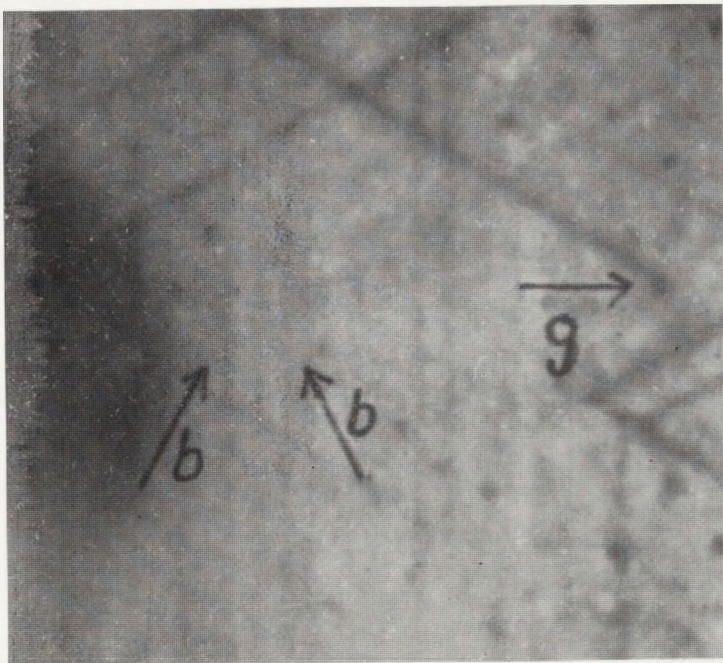


Rys. 22. Przykład zmian kontrastu odwzorowań dyslokacji niedopasowania uzyskiwanych za pomocą metody Berga-Barretta  
a) refleks 333

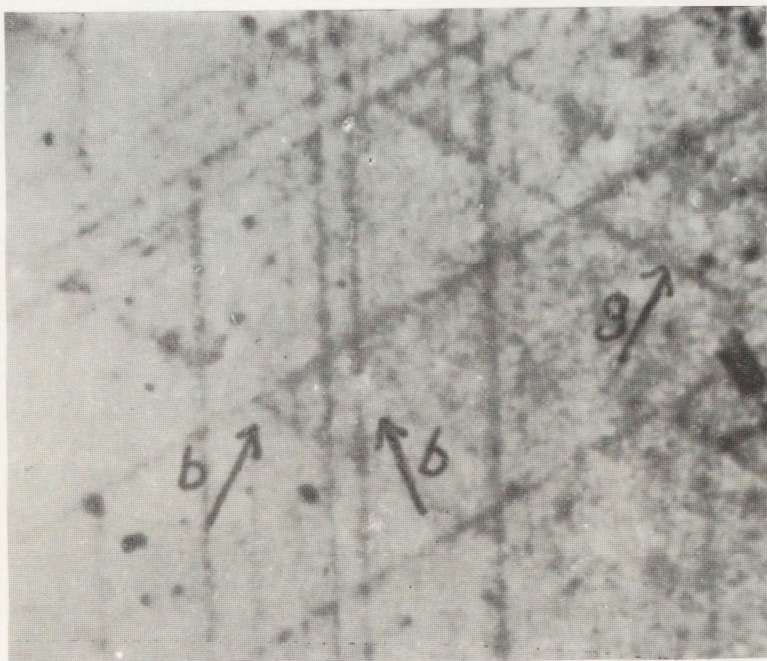


Rys. 22. Przykład zmian kontrastu odwzorowań dyslokacji niedopasowania uzyskiwanych za pomocą metody Berga-Barretta  
b) refleks 440 <http://rcin.org.pl>



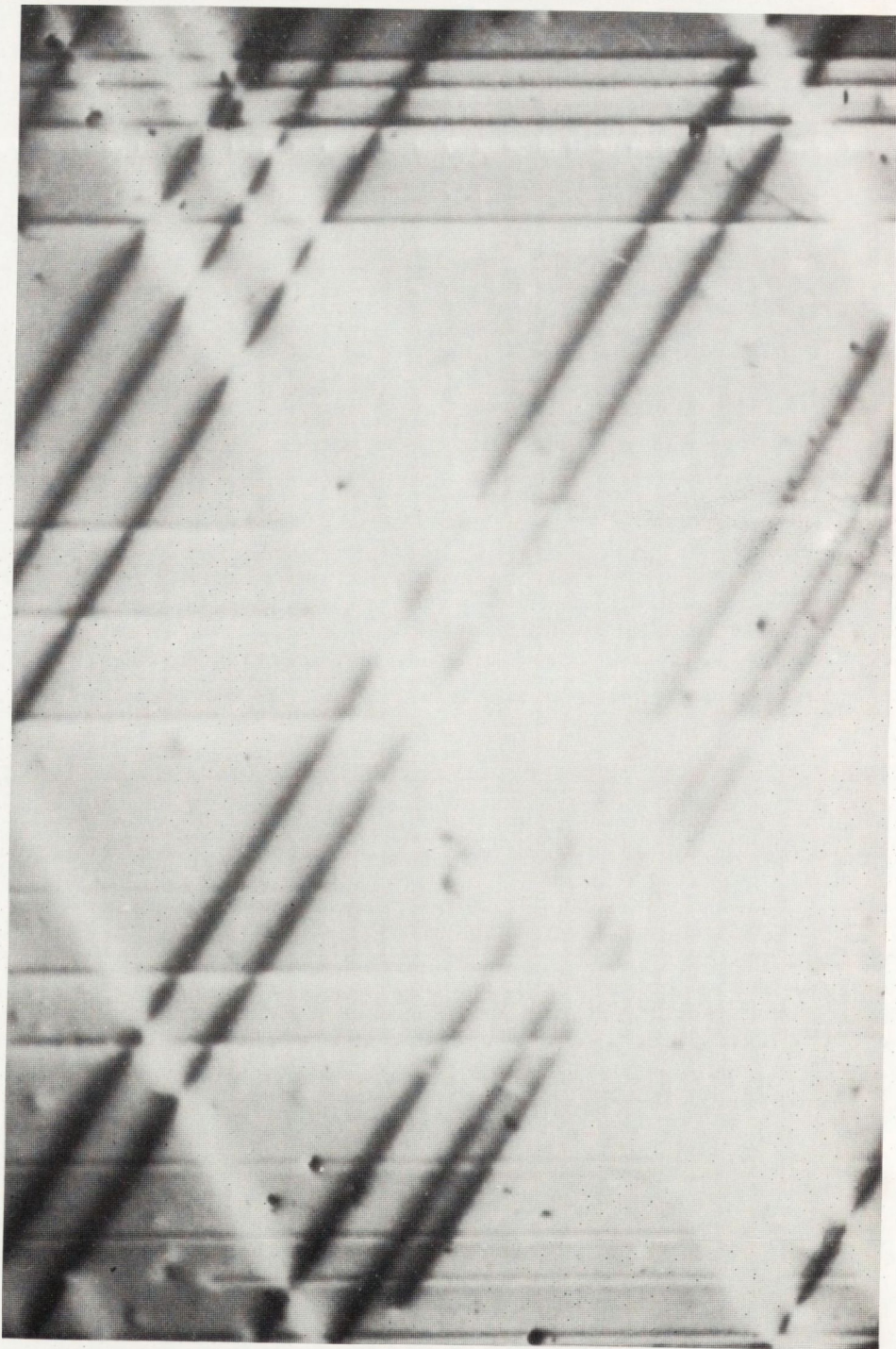


Rys. 22. Przykład zmian kontrastu odwzorowań dyslokacji niedopasowania uzyskiwanych za pomocą metody Berga-Barretta  
c) refleks 404



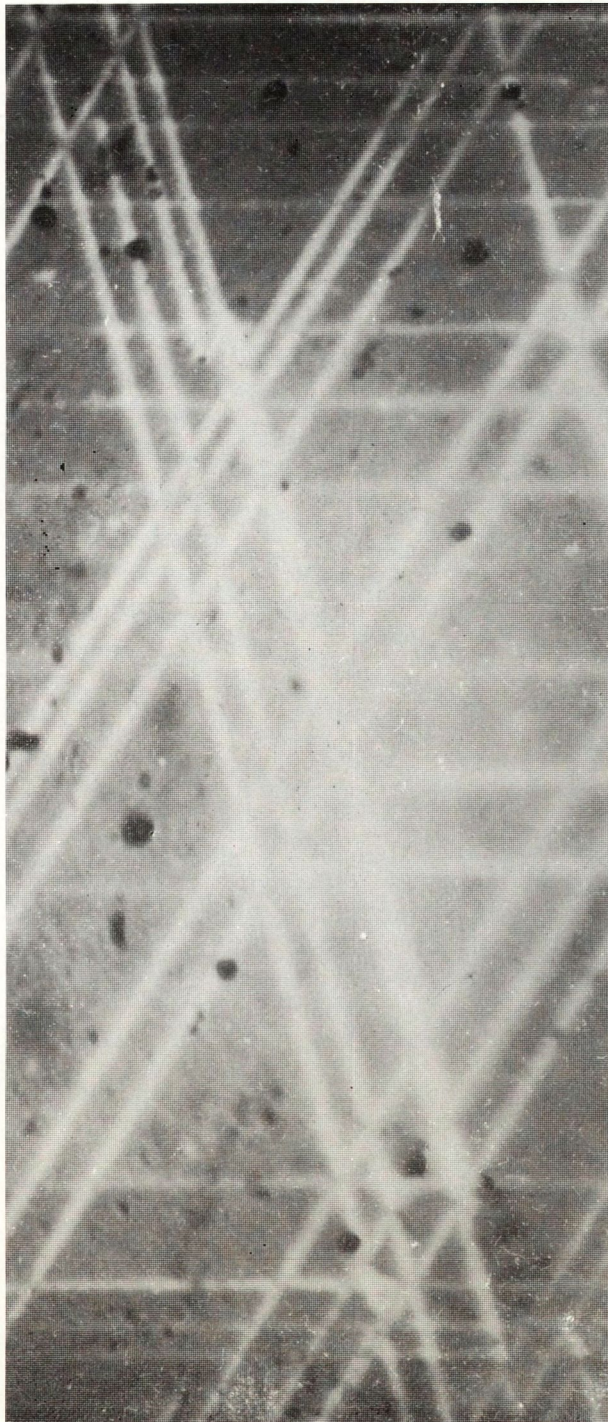
Rys. 22. Przykład zmian kontrastu odwzorowań dyslokacji niedopasowania uzyskiwanych za pomocą metody Berga-Barretta  
d) refleks 044





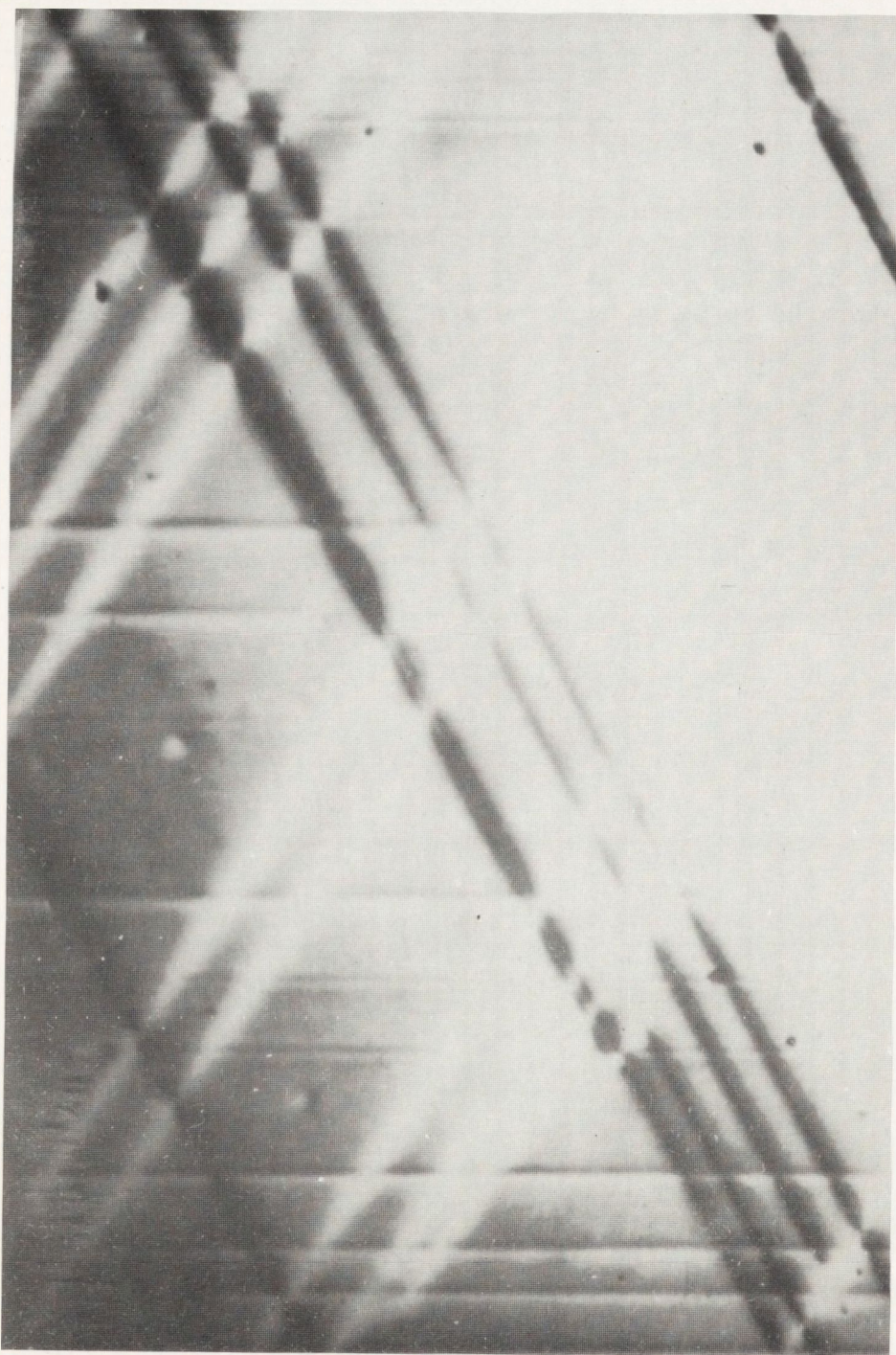
Rys. 23. Seria topogramów uzyskanych metodą spektrometru dwukrystalicznego, wykazujących istnienie składowej śrubowej dyslokacji niedopasowania  
a) refleks  $531^V$





Rys. 23. Seria topogramów uzyskanych metodą spektrometru dwukrystalicznego, wykazujących istnienie składowej śrubowej dyslokacji niedopasowania c) refleks  $333^S$

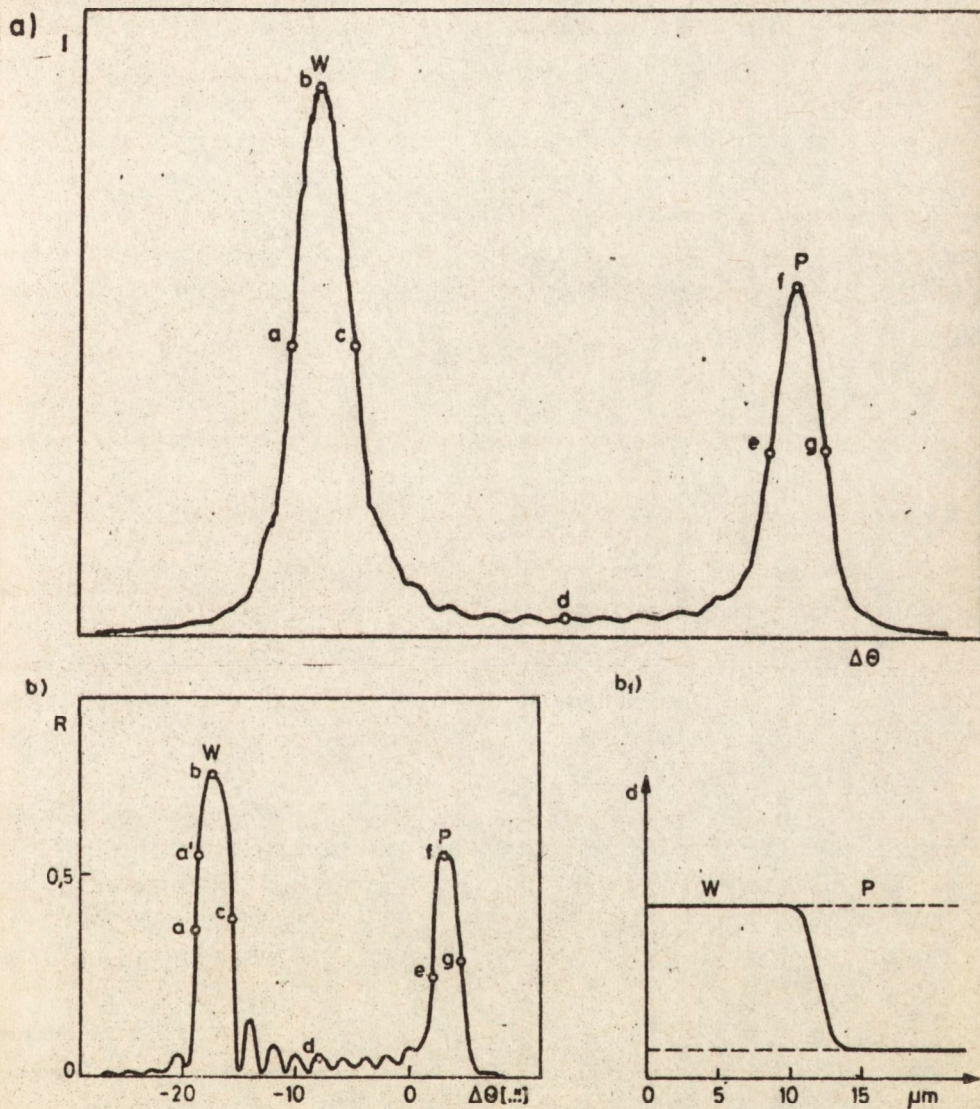




Rys. 23. Seria topogramów uzyskanych metodą spektrometru dwukrystalicznego, wykazujących istnienie składowej śrubowej dyslokacji niedopasowania  
b) refleks  $135^V$



przy eliminacji składowej  $K_{a'2}$ . Stosowano emulsję jądrową Ilford L4 50  $\mu\text{m}$ . Sumaryczną zdolność rozdzielczą otrzymanych topogramów można oceniać na około  $5\pm 7 \mu\text{m}$ . Punkty kolejnych ekspozycji podstawowej serii topogramów są zaznaczone na rysunku 24a.



Rys. 24.

- punkty krzywej dyfrakcyjnej odpowiadające topogramom eksperymentalnym przedstawionym na rys. 25,
- punkty teoretycznej krzywej odbicia odpowiadające obliczonym kontrastom teoretycznym
- profil złącza epitaksjalnego zakładany przy obliczeniach kontrastu



Wybrane do porównań położenie dyslokacji odpowiadało położeniu wektora Burgersa bliżej kierunku wiązki odbitej. W obliczeniach teoretycznych uwzględniano jedynie składową krawędziową dyslokacji o wektorze Burgersa  $\frac{1}{4} [112]$ . W podstawowej serii obliczonych kontrastów zakładano położenie linii dyslokacyjnej na granicy podłoża i warstwy.

Punkty teoretycznej krzywej odbicia, odpowiadające obliczonym kontrastom teoretycznym zaznaczono na rysunku 24b. Są one dość zbliżone do zaznaczonych na rysunku 24a punktów ekspozycji topogramów eksperymentalnych. Wykonano jedynie dodatkowe obliczenie w punkcie a' dla ustalenia charakteru zmian kontrastu w tej części krzywej.

Odpowiadające sobie topogramy eksperymentalne (powiększenia wybranej dyslokacji) i obliczone teoretyczne rozkłady intensywności odbitej wiązki zestawiono na rysunku 25.

Przy porównaniach kontrastu eksperymentalnego i teoretycznego należy brać pod uwagę czynniki ograniczające widoczność niektórych szczegółów kontrastu na topogramach eksperymentalnych. Wynika to m.in. ze skończonej zdolności rozdzielczej, rozbieżności kątowej wiązki padającej na badany kryształ oraz niestabilności mechanicznej układu eksperymentalnego powodującej zmiany punktu krzywej odbicia.

Wychodząc z tych założeń dla ewentualnych porównań z kontrastem eksperymentalnym wykresy rozkładów intensywności podzielono na części, które jak można się spodziewać będą dawać efekt pojedynczego minimum lub maksimum na topogramie eksperymentalnym. Elementy te, podobnie jak ich domniemane odpowiedniki na topogramach eksperymentalnych, oznaczono dużymi literami.

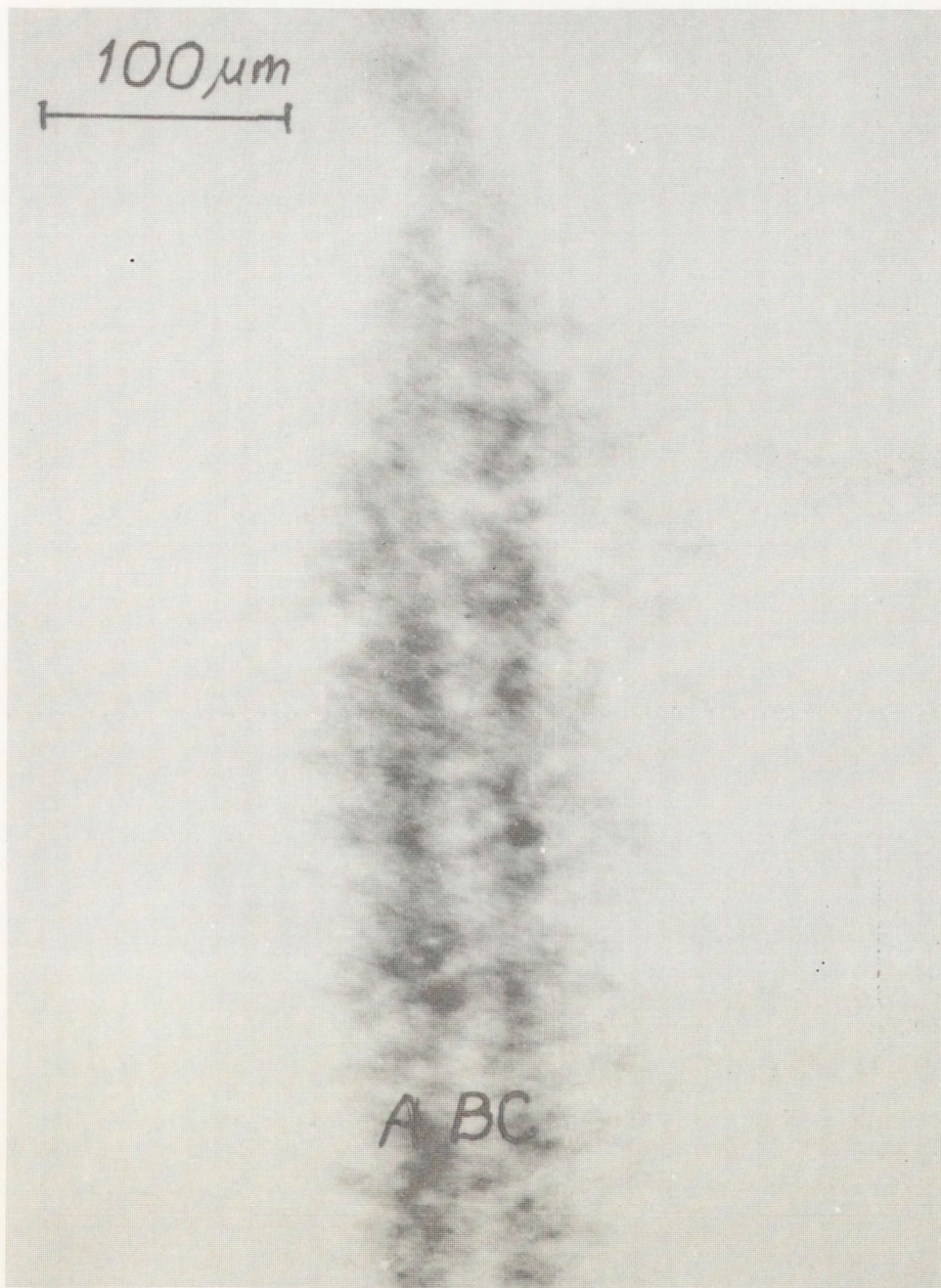
Ogólnie można stwierdzić zgodność sekwencji kolejnych maksimum i minimum kontrastu eksperymentalnego i teoretycznego, aczkolwiek wzajemne proporcje tych minimum i maksimum są różne. Znacznie lepszą zgodność kontrastu teoretycznego i eksperymentalnego obserwuje się dla punktów maksimum warstwy, nieco gorszą w punktach maksimum podłoża. Szczególnie dobra zgodność występuje dla punktu b, c i d.

Obserwuje się dobrą zgodność szerokości obrazu teoretycznego i eksperymentalnego (skala na topogramach eksperymentalnych uwzględnia skrócenie obrazu związane z kątem wyjścia promieniowania).

Sumarycznie zgodność obrazów teoretycznych i eksperymentalnych należy uznać za zupełnie zadowalającą. Fakt ten stanowi ważne potwierdzenie ustalonej wstępnie identyfikacji typu krystalograficznej dyslokacji niedopasowania.

W ramach niniejszej pracy wykonano również szereg innych, podobnych serii topogramów eksperymentalnych do ewentualnych porównań z kontrastem teoretycznym. Między innymi wykonano serię topogramów po odwróceniu próbki o  $180^\circ$ , jak również podobne dwie serie topogramów na próbce z serii 1b, o przeciwnym znaku dopasowania.

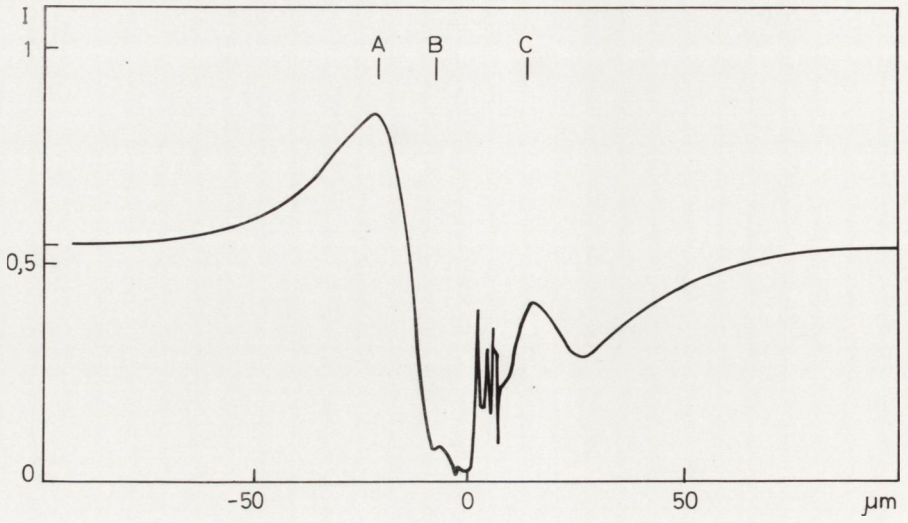




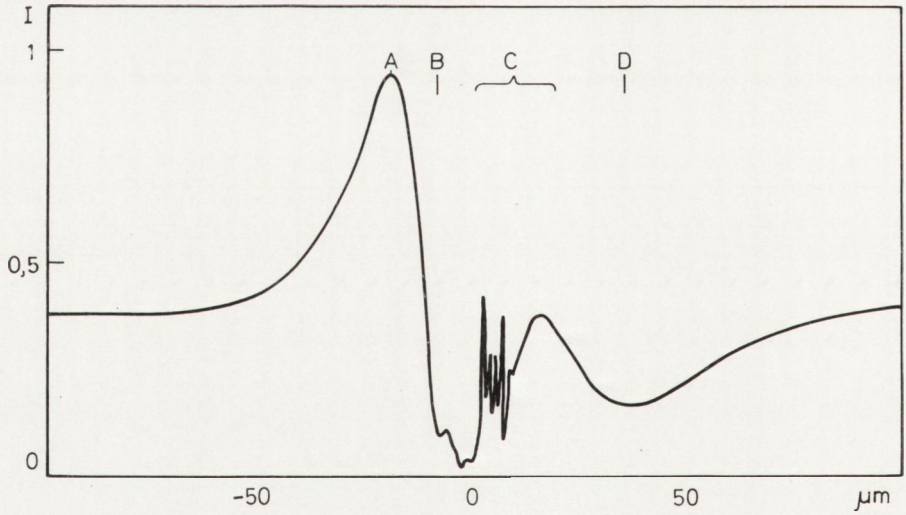
Rys. 25. Zestawienie topogramów eksperymentalnych i obliczonych kontrastów teoretycznych (rozkładów intensywności wiązki odbitej) dla dyslokacji niedopasowania prostopadłej do płaszczyzny dyfrakcji, refleks  $333^S$ . Oznaczenia odpowiadają punktom krzywych pokazanych na rys. 24a, b



a)

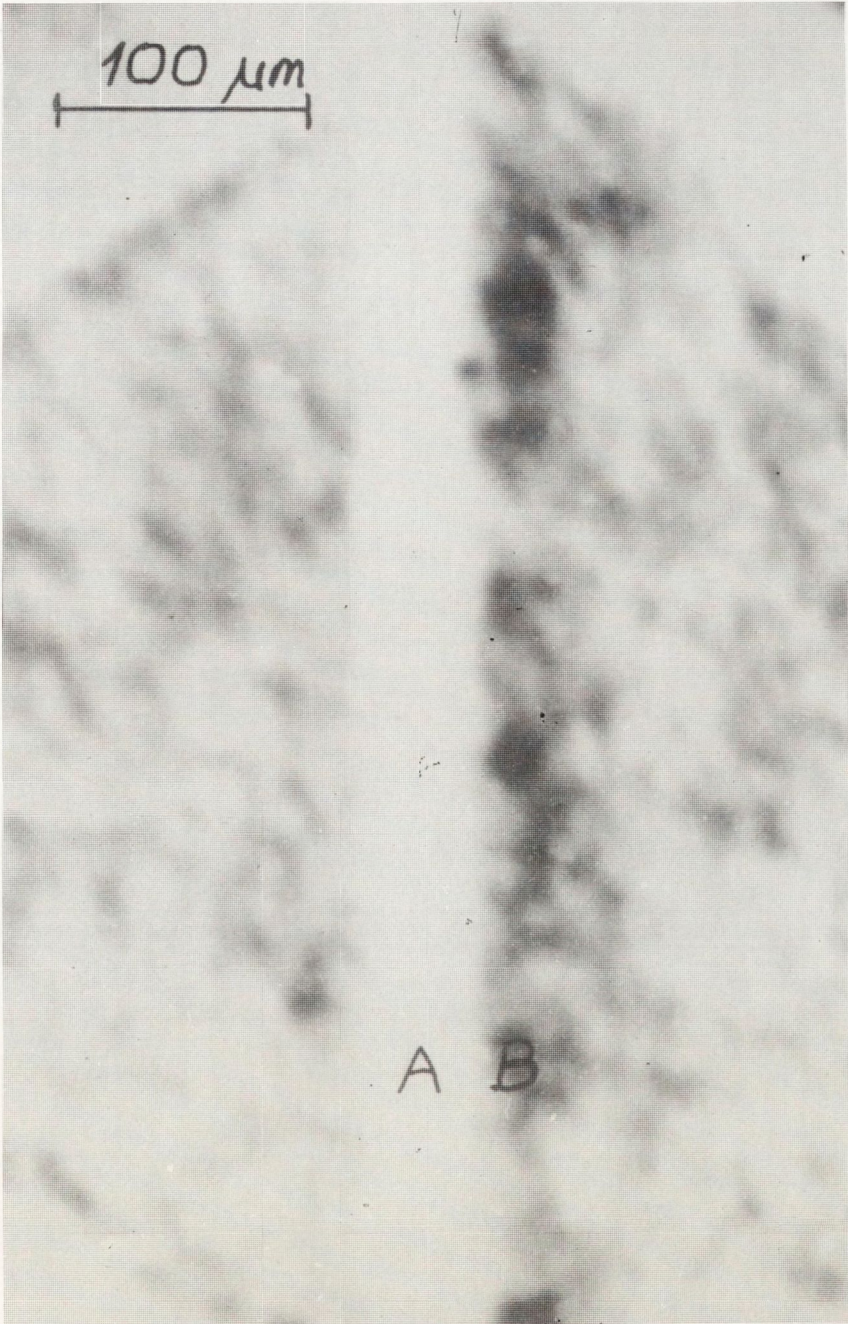


a)



Rys. 25.

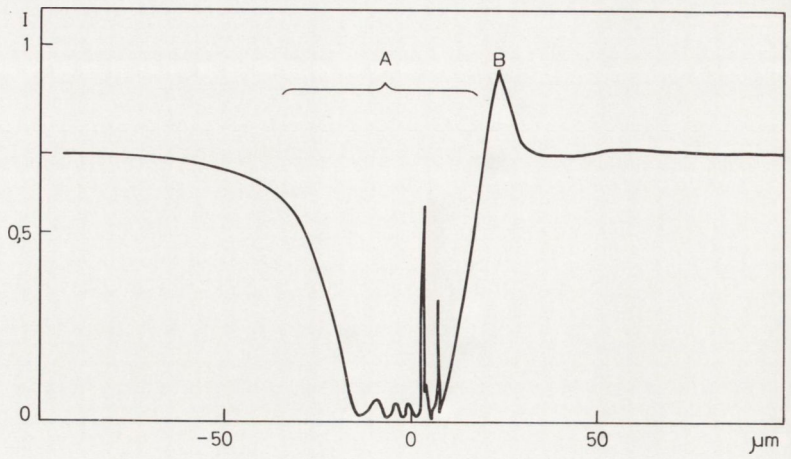




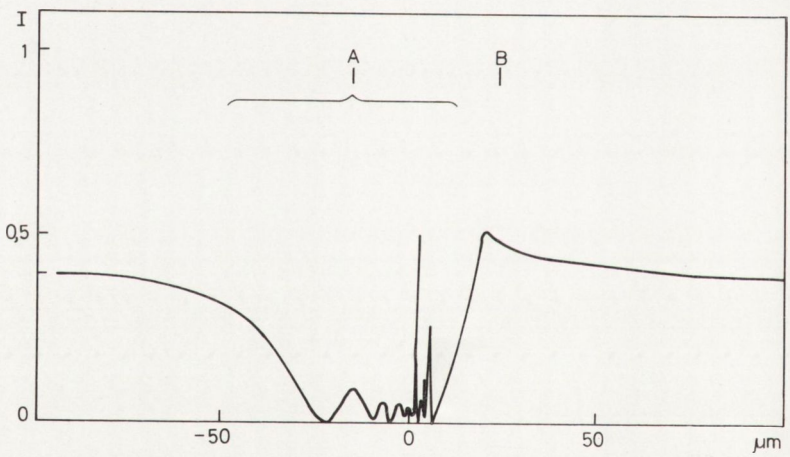
Rys. 25.



b)

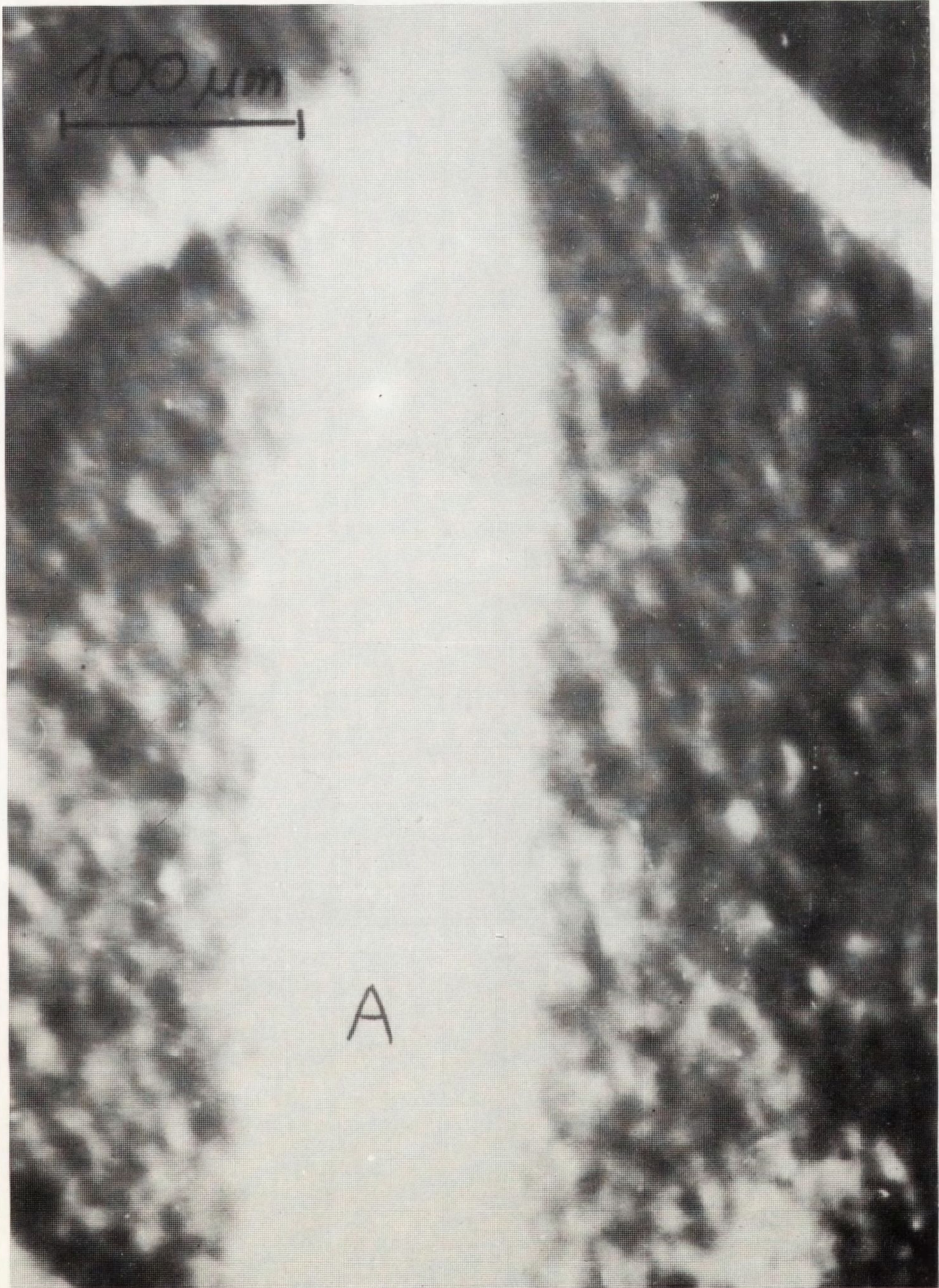


c)



Rys. 25.





Rys. 25.

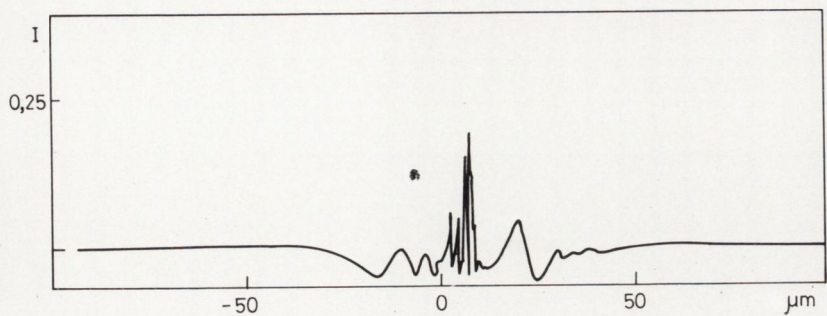




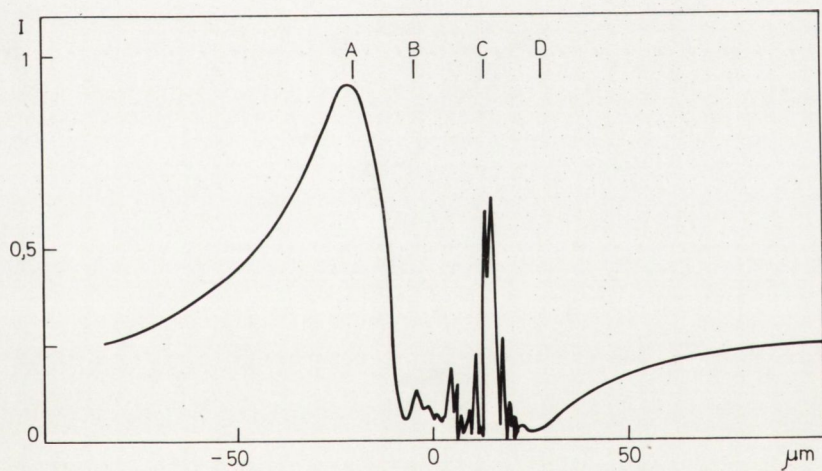
Rys. 25.



d)

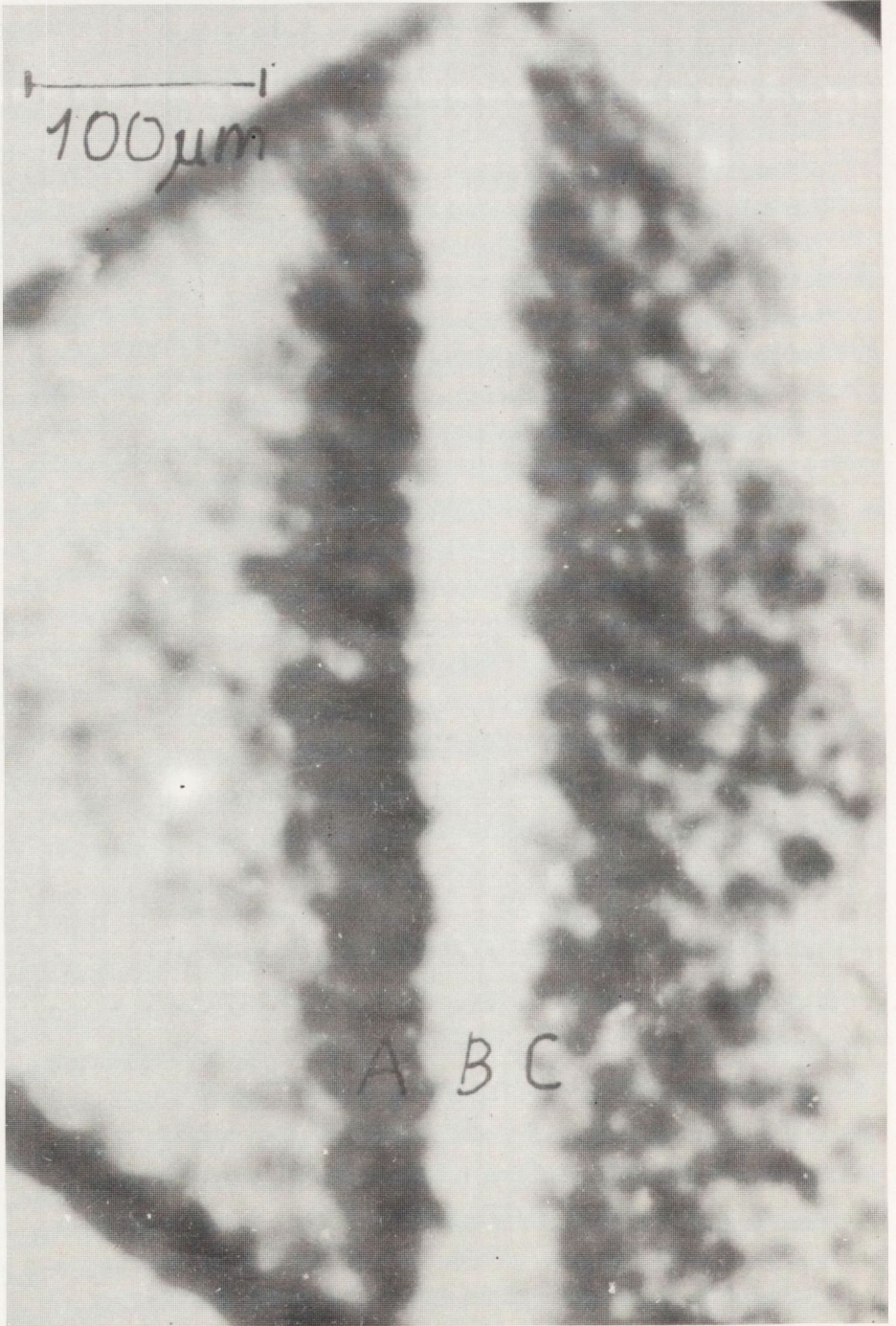


e)



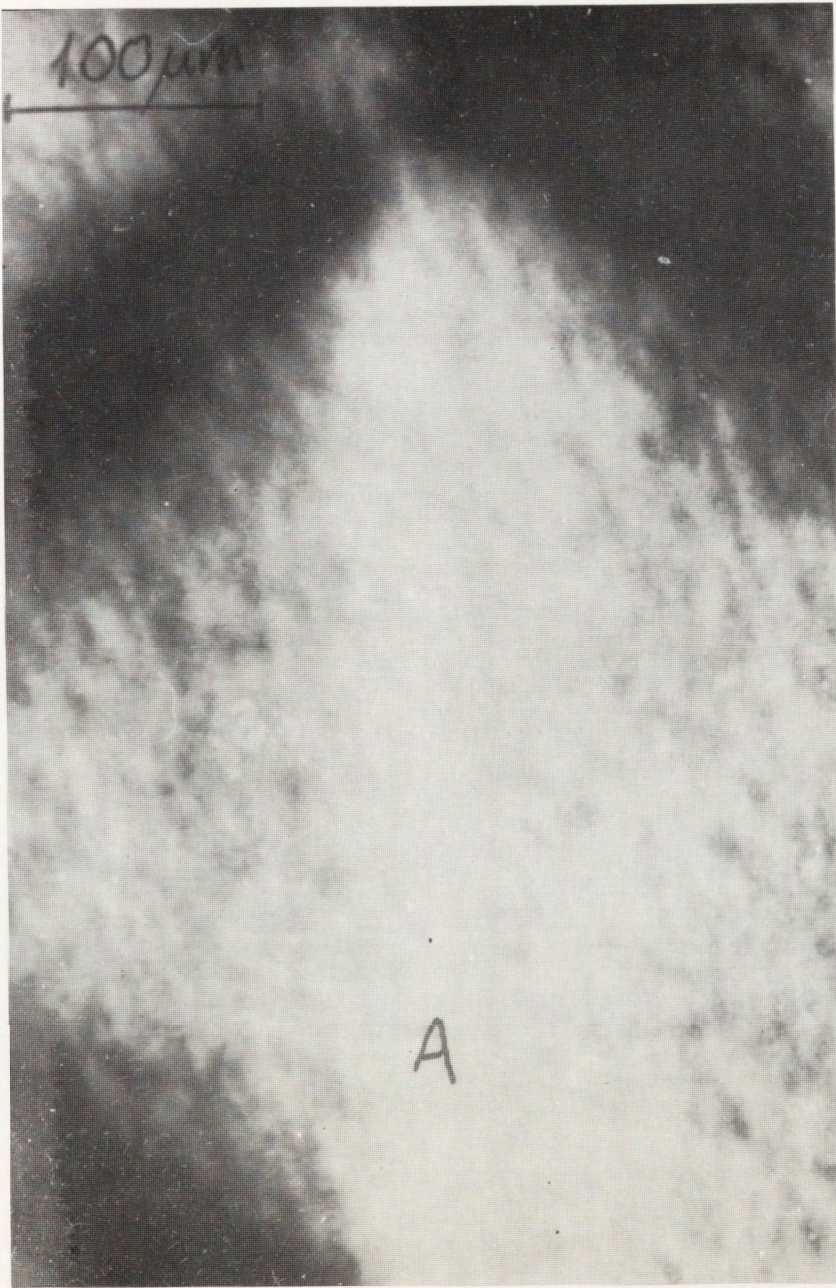
Rys. 25.





Rys. 25.

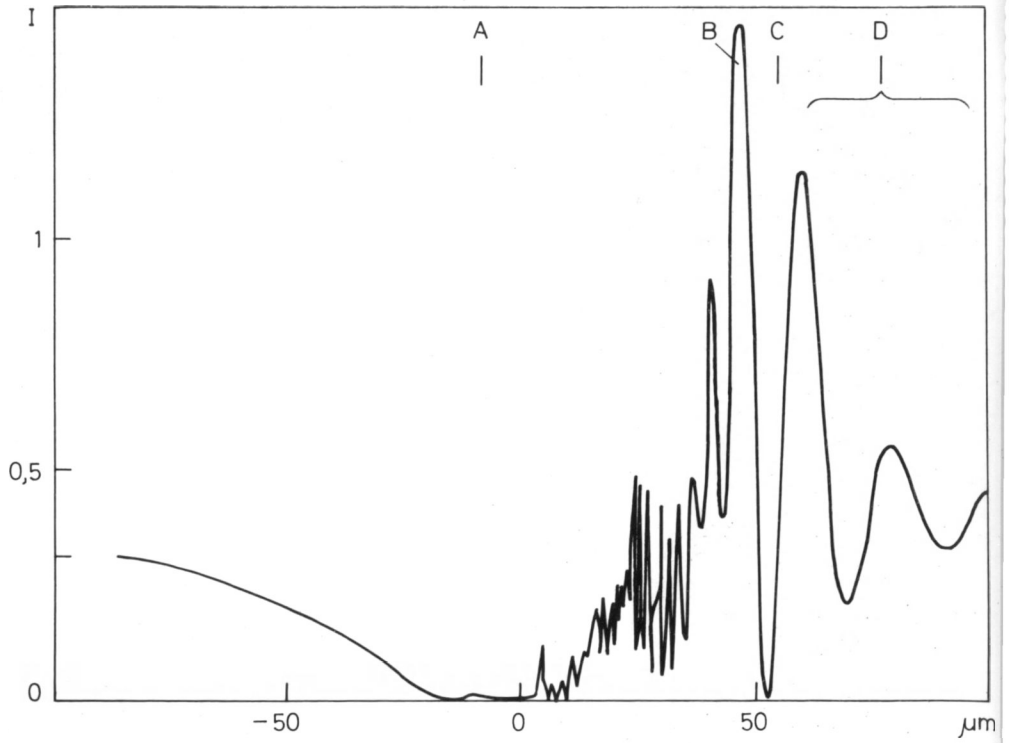




Rys. 25.

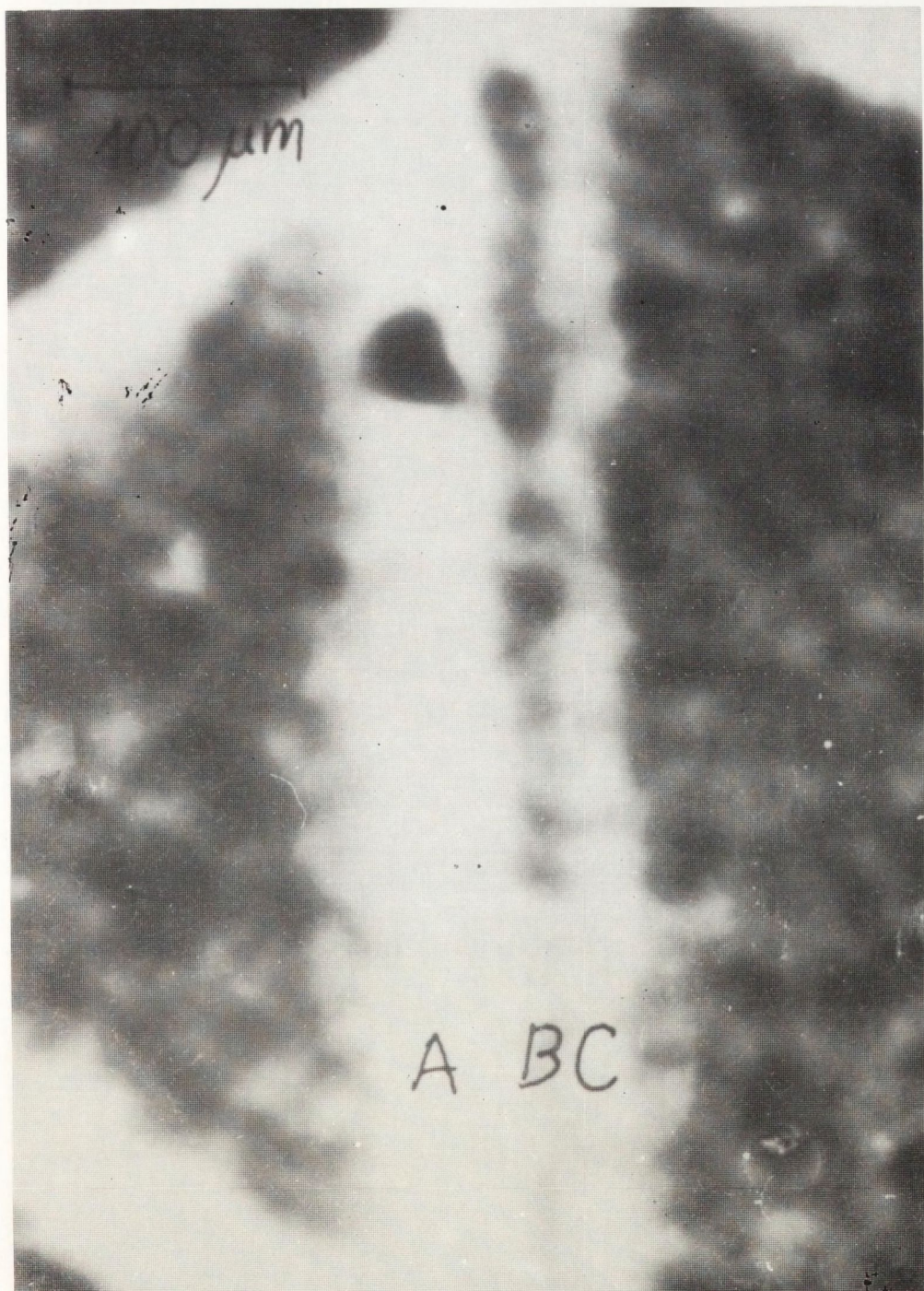


f)



Rys. 25.

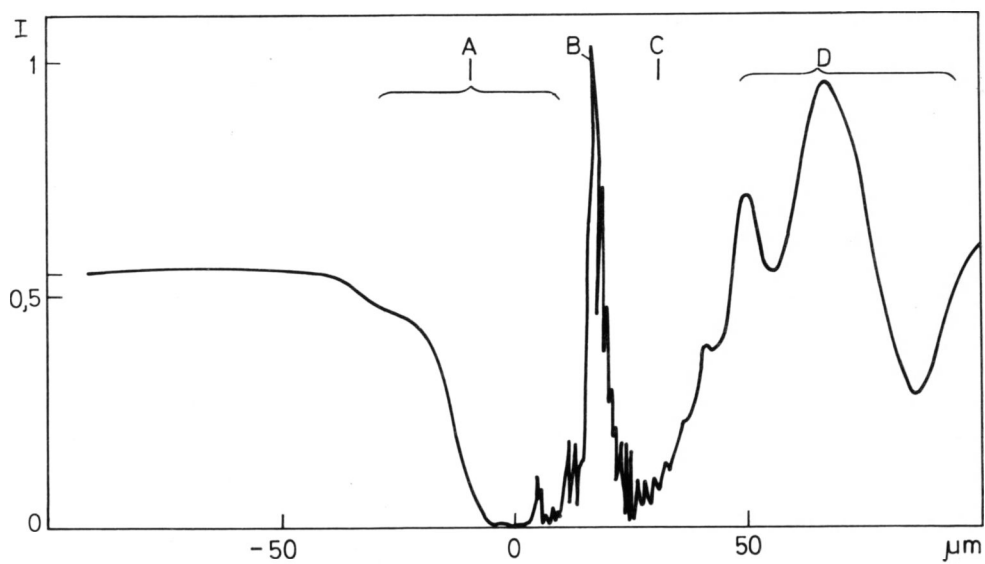




Rys. 25.

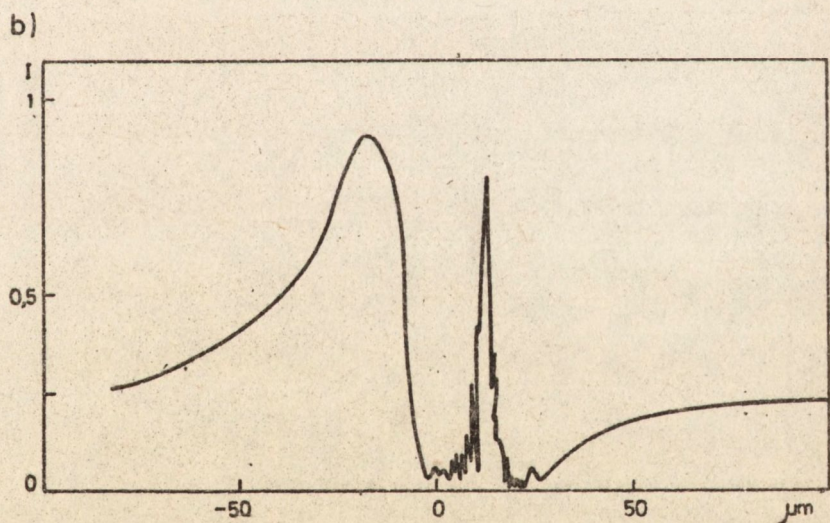
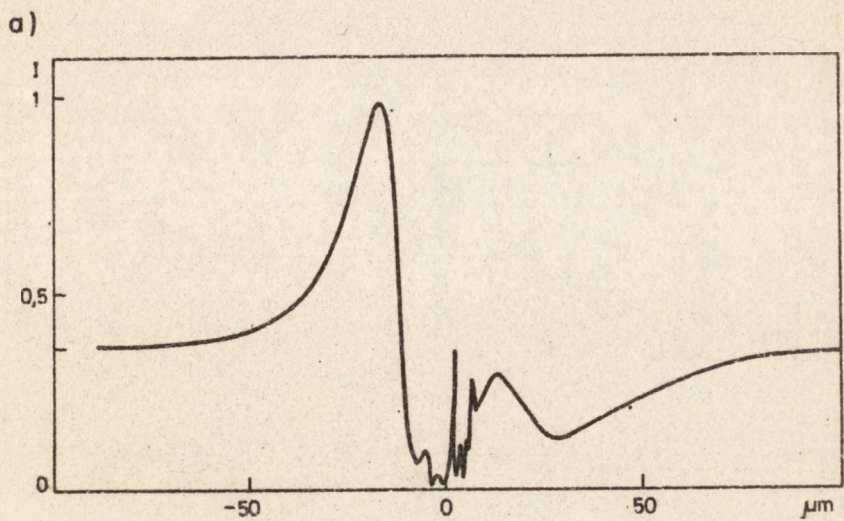


g)



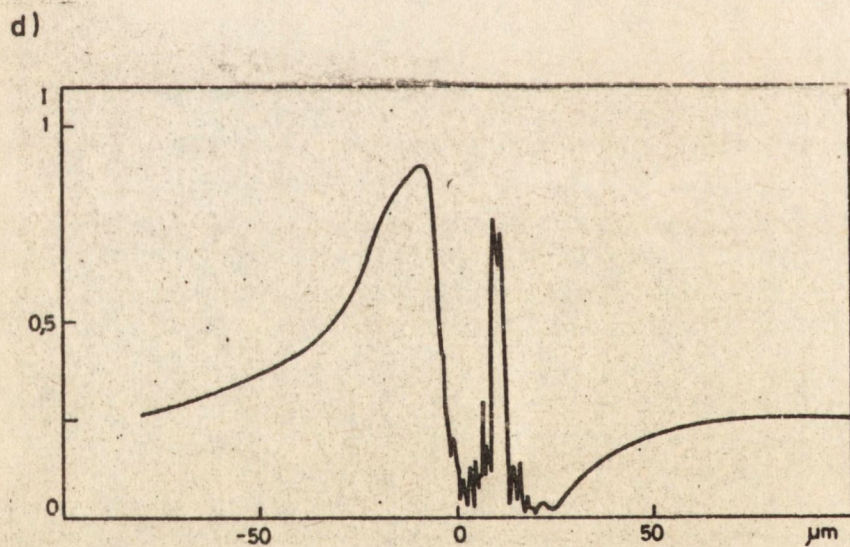
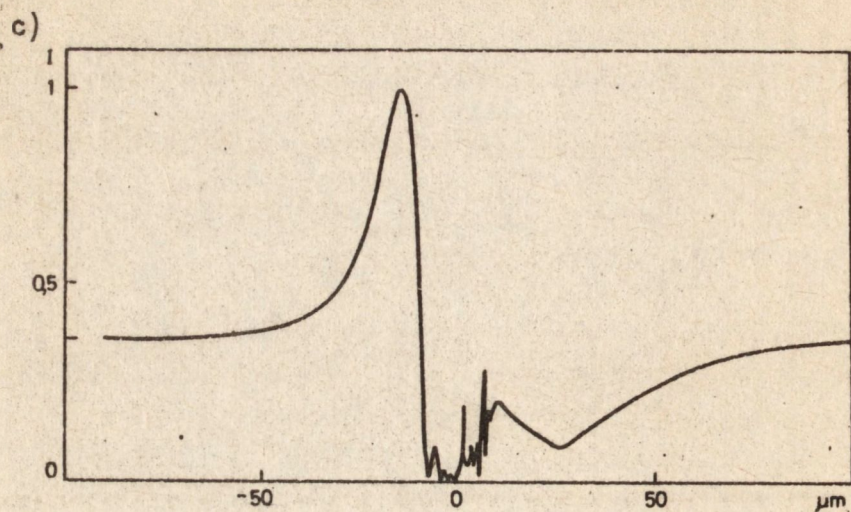
Rys. 25.





Rys. 26. Zmiany kontrastu teoretycznego dyslokacji niedopasowania przy jej różnym usytuowaniu nad granicą warstwa-podłoże  
 a, b) dyslokacja 2,5 μm nad granicą warstwa-podłoże





Rys. 26. Zmiany kontrastu teoretycznego dyslokacji niedopasowania przy jej różnym usytuowaniu nad granicą warstwa-podłoże  
 c, d) dyslokacja 5  $\mu\text{m}$  nad granicą warstwa-podłoże, wykresy a, c odpowiadają punktowi a; b, d - punktowi e krzywej odjęcia przedstawionej na rysunku 24b



Uzyskane topogramy były bardzo podobne, jak w przypadku podstawowej serii wykorzystanej do porównań z kontrastem teoretycznym. Występowała tu tylko jakby zamiana kontrastów na obydwu zboczach każdego maksimum głównego.

Uzyskane teoretyczne rozkłady kontrastu są pod wieloma względami zbliżone do uzyskanych przez Rigleta [29, 30]. Dotyczy to m.in. oscylacji o stosunkowo dużym okresie, obserwowanych po wysokokątowej stronie maksimum podłoża (szczegół D na rys. 25f, g). Podobnie jak w cytowanych pracach Rigleta, nie są one widoczne na topogramach eksperymentalnych. Prawdopodobną tego przyczyną jest silna zależność wspomnianych oscylacji od kąta padania, podczas gdy w zastosowanym układzie eksperymentalnym wiązka promieniowania miała pewną rozbieżność. Występowały również prawdopodobnie niestabilności układu eksperymentalnego, powodujące pewne zmiany kąta padania wiązki w czasie ekspozycji.

Istotną różnicą uzyskanych aktualnie kontrastów teoretycznych jest natomiast występowanie w ich środkowej części oscylacji o krótkim okresie. Można przypuszczać, że oscylacje te w pewnym stopniu odpowiadają maksimum pobocznym na krzywych dyfrakcyjnych. Jest to prawdopodobnie wynik interferencji promieniowania odbitego od okolic rdzenia dyslokacji lub obszaru "interface" i promieniowania odbitego od powierzchni. Dzięki obecności pola deformacji związanego z dyslokacją następuje tu przechodzenie przez kolejne maksima interferencyjne w funkcji współrzędnej równoległej do powierzchni. O niewystępowaniu tych efektów w symulacjach kontrastu publikowanych przez Rigleta mogą decydować m.in. inne relacje odległości dyslokacji od powierzchni i odległości ekstynkcyjnej.

W niniejszej pracy przeprowadzono dodatkowo badania wpływu na kontrast teoretyczny podniesienia dyslokacji niedopasowania nad granicę podłoża i warstwy. Odpowiednie dodatkowe symulacje kontrastu przeprowadzono dla pozycji oznaczonych a i e na rysunku 24b, zakładając położenie dyslokacji nad granicę podłoża i warstwy odpowiednio w odległościach 2,5 i 5  $\mu\text{m}$  od tej granicy. Uzyskane wyniki przedstawiono na rysunku 26.

Obserwowane zmiany kontrastu teoretycznego są stosunkowo niewielkie. Sprowadzają się one głównie do zmniejszenia rozciągłości obrazu. Jest to najprawdopodobniej wpływ swobodnej powierzchni zmniejszający zasięg pól deformacji dyslokacji leżącej w pobliżu powierzchni, co było m.in. pokazane w pracy O'Hary i inn. [63].

Stosunkowo małe zmiany szerokości obrazu teoretycznego (rzędu 20% przy zaleganiu dyslokacji 5  $\mu\text{m}$  nad granicą podłoża i warstwy) pozwalają przypuszczać, że trudno będzie takie ewentualne wyższe zaleganie dyslokacji stwierdzić eksperymentalnie za pomocą metody spektrometru dwukrystalicznego.

W przeciwieństwie do metody spektrometru dwukrystalicznego, większego wpływu usytuowania linii dyslokacyjnej w stosunku do strefy przejściowej można



oczekiwać w przypadku metody Berga-Barretta. Pewnym potwierdzeniem eksperymentalnym może tu być pewne zróżnicowanie kontrastu linii dyslokacyjnych, znacznie większe niż w przypadku topogramów uzyskiwanych metodą spektrometru dwukrystalicznego.

## WNIOSKI KONCOWE

W niniejszej pracy przedstawiono szereg uzupełniających się wzajemnie dowodów na to, że dyslokacje niedopasowania w krzemowych warstwach epitaksjalnych na płaszczyznach (111) są w większości przypadków dyslokacjami pełnymi 60-stopniowymi. Wektor Burgersa tych dyslokacji jest nachylny do powierzchni warstwy pod kątem  $54,7^{\circ}$ .

Większość argumentów pozwalających na identyfikację typu dyslokacji uzyskano metodami odbiciowymi dyfrakcyjnej topografii rentgenowskiej. Najważniejsze z faktów pozwalających na przyjęcie przedstawionej wyżej identyfikacji typu dyslokacji, to m.in.: widzialność samych ujęć dyslokacji na powierzchnię w przypadku grubych warstw, zmiany kontrastu w różnych refleksach asymetrycznych wykazujące istnienie składowej śrubowej oraz niezła zgodność obrazów teoretycznych i eksperymentalnych.

Uzyskane wyniki są zgodne z wnioskami teorii powstawania dyslokacji niedopasowania zaproponowanej przez Matthews'a. Zidentyfikowany typ dyslokacji jest najczęściej obserwowany przy deformacji plastycznej w krzemie. Jest to jednocześnie typ dyslokacji najlepiej spełniający założenia teorii Matthews'a przy orientacji aktualnie badanych warstw. Wyniki uzyskane metodą Berga-Barretta sugerują ponadto, że w większości przypadków dyslokacje niedopasowania rozwijają się z półpętlami związanych z wtrąceniami lub innymi niedoskonałościami sieci warstwy.

W pracy wykazano duże możliwości metod odbiciowych w zakresie badań warstw epitaksjalnych, a w tym, co szczególnie należy podkreślić, możliwości nie zawsze docenianej metody Berga-Barretta.

Zaproponowaną metodę numerycznych rachunków kontrastu na dyslokacjach niedopasowania można traktować jako rozwinięcie metody Bedyńskiej na przypadek kryształu z prostopadłym do powierzchni gradientem odległości międzypłaszczyznowych. Zastosowana metoda uwzględnia całość zjawisk dyfrakcyjnych w podłożu i w warstwie. Może ona być stosowana przy dowolnym profilu złącza epitaksjalnego, a również do warstw dyfuzyjnych.

Najważniejsze przyczyny różnic kontrastu teoretycznego i eksperymentalnego to prawdopodobnie skończona zdolność rozdzielcza i niestabilności układu eksperymentalnego, a z drugiej strony przybliżony charakter modelu elastycznego i rozwiązań równań Takagi.



Opisane badania krzywych odbicia i wynikające z nich badania deformacji sieci oraz pomiary współczynnika niedopasowania mają szereg aspektów praktycznych. Wskazują one na możliwości wyznaczenia z pomiarów krzywych takich użytkowych parametrów, jak np. naprężenia czy grubości warstwy epitaksjalnej.

Zdaniem autora celowe są dalsze badania wpływu różnych parametrów na profil teoretycznych krzywych odbicia. W przeciwieństwie do tego zastosowanie obliczeń krzywych teoretycznych do ścisłego wyznaczenia różnych parametrów drogą dopasowywania krzywych teoretycznych do eksperymentalnych może być mało efektywne z uwagi na uproszczenia zakładanych modeli teoretycznych.

#### Podziękowania

Autor pragnie serdecznie podziękować prof. dr hab. J. Auleytnerowi za opiekę nad realizacją niniejszej pracy, dr E. Nobsarzewskiej-Orłowskiej i jej współpracownikom za przygotowanie próbek i daleko idącą pomoc, oraz panu K. Tomickiemu za pomoc przy redakcji i uruchamianiu programów numerycznych. Autor pragnie również serdecznie podziękować swoim kolegom i przetożonym z ITME, w tym szczególnie J. Sassowi, za pomoc i życzliwą dyskusję.



## LITERATURA

- [1] Sugita Y., Tamura M., Sugawara K.: *J. Appl. Phys.*, 40, 1969, 3089
- [2] Tamura M., Yoshinaka A., Sugita Y.: *J. Cryst. Growth*, 24/25, 1974, 255
- [3] Tamura M., Sugita Y.: *Jap. J. Appl. Phys.*, 9, 1970, 368
- [4] Blanc J.: "Heteroepitaxial Semiconductors for Electronic Devices" red. Cullen G.W., Wang, Springer V., N.York, 1978, 282
- [5] Blanc J., Abrahams M.S.: *J. Appl. Phys.*, 47, 1976, 5151
- [6] Zsoldos L.: *Proceedings of the 2. EMC, Kesthely*, 1974, 83
- [7] Schwutke G.H.: *Transactions of the 3. International Vacuum Congress*, 1965, t. II, cz. II., 301
- [8] Schwutke G.H.: *J. Appl. Phys.*, 36, 1965, 2712
- [9] Petroff J.F., Sauvage M.: *J. Cryst. Growth*, 43, 1978, 628
- [10] Stenin S.I., Asiejev A.L.: *Izvestia Sibirskogo Otdelenia Akademii Nauk SSSR - Seria Chemiczeskich Nauk* nr 1, Wyd. Nauka, 1975, 136
- [11] Vaulin Y.D., Migal N.N., Migal V.P., Stenin S.I.: *Phys. Stat. Sol. (a)*, 15, 1973, 697
- [12] Rolland G.: *Praca doktorska, Uniwersytet w Grenoble*, 1972
- [13] Schiller C.: *J. Appl. Cryst.*, 2, 1962, 223
- [14] Juleff E.M., Lapiere A.G., Wolfson R.G.: *Adv. X-ray Analysis*, 10, 1967, 173
- [15] Howard J.K., Schwutke G.H.: *Adv. X-ray Analysis*, 10, 1967, 118
- [16] Howard J.K., Smith P.J.: *IBM J. Res. Dev.*, 15, 1971, 123
- [17] Schwutke G.H., Queisser J.H.: *J. Appl. Phys.*, 33, 1962, 1540
- [18] Rezgonyi C.A., Miller D.C.: *Thin Solid Films*, 31, 1976, 185
- [19] Nishizawa J., Teresaki T., Yagi K., Miyamoto N.: *J. Electrochem. Soc.*, 122, 1975, 655
- [20] Lee Y.T., Miyamoto N., Nishizawa J.: *J. Electrochem. Soc.*: 122, 1975, 530
- [21] Zeyfang R.: *J. Appl. Phys.*, 41, 1970, 3718
- [22] Estop E., Izrael A., Sauvage M.: *Acta Cryst. A*, 32, 1976, 627
- [23] Fukuhara A., Takano Y.: *Acta Cryst. A*, 33, 1977, 137
- [24] Kuroda E., Miyamoto N.: *J. Electrochem. Soc.*, 127, 1979, 1233
- [25] Burgeat J., Taupin D.: *Acta Cryst. A*, 24, 1968, 99
- [26] Fukuhara A., Takano Y.: *J. Appl. Cryst.*, 10, 1977, 287
- [27] Fukuhara A., Namba M., Takano Y., Maki M.: *Proceedings of the Conference on Diffraction Profile Analysis, Kraków 1978*
- [28] Riglet P., Sauvage M., Petroff J.F., Epelboin Y.: *Phil. Mag. A*, 42, 1980, 339
- [29] Petroff J.F., Sauvage M., Riglet P., Hashizume H.: *Phil. Mag. A*, 42, 1980, 319
- [30] Riglet P.: *Praca doktorska, Uniwersytet P. i M. Curie w Paryżu*, 1978
- [31] Epelboin Y., Riglet P.: *Phys. Stat. Sol. (a)*, 54, 1979, 547
- [32] Sass J.: *Materiały Elektroniczne* nr 5, 1974, 7
- [33] Pawłowska M., Hofman W., Sass J., Wierzchowski W., Rupniewski W., Ganczarek M.: *Sprawozdanie wewnętrzne ONPMP nr 753, Warszawa 1975*
- [34] Hofman W., Pawłowska M., Sass J., Wierzchowski W.: *Materiały VII Konferencji Naukowo-Technicznej: Rentgenografia stosowana, Gliwice 1976, 154*
- [35] Mazur K., Wierzchowski W.: *Sprawozdanie wewnętrzne ITME nr 1412, Warszawa 1978*
- [36] Mazur K., Wierzchowski W.: *Materiały XXVI Zjazdu Fizyków Polskich, Toruń 1979, 136*
- [37] Mazur K., Wierzchowski W.: *Materiały Elektroniczne, Nr 2 (30), 1980, 33*
- [38] Wierzchowski W.: *Materiały III Konferencji Nauk.-Techn.: "Materiały dla elektroniki. Technologia monokryształizacji"*, Jadwisin 1976 (Wyd. Geologiczne, Warszawa 1980), 228
- [39] Wierzchowski W.: *XI International Congress of Crystallography, Warsaw 1978, Collected Abstracts, 255*
- [40] Wierzchowski W.: *Proceedings of the VI Summer School on Defects in Crystals, Krynica 1980*
- [41] Wierzchowski W.: *Sprawozdanie wewnętrzne ONPMP nr 931, Warszawa 1976*
- [42] Wierzchowski W.: *Materiały Elektroniczne, nr 2 (10), 1975, 7*
- [43] Wasowski M., Hofman W., Pawłowska M., Wierzchowski W.: *Materiały Elektroniczne, nr 3 (23), 1972, 28*



- [44] Jäger H.: Z. Angew. Phys., 21, 1966, 543
- [45] Barrett C.S.: Trans. AIME, 165, 1945, 15
- [46] Newkirk J.B.: Trans. AIME, 215, 1959, 483
- [47] Bubáková R.: Czech. J. Phys. B, 12, 1968, 695
- [48] Szmid Z., Ler B., Deluga A., Bubáková R., Drahokoupil J., Fingerland A.: Electron Technology, 6, 1973, 31
- [49] Renninger M.: Z. Naturforsch., 16A, 1961, 1110
- [50] Renninger M.: Adv. X-ray Analysis, 10, 1967, 32
- [51] Kohra K.: Collected Lectures - International Summer School on X-ray Dynamical Theory and Topography, Lisnoges 1975, B-3
- [52] Bubáková R., Drahokoupil J., Fingerland A.: Czech. J. Phys. B, 11, 1961, 205
- [53] Bonse U.: Z. Phys., 153, 1958, 278
- [54] Bonse U.: "Direct Observations of Imperfections in Crystals", red. J.H. Wernick, Interscience New York 1961, 431
- [55] Bedyńska T.: Phys. Stat. Sol. (a), 18, 1973, 147
- [56] Bedyńska T., Bubáková R., Šourek Z.: Phys. Stat. Sol. (a), 36, 1976, 509
- [57] Gronkowski J.: Phys. Stat. Sol. (a), 57, 1980, 105
- [58] Gronkowski J.: Praca doktorska, Uniwersytet Warszawski 1979
- [59] Bubáková R., Šourek Z.: Phys. Stat. Sol. (a), 35, 1976, 55
- [60] Authier A.: Adv. X-ray Analysis, 10, 1967, 9
- [61] Chikawa J.I.: J. Appl. Phys., 36, 1965, 3469
- [62] Wilkens M., Meier F.: Z. Naturforsch., 18 a, 1963, 26
- [63] O'Hara S., Halliwell M.A.G., Childs J.B.: J. Appl. Cryst., 5, 1962, 401
- [64] Millat J.E., Bowen D.K.: J. Appl. Cryst., 8, 1967, 657
- [65] Takagi S.: J. Phys. Soc. Japan, 26, 1969, 1239
- [66] Taupin D.: Bull. Soc. Franc. Miner. Cryst., 87, 1964, 483
- [67] James R.W.: Solid State Physics, 15, 1963, 53
- [68] Authier A., Malgrange C., Tournarie M.: Acta Cryst. A, 24, 1968, 126
- [69] Bedyńska T.: Prace I.F. PAN, nr 73, 1978
- [70] Seeger A.: "Handbuch der Physik" red. S. Flügge, Springer V., Berlin 1955, 566
- [71] Liebfried G., Dietze H.D.: Z. Phys., 126, 1949, 790
- [72] Cherns D., Stowell M.J.: Thin Solid Films, 29, 1975, 127
- [73] Runyan W.R.: "Silicon Semiconductor Technology", Mc Graw-Hill, New York 1965, 122
- [74] Praca zbiorowa: "Procesy technologiczne w elektronice półprzewodnikowej", WNT, Warszawa 1973
- [75] Reinhart F.K., Logan R.A.: J. Appl. Phys., 44, 1973, 3171
- [76] Timoshenko S.: The Collected Papers, Mc Graw-Hill, New York 1955, 403
- [77] Hirth J.P., Lothe J.: "Theory of Dislocations", Mc Graw-Hill, New York 1966
- [78] Frank F.G., van der Merwe J.H.: Proc. Roy. Soc. A, 198, 1949, 205
- [79] van der Merwe J.H.: "Single Crystal Films", red. M.H. Francombe i H. Sato, Pergamon Press, Oxford 1964, 139
- [80] Jesser W.A., Kuhlmann-Wilsdorf D.: Phys. Stat. Sol., 19, 1967, 95
- [81] Matthews J.W., Mader S., Light T.: J. Appl. Phys., 41, 1970, 3800
- [82] Woltersdorf J.: Phys. Stat. Sol. (a), 34, 1976, 183
- [83] Borkowicz J., Korec J.: Materiały Elektroniczne, nr 1 (9), 1975, 40
- [84] Nossarzewska-Orłowska E., Luchowski A.: Materiały Elektroniczne, nr 4 (16), 1976, 54
- [85] Ballermann B.M., Hildebrandt G.: Acta Cryst. A, 24, 1968, 150
- [86] Bartels W.J., Bloch L., Bulle C.W.Th.: J. Cryst. Growth, 34, 1976, 181
- [87] Glass H.L.: Mat. Res. Bull., 7, 1972, 385



Streszczenia .....	3
Wstęp .....	4
Cel pracy .....	5
1. Charakterystyka metod eksperymentalnych .....	6
1.1. Zasady realizacji .....	6
1.2. Powstawanie kontrastu w zastosowanych metodach topograficznych ..	8
1.3. Głębokość penetracji .....	10
2. Obliczenia numeryczne krzywych odbicia i kontrastu na dyslokacjach niedopasowania .....	11
2.1. Dynamiczna teoria dyfrakcji promieni rentgenowskich w kryształach zdeformowanych .....	11
2.2. Obliczenia krzywych odbicia warstw epitaksjalnych .....	13
2.3. Obliczenia kontrastu na dyslokacjach niedopasowania .....	14
2.4. Postać funkcji $a_h$ dla warstwy epitaksjalnej i dyslokacji niedo- pasowania .....	16
2.5. Dobór wielkości kroku i liczby kroków .....	17
3. Analiza stanu odkształceń sieci w warstwach epitaksjalnych .....	18
3.1. Naprężenia i odkształcenia sieci w warstwach epitaksjalnych .....	19
3.2. Aspekt zastosowania pomiarów krzywych odbicia do wyznaczania współczynnika niedopasowania sieciowego warstwy i podłoża .....	21
4. Próbkki .....	23
4.1. Powstawanie dyslokacji niedopasowania .....	23
4.2. Przygotowanie próbek .....	24
5. Badania krzywych odbicia warstw epitaksjalnych .....	25
5.1. Uwagi dotyczące eksperymentu .....	25
5.2. Przykłady eksperymentalnych krzywych odbicia dla warstw epitak- sjalnych .....	27
5.3. Ocena zgodności krzywych teoretycznych i eksperymentalnych .....	32
5.4. Wpływ rozmycia złącza epitaksjalnego na profil krzywej odbicia .....	35
5.5. Ocena rzeczywistych odkształceń warstw epitaksjalnych .....	38
6. Odwzorowywanie dyslokacji niedopasowania metodami odbiciowymi rentgenowskiej topografii dyfrakcyjnej .....	40
6.1. Występowanie dyslokacji niedopasowania w badanych warstwach epitaksjalnych .....	40
6.2. Odwzorowywanie dyslokacji niedopasowania za pomocą metody Berga-Barretta .....	41
6.3. Odwzorowywanie dyslokacji niedopasowania i innych defektów strukturalnych warstw epitaksjalnych za pomocą metody spektro- metru dwukrystalicznego .....	43



6.4. Identyfikacja typu dyslokacji niedopasowania .....	45
7. Porównanie eksperymentalnych i teoretycznych kontrastów dyslokacji niedopasowania .....	46
Wnioski końcowe .....	52
Literatura .....	54











