

В. П. Кладько, Т. Г. Крыштаб, К. Я. Хромяк, А. В. Фомин

ВЛИЯНИЕ ДИНАМИЧЕСКИХ И СТАТИЧЕСКИХ ДЕФЕКТОВ НА ИНТЕГРАЛЬНУЮ ОТРАЖАТЕЛЬНУЮ СПОСОБНОСТЬ КРИСТАЛЛОВ ДЛЯ КВАЗИЗАПРЕЩЕННЫХ ОТРАЖЕНИЙ В ГЕОМЕТРИИ БРЭГГА

В последнее время в большом числе работ изучаются различные характеристики кристаллов с помощью квазизапрещенных отражений (КЗО) [1—3]. Например, изучено влияние нестехиометрии кристаллов GaAs на их характеристики [2], определены значения факторов Дебая—Валлера в InSb [1]. Однако влияние статических и динамических искажений на интегральную отражательную способность (ИОС) КЗО в реальных (с дефектами структуры) кристаллах до конца не изучено, а отдельные экспериментальные результаты трудно объяснить в рамках существующих представлений. Поэтому цель настоящей работы — изучение влияния дефектов различной природы на ИОС КЗО для ряда характеристических линий рентгеновского излучения в геометрии Брэгга и установление критерия перехода от динамического режима рассеяния к кинематическому.

В динамической теории ИОС брэгговских отражений имеет вид [4]

$$R_{ид} = \frac{8}{3} \frac{c |\chi_h|}{\sin 2\theta} P(s, q), \quad (1)$$

где $P(s, q)$ — функция, учитывающая поглощение рентгеновских лучей, $q = c |\chi_{ih}| / |\chi_{io}|$, $s = |\chi_{io}| / c |\chi_h|$, χ_h — модуль h -й компоненты Фурье поляризуемости, θ — угол Брэгга, c — фактор поляризации. При кинематическом режиме рассеяния

$$R_{ик} = \frac{(\pi c |\chi_h|)^2}{\lambda \sin 2\theta} \frac{1}{2\mu}, \quad (2)$$

где μ — нормальный коэффициент фотоэлектрического поглощения, λ — длина волны рентгеновского излучения.

Экспериментальные значения ИОС $R_{из}$ должны находиться в интервале $R_{ид} < R_{из} < R_{ик}$. В зависимости от величины этого интервала проявляется различная чувствительность ИОС к дефектам структуры, и в случае $R_{ид} = R_{ик}$ она оказывается нечувствительной к статическим дефектам.

Еще одним типом нарушений, влияющих на ИОС, являются динамические искажения решетки. Для структурных отражений типа $h+k+l=4n$ ($n=0, \pm 1, \pm 2, \dots$) температурный фактор Дебая—Валлера приводит к уменьшению ИОС. В случае бинарных кристаллов для КЗО типа $h+k+l=4n+2$ структурный фактор КЗО

$$F_h = 4(c_\alpha f_\alpha e^{-M_\alpha} - c_\beta f_\beta e^{-M_\beta}), \quad (3)$$

где $f_j = (f_0 + f' + if'')_j$ — функция атомного рассеяния с дисперсионными поправками, c_j — эффективная концентрация j -го компонента. Ввиду малости M экспоненциальную функцию можно представить как $\exp(-M) = 1 - M$. Тогда из (3) следует, что для этих отражений в зависимости от значений M_α/M_β и f_β/f_α может наблюдаться различный ход температурной зависимости ИОС, в частности, при $M_\alpha/M_\beta > f_\beta/f_\alpha$ ИОС увеличивается с температурой. Эти рассуждения и выводы относительно температурного хода ИОС КЗО относятся к совершенным кристаллам стехиометрического состава.

В кристаллах с отклонением от стехиометрии может наблюдаться существенное изменение F_h , что приведет к неоднозначному влиянию статических и динамических искажений на ИОС КЗО, как следует из вышесказанного.

Таким образом, на ИОС КЗО в бинарных соединениях могут оказывать влияние следующие типы искажений решетки: статические (I и II рода по Кривоглазу), динамические и отклонение от стехиометрии. Интересен факт изменения F_h , связанного с изменением параметра решетки при макроизгибе монокристалла, что может приводить как к увеличению, так и уменьшению ИОС по сравнению с ИОС идеального кристалла [5].

Исследовались монокристаллы GaAs и InSb с поверхностями, параллельными плоскости (100), содержащие дефекты структуры различной природы. Измерения проводились на двукристалльном спектрометре по схеме Брэгг—Брэгг с использованием $\text{CuK}\alpha_1$ -излучения. Измерялись интегральные интенсивности (ИИ) брэгговских отражений 200, 400, 600 в температурном интервале 297—485 К. Отсутствие термоградиентов в кристаллах контролировалось по методике [6], а влияние многоволновых пиков исключалось поворотом кристалла в азимутальном направлении. Отсутствие макроизгиба образцов контролировалось по угловому положению брэгговского максимума. С целью изучения влияния изменения F_h на характер рассеяния рассчитывалось отношение $R_{\text{ид}}/R_{\text{ик}}$ в широком интервале значений F_h для $\text{CuK}\alpha$ -, $\text{MoK}\alpha$ - и $\text{AgK}\alpha$ -излучений по формулам (1) и (2) на ЭВМ СМ 1420 в ОСРВ. В расчетах использовались дисперсионные поправки из [7] и температурные факторы из [6, 8].

Результаты эксперимента. ИИ, измеренные для отражений 200 и 400 в исходных образцах GaAs с плотностью дислокаций $N_d \approx 10^3 \text{ см}^{-2}$, соответствовали рассчитанным для совершенного кристалла стехиометрического состава. Для отражения 600 экспериментальные значения ИИ были несколько выше рассчитанных (табл. 1). Полуширины кривых дифракционного отражения (КДО) $\Delta\theta$ с учетом дисперсии схемы съемки для всех отражений несколько превышали их значения для динамически рассеивающего кристалла. Для изучения закономерностей рассеяния рентгеновских лучей (РЛ) в кинематическом режиме использовались кристаллы GaAs с поверхностью, нарушенной механической обработкой абразивом ЭБМ-10. Для отражения 400 наблюдалось существенное (в 2,5 раза по сравнению с полированными образцами) увеличение ИИ, а для отражений 200 и 600 при точности измерения 1% ИИ изменялась соответственно на 5 и 7%. Иным образом изменялась форма КДО. Для отражения 600 $\Delta\theta$ увеличилась незначительно, а для отражений 200 и 400 — существенно и ее значение соответствовало отражению 600 в кристаллах GaAs с $N_d \approx 10^3 \text{ см}^{-2}$. Для изучения влияния локальной знакопеременной дефор-

Таблица 1

Экспериментальные и рассчитанные значения ИОС КЗО в кристаллах GaAs

hkl	$R_{i\theta} \cdot 10^6$			$R_{i\theta}^{\text{теор}} \cdot 10^6$
	Исходный кристалл	Шлифованный абразивом ЭБМ-10	Механически поврежденный	
200	1,36	1,43	1,38	1,36
400	44,4	106	51,9	42,1
600	0,57	0,61	—	0,29

Таблица 2

Полуширины КДО для монокристаллов GaAs и InSb с различной обработкой

hkl	$\Delta\theta''$				
	Исходный кристалл	Шлифованный абразивом ЭБМ-10	$\rho_0=0$	$\rho_0=0,03$	$\rho_0=0,09$
	GaAs		InSb		
200	21	70	26	27	36
400	35	101	30	35	36
600	84	90	45	56	56

мации на ИИ один из образцов GaAs был механически поврежден системой царапин. При этом ИИ отражения 400, измеренная в области царапины, выросла, а отражения 200 осталась прежней (табл. 1). Таким образом, ИИ КЗО оказалась нечувствительной (при точности измерения 1 %) к знакопеременной локальной деформации. Аналогичные результаты получены и для кристаллов InSb.

Для бездислокационных образцов InSb анализ $\Delta\theta$ показывает, что для отражений 200 и 400 ее значения такие же, как и для кристаллов GaAs, а для отражения 600 намного меньше. Увеличение степени на-

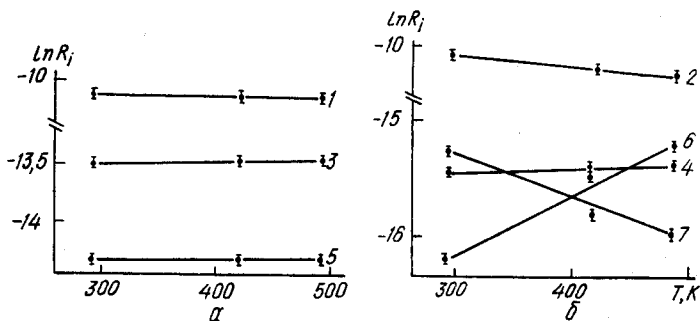


Рис. 1. Температурные зависимости $\ln R_i$ для отражений в кристаллах GaAs (а) и InSb (б): 1, 2 — 400; 3, 4 — 200; 5—7 — 600

рушенности приводит к переходу к кинематическому режиму ИИ сначала для отражения 600, а потом 200 (см. табл. 2).

Для определения влияния динамических искажений на ИИ КЗО была измерена их температурная зависимость в кристаллах GaAs и InSb. На рис. 1 приведены температурные зависимости ИОС отражений 200, 400 и 600. Видно, что ИИ отражения 400 уменьшается с ростом температуры для обоих соединений, что соответствует представлениям о ее поведении в рамках динамической модели рассеяния. ИИ отражений 200 и 600 в GaAs вообще не изменяется с температурой в исследуемом интервале. В монокристаллах InSb ИИ отражений 200 и 600 увеличивается с ростом температуры. При этом наклоны экспериментальных зависимостей $d \ln R_i / dT$ для рефлексов 200 и 600 различны. Линейный ход температурных зависимостей ИИ свидетельствует о постоянстве дебаевской температуры в исследуемом интервале 297—485 К. Таким образом, из анализа температурных зависимостей ИИ, а также $\Delta\theta$ следует, что в кристаллах GaAs отражения 200 и 600 не чувствительны к динамическим искажениям, т. е. любые вариации ИИ в отсутствие макроизгиба можно связать только с отклонением от стехиометрии при измерении ИИ с точностью 1 %.

Более интересной оказалась ситуация для кристаллов InSb, в которых для отражений 200 и 600 возможны различные температурные зависимости ИИ при отклонении их состава от стехиометрического. Наряду с увеличением ИИ (кривая 6 рис. 1, б) возможно также ее уменьшение (кривая 7 рис. 1, б) при условии $M_{In}/M_{Sb} < c_{Sb}f_{Sb}/c_{In}f_{In}$ и неизменность с температурой, аналогичная наблюдавшейся для кристаллов GaAs.

Обсуждение результатов. Как следует из наших расчетов для SuK_{α_1} -излучения, для кристаллов GaAs (отражение 200) $R_{ik}/R_{id} = 1,13$. Следовательно, при высокой точности измерения ИИ (порядка 0,1 %) влияние статических дефектов на измеряемую величину может быть более существенным, чем отклонение от стехиометрии, и дальнейшее повышение точности измерения не дает возможности исследовать влияние нестехиометричности на ИИ в случае динамического рассеяния для КЗО. Как следует из экспериментальных данных [2],

для отражения 200 реализуется именно динамический характер рассеяния, что вызывает необходимость сепарирования влияния дефектов различных типов для правильной оценки отклонения от стехиометрии.

Как показано выше, динамические искажения при небольшом влиянии на ИИ КЗО 200 и 600 не оказывают заметного влияния на характер рассеяния. Анализ $\Delta\theta$ показывает, что для отражений 200 в кристаллах GaAs ($N_d \approx 10^3 \text{ см}^{-2}$), 200 и 600 в кристаллах InSb (бездислокационных) рассеяние имеет динамический характер при отношении t_{abc}/Λ , равном соответственно 2,5; 0,35 и 0,2 (t_{abc} — глубина

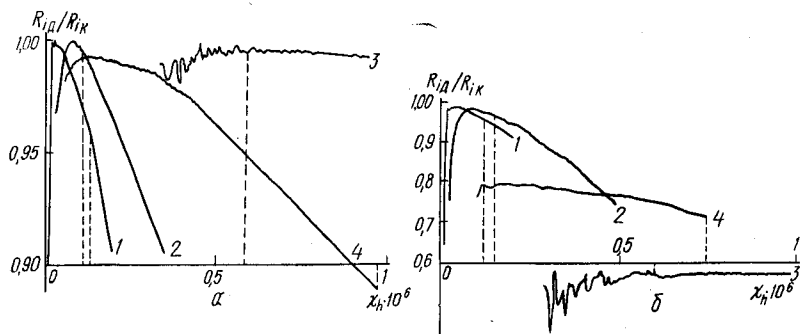


Рис. 2. Зависимости R_{id}/R_{ik} от χ_h для отражений 200 (а) и 600 (б) в монокристаллах GaAs (2, 4) и InSb (1, 3) в случае $\text{MoK}\alpha$ (1, 2) и $\text{CuK}\alpha$ -излучения (3, 4). Штриховые линии соответствуют рассчитанным значениям χ_h

проникновения РЛ, Λ — длина экстинкции). Для отражения 600 в кристаллах GaAs, несмотря на то, что $t_{abc}/\Lambda = 0,5$, рассеяние имеет кинематический характер. В этом случае $\Delta\theta$ соответствует отражению 600 в кристалле GaAs, шлифованном абразивом ЭБМ-10, т. е. случаю мозаичного кристалла. Следовательно, в кристаллах GaAs уже при $N_d \approx 10^3 \text{ см}^{-2}$ реализуется кинематический режим рассеяния. Это, по-видимому, связано с тем, что в дислокационных кристаллах переход от динамического к кинематическому режиму рассеяния связан с граничной плотностью дислокаций $N_{до} \sim \Lambda^{-2}$ аналогично случаю Лауэ [9]. С ростом порядка отражения Λ увеличивается и, следовательно, уменьшается $N_{до}$, приводящая к переходу к кинематическому режиму рассеяния, что и реализуется для отражения 600. Для отражения 200 этот переход наступает при больших $N_{до}$.

Аналогичная ситуация наблюдается для кристаллов InSb. В бездислокационном кристалле рассеяние происходит в динамическом режиме для отражений 200 и 600. При увеличении относительной объемной доли искажений кристалла ρ_0 происходит переход к кинематическому режиму рассеяния для отражения 600, а затем и 200 (табл. 1). Расчет ρ_0 проводился по приросту ИИ отражения 400, как и в [10].

Необходимо отдельно проанализировать влияние динамических дефектов на отражение 600 в InSb. Из экспериментальных результатов следует, что ИИ отражения 600 является более чувствительной к нестехиометрии образца и динамическим дефектам. Это приводит к различным наклонам температурных зависимостей ИИ для отражения 600 при неизменном наклоне аналогичных зависимостей для отражения 200. Влияние динамических дефектов на ИИ отражения 600 вызвано соизмеримостью среднеквадратичных отклонений атомов решетки с межплоскостным расстоянием. Поэтому дальнейшее повышение температуры бездислокационного кристалла InSb приведет к переходу к кинематическому режиму рассеяния.

Для объяснения поведения экспериментальных зависимостей ИИ рассчитывались отношения R_{id}/R_{ik} в широком интервале изменения χ_h . На рис. 2, а приведены зависимости R_{id}/R_{ik} от χ_h для отражения

200 в кристаллах GaAs и InSb при использовании $\text{CuK}\alpha$ - и $\text{MoK}\alpha$ -излучений. Видно (кривая 4), что для рассчитанного значения χ_h в случае кристаллов GaAs для $\text{CuK}\alpha$ -излучения $R_{\text{ид}}/R_{\text{ик}} \approx 0,87$, т. е. ИОС, вычисленные по двум моделям, различаются на 13%. Это свидетельствует о том, что для данного отражения должна наблюдаться чувствительность к дефектам структуры, особенно при точности измерения ИИ порядка 0,1%. Для $\text{MoK}\alpha$ -излучения ИОС, вычисленные по двум моделям, различаются всего на 1% (кривая 2 рис. 2, а), что создает более благоприятные условия для исключения влияния дефектов I и II рода на ИИ. Для кристаллов InSb, как следует из рис. 2, а (кривые 1 и 3), наиболее благоприятная ситуация для исключения влияния дефектов на ИИ складывается при использовании $\text{CuK}\alpha$ -излучения ($R_{\text{ид}}/R_{\text{ик}} \approx 0,99$). На рис. 2, б приведены зависимости $R_{\text{ид}}/R_{\text{ик}}$ от χ_h для отражения 600 в кристаллах GaAs и InSb. Из анализа этих зависимостей следует, что при использовании $\text{CuK}\alpha$ -излучения для обоих кристаллов $R_{\text{ид}}/R_{\text{ик}}$ (кривые 3, 4) намного меньше, чем в случае отражения 200. Это свидетельствует о более высокой чувствительности отражения 600 как к динамическим, так и статическим дефектам.

Выводы. При использовании $\text{CuK}\alpha$ -излучения в случае кристаллов GaAs существенное влияние на ИИ оказывают как статические искажения, так и нестехиометричность кристаллов, что вызывает необходимость сепарировать вклад каждого типа дефектов при исследовании нестехиометрии. В монокристаллах InSb влияние динамических искажений на ИИ отражений 600 зависит от степени нестехиометричности образцов. Рассеяние РЛ в бездислокационных кристаллах GaAs и InSb с использованием КЗО 200 и 600 происходит в динамическом режиме вплоть до $t_{\text{аос}}/\Lambda \approx 0,2$. Благодаря слабой чувствительности к статическим дефектам структуры наиболее благоприятная ситуация для исследования нестехиометричности кристаллов GaAs и InSb складывается при использовании $\text{MoK}\alpha$ -излучения.

1. Кютт Р. Н. // Кристаллография.— 1974.— 19, вып. 6.— С. 1133—1139.
2. Fujimoto I. // Defects and properties of semiconductors.— Tokyo: KTK Sci. Publ., 1987.— P. 71—86.
3. Datsenko L. I., Klad'ko V. P., Kryshchak T. G. // Proc. 8th Intern. summer school, Szczyrk, 1988.— Singapore: World Sci., 1988.— P. 59—67.
4. Пинскер Э. Г. Рентгеновская кристаллооптика.— М.: Наука, 1982.
5. Кладько В. П., Крышчак Т. Г. // УФЖ.— 1989.— 34, № 10.— С. 1574—1575.
6. Молодкин В. Б., Кладько В. П., Гуреев А. Н. и др. // Металлофизика.— 1984.— 6, № 5.— С. 103—106.
7. International tables for X-ray crystallography.— Birmingham: Kynoch press, 1974.— Vol. 4.
8. Pietsch U. // Phys. status solidi A.— 1985.— 87, N 1.— P. 151—155.
9. Молодкин В. Б., Даценко Л. И., Хрупа В. И. и др. // Металлофизика.— 1983.— 5, № 6.— С. 7—15.
10. Иванов А. Н., Поляков А. М., Скаков Ю. А. // Завод. лаб.— 1986.— 52, № 3.— С. 41—48.

Ин-т полупроводников АН УССР, Киев

Получено 24.05.89

РЕЗЮМЕ. Досліджено вплив статичних і динамічних дефектів в кристалах GaAs та InSb на розсіяння рентгенівських променів (РП) для квазізаборонених відбиттів (КЗВ) в геометрії Бреґґа. Показано вплив нестехіометричності кристалів InSb на характер температурної залежності інтегральної відбивної здатності. Встановлено критерій переходу від динамічного до кінематичного режиму розсіяння РП для КЗВ.

SUMMARY. The static and dynamic defects in GaAs and InSb crystals were studied for their effect on the diffraction of X-rays for the quasi-forbidden reflection (QFR) in the Bragg geometry. The influence of nonstoichiometry on the temperature dependence of integrated reflectivity of InSb crystals was shown. The criterion of transition from the dynamic condition to the kinematic one of X-ray scattering is established for QFR.