

# BADANIE ODKSZTAŁCEŃ SIECI KRystalicznej W IMPLANTOWANEJ WARSTWIE EPITAKSJALNEJ GaN OSADZONEJ METODĄ MOCVD NA PODŁOŻU SZAFIROWYM O ORIENTACJI [001]

Marek Wójcik<sup>1</sup>, Jarosław Gaca<sup>1</sup>, Edyta Wierzbicka<sup>1</sup>, Andrzej Tuross<sup>1</sup>,  
Włodzimierz Strupiński<sup>1</sup>, Piotr Caban<sup>1</sup>, N. Sathish<sup>1</sup>, K. Pągowska<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Instytut Technologii Materiałów Elektronicznych, ul. Wólczyńska 133, 01-919 Warszawa  
e-mail: marek.wojcik@itme.edu.pl

<sup>2</sup>Soltan Institute of Nuclear Studies, 05-400 Otwock/Świerk

W pracy zbadano warstwy epitaksjalne GaN o grubości 1000 nm implantowane jonami Ar<sup>++</sup> w zakresie dawek od  $7 \cdot 10^{13} \text{ cm}^{-2}$  do  $1 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ . Wyznaczono zakres proporcjonalności pomiędzy dawką a średnią zmianą odległości pomiędzy płaszczyznami równoległymi do powierzchni swobodnej implantowanego kryształu GaN. Wyznaczono korelację pomiędzy wielkością dawki jonów a rozkładem odkształceń sieci krystalicznej występujących w kierunku [001] w warstwie epitaksjalnej. Stwierdzono, że odkształcane są płaszczyzny sieciowe równoległe do interfejsu, a komórka elementarna warstwy implantowanej ulega tetragonalizacji.

**Słowa kluczowe:** HRXRD, implantacja jonowa, dyfrakcja

## Lattice strain study in implanted GaN epitaxial layer deposited by means of MOCVD technique on [001] oriented sapphire substrate

In the present work 1000 nm epitaxial GaN layer implanted with Ar<sup>++</sup> ions in the dose range from  $7 \cdot 10^{13} \text{ cm}^{-2}$  to  $1 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$  was investigated. The range of linearity between dose and the average change of interplanar spacing of planes parallel to the surface of the implanted GaN crystal was determined. It was found a correlation between the distribution of displaced atoms and lattice deformation occurring in the [001] direction in the epitaxial layer. It was also observed the tetragonalization of unit cell due to implantation.

**Key words:** HRXRD, ion implantation, diffraction

## 1. WSTĘP

W ostatnim czasie obserwuje się intensywne prace ukierunkowane na inżynierię przerwy energetycznej w półprzewodnikach z szeroką przerwą energetyczną takich jak: diament, węgiel krzemu, czy związki półprzewodnikowe A<sup>III</sup>N. Umożliwia to poszerzenie zakresu pracy urządzeń w kierunku wysokich prądów, częstotliwości czy temperatur pracy. Szczególnie interesujące są związki półprzewodniko-

we A<sup>III</sup>N, które ze względu na ciągłą rozpuszczalność Al. w AlGaN oraz ograniczoną rozpuszczalność In w InGaN umożliwiają utworzenie prostej przerwy energetycznej w zakresie od 2 eV co odpowiada światłu czerwonemu do 6 eV odpowiadającemu ultrafioletowi.

Na wielkość przerwy energetycznej mają też wpływ naprężenia. W tym przypadku naszą wiedzę poszerzają eksperymenty prowadzone za pomocą implantacji jonowej [1-3], która jest wygodnym narzędziem służącym do wprowadzania naprężeń, a także elektrycznie i optycznie czynnych domieszek do objętości kryształu.

Metoda ta pozwala na wprowadzenie ściśle kontrolowanej ilości zanieczyszczeń niezależnie od stopnia ich rozpuszczalności w matrycy. Implantacja jonowa odgrywa kluczową rolę przy konstrukcji wysokiej jakości urządzeń elektronicznych i fotonicznych, a głównym problemem, na który napotyka jest to, że przy stosowaniu dużych dawek [4 - 5] może wystąpić amorfizacja materiału.

Celem niniejszej pracy jest znalezienie korelacji pomiędzy wielkością dawki jonów Ar<sup>++</sup> a rozkładem odkształceń sieci krystalicznej występujących w kierunku 001 w warstwie epitaksjalnej GaN wytworzonej metodą MOCVD na podłożu szafirowym.

## 2. EKSPERYMENT

Warstwę epitaksjalną GaN o grubości 1μm, osadzono na Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> o orientacji [001] metodą MOCVD w urządzeniu do epitaksji związków III-N typu AIX 200/4 RF-S firmy AIXTRON, stosując przy tym, warstwę nukleacyjną AlN osadzoną bezpośrednio na podłożu szafirowym. W urządzeniu tym reaktor poziomy pozwala na załadowanie jednej dwucalowej płytki. Przepływ gazów przez reaktor ma charakter

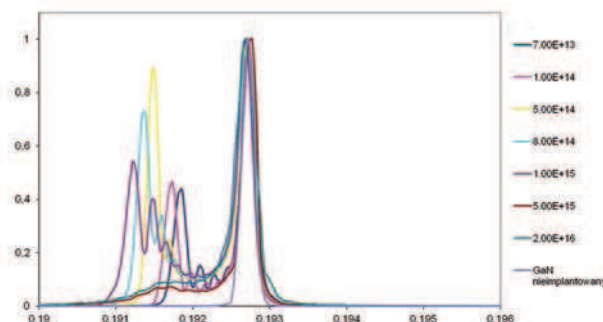
laminarny, co umożliwia dokładną kontrolę składu chemicznego odkładanej warstwy. Laminarny przepływ gazów roboczych pozwala także na wymianę atmosfery gazowej w sposób natychmiastowy i w związku z tym, na tworzenie bardzo ostrych przejść pomiędzy warstwami, a ich grubość pozwala kontrolować w zakresie pojedynczych płaszczyzn atomowych. Podłoże jest obracane za pomocą systemu *Gas Foil Rotation® Technique*, który gwarantuje brak zanieczyszczenia i wysoki stopień bezpieczeństwa wynikającego z braku przełożeń mechanicznych. Zastosowanie wirującego dysku stolika i laminarnego przepływu gazów roboczych prowadzi do otrzymywania powtarzalnych charakterystyk odkładania heterostruktur związków  $A^{III}N$  [5-8].

Procesy defektowania w wyniku bombardowania jonowego zależą, w znacznym stopniu, od masy i energii jonów padających. Wybór maksymalnej energii jonów ograniczony jest technicznymi możliwościami dostępnych implantatorów. Działające aktualnie w Polsce urządzenia posiadają napięcia przyspieszające nieprzekraczające 300 kV co przy dwukrotnie zjonizowanych jonach pozwala na uzyskanie energii rzędu 500 keV. Przy stałej energii padających jonów ich zasięg, a co za tym idzie głębokość modyfikowanej warstwy zależy od ich masy. I tak w przypadku GaN dla energii 320 keV dla jonów  $Ar^{++}$  wynosi on 250 nm a dla jonów  $Au^+$  tylko 50 nm. W tej sytuacji warstwę epitaksjalną GaN zaimplantowano wykorzystując jony  $Ar^{++}$  o energii 320 keV, przy czym dawki jonów były następujące:  $7 \cdot 10^{13} \text{ cm}^{-2}$ ,  $1 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-2}$ ,  $5 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-2}$ ,  $8 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-2}$ ,  $1 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ .

Pomiary rentgenowskich profili dyfrakcyjnych zostały wykonane na stanowisku pomiarowym BM 20 – ROBL w Ośrodku Europejskiego Synchrotronowego Centrum Badawczego – ESRF [9] przy użyciu promieniowania synchrotronowego o długości fali  $\lambda = 0.13993 \text{ nm}$ , a w warunkach laboratoryjnych w ITME, przy użyciu promieniowania miedziowego,  $\lambda = 0,154051 \text{ nm}$ .

Poniżej przedstawiono doświadczalne rentgenowskie profile dyfrakcyjne. Typowy profil składa się z dwu pików. Pík wysokokątowy występujący w okolicach kąta  $31,3^\circ 2\theta$  dla promieniowania synchrotronowego i kąta  $34,54^\circ 2\theta$  dla promieniowania miedzowego, pochodzi od nieuszkodzonej implantacyjnie warstwy GaN znajdującej się tuż nad warstwą nukleacyjną AlN jest to refleks (002). Pík niskokątowy pochodzi od warstwy zdefektowanej, w której średnie odległości międzypłaszczyznowe pomiędzy płaszczyznami równoległymi do powierzchni swobodnej są nieco większe od analogicznych odległości międzypłaszczyznowych w warstwie nie zdefektowa-

nej. Pomędzy obu pikami obserwuje się, szczególnie dla mniejszych dawek implantowanych jonów, szereg maksimów, które są wynikiem interferencji wiązek ugiętych przez zdefektowaną i nie zdefektowaną objętość warstwy GaN.



**Rys. 1.** Profile dyfrakcyjne otrzymane przy wykorzystaniu promieniowania synchrotronowego  $\lambda = 0.13993 \text{ nm}$  oraz promieniowania Cu  $\lambda = 0.15405 \text{ nm}$  dla refleksu (002) warstwy epitaksjalnej GaN implantowanej różnymi dawkami jonów  $Ar^{++}$ .

**Fig. 1.** X ray diffraction profiles obtained by means of the synchrotron radiation with  $\lambda = 0.13993 \text{ nm}$  and Cu radiation  $\lambda = 0.15405 \text{ nm}$  reflection (002) of GaN epitaxial layer implanted with different doses of  $Ar^{++}$  ions.

### 3. MODELOWANIE PROFILU ODKSZTAŁCEN ŚIECI KRYSZTAŁICZNEJ

Tworzenie modelu odkształceń sieci krystalicznej w warstwie implantowanej polegało na założeniu:

1. całkowitej liczby płaszczyzn atomowych (004) w objętości warstwy epitaksjalnej GaN - N,
2. liczby płaszczyzn atomowych (004) w objętości warstwy odkształconej przez uszkodzenia radiacyjne powstałe podczas implantacji jonów –  $n < N$ ,
3. wielkości odkształcenia odległości między dwiema kolejnymi płaszczyznami typu (004) w warstwie uszkodzonej  $\Delta d_j$   $0 < j < n$ ,
4. przyjęcia założeń wstępnych wynikających z pomiarów RBS i dotyczących grubości warstwy odkształconej, a także kształtu profilu odkształceń w tej warstwie,
5. obliczaniu, przy wykorzystaniu programu X-diffraction, profilu dyfrakcyjnego refleksu (002) dla warstwy GaN i porównywaniu tego profilu z profilem eksperymentalnym,
6. zmienianiu parametrów modelu kryształu ( $n$ ,  $\Delta d_j$   $0 < j < n$ ) aż do uzyskania najlepszego dopasowania pomiędzy profilem obliczanym i profilem teoretycznym.

Model odkształceń sieci krystalicznej zastosowany do obliczeń rentgenowskich profili dyfrakcyjnych wyjaśnia Rys. 2.



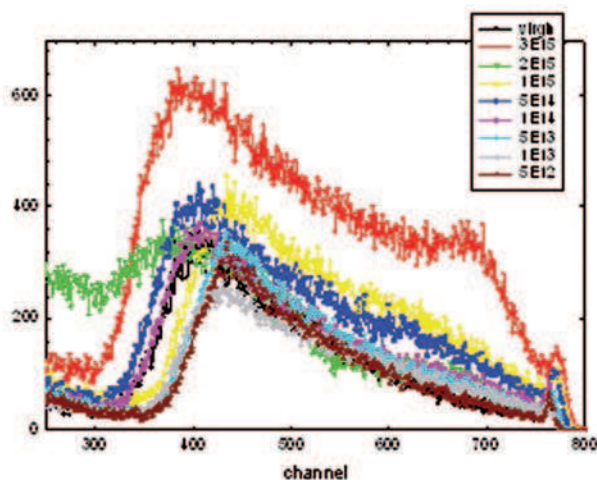
Rys. 2. Model odkształceń sieci krystalicznej powstałych na skutek implantacji jonowej przyjęty do symulacji rentgenowskich profili dyfrakcyjnych.

Fig. 2. Model of the lattice deformation due to ion implantation used to simulate X-ray diffraction profiles.

Sposób obliczania rentgenowskiego profilu dyfrakcyjnego i założenia teoretyczne leżące u podstawy programu X-diffraction zostały szczegółowo opisane w pracach [10-12].

#### 4. USTALENIE WARUNKÓW BRZEGOWYCH DO SYMULACJI RENTGENOWSKICH

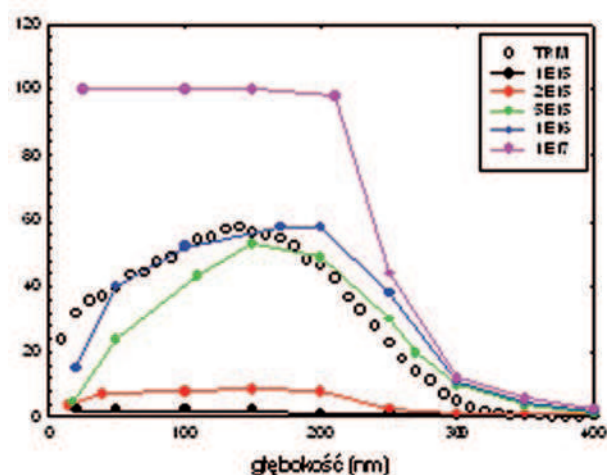
Na Rys. 3. przedstawiono widma energetyczne RBS/c otrzymane dla warstw epitaksjalnych GaN implantowanych różnymi dawkami jonów  $Ar^{++}$ .



Rys. 3. Widma energetyczne RBS/c otrzymane dla warstw epitaksjalnych GaN implantowanych niskimi dawkami jonów  $Ar^{++}$ .

Fig. 3. Energy spectra of RBS / c obtained for GaN epitaxial layers implanted with low doses of  $Ar^{++}$  ions.

Wyniki analizy widm kanałowania wykonanej przy pomocy programu symulacyjnego McChasy i prowadzące do wyznaczenia rozkładów głębokościowych defektów pokazano na Rys. 4. Program symulacyjny McChasy pozwala na analizę zarówno defektów powodujących blokowanie światła kanału (atomy przemieszczone, klastry defektowe), jak i defektów powodujących odkształcenia płaszczyzn atomowych takich jak dyslokacje, czy też pętle dyslokacyjne.

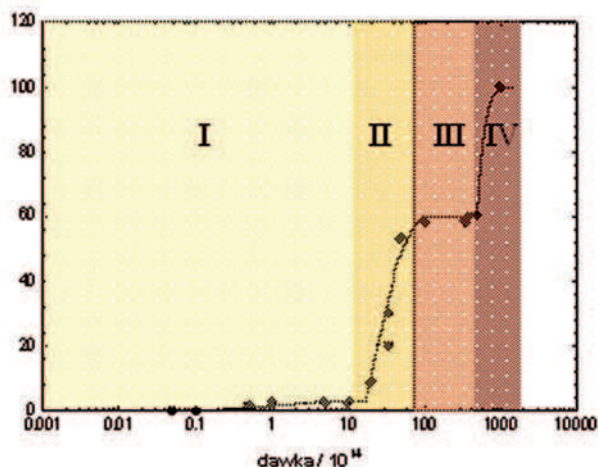


Rys. 4. Rozkłady głębokościowe defektów dla warstw epitaksjalnych GaN implantowanych różnymi dawkami jonów  $Ar^{++}$  otrzymane na drodze analizy widm kanałowania.

Fig. 4. Distributions of defects for GaN epitaxial layers implanted with different doses of  $Ar^{++}$  ions obtained from the analysis of channeling spectra.

Na Rys. 5 pokazano zależność koncentracji atomów przemieszczonych na skutek implantacji w funkcji dawki jonów  $Ar^{++}$ . Z otrzymanych danych wynika, że obserwuje się cztery różne zakresy zależności koncentracji przemieszczonych atomów od dawki. Pierwszy zakres dla dawki od  $0 \text{ cm}^{-2}$  do  $1 \times 10^5 \text{ cm}^{-2}$  jest prawie liniowy i w tym właśnie zakresie znajdowały się próbki, które następnie poddano badaniom odkształceń sieci krystalicznej za pomocą wysokorozdzielczej dyfraktometrii rentgenowskiej. Następnie, wraz ze zwiększaniem dawki jonów  $Ar^{++}$  widocznej jest, w zakresie dawek od  $2 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$  do  $1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$  znaczne zwiększenie szybkości przyrostu ilości przemieszczonych atomów wraz ze wzrostem dawki jonów, po czym obserwuje się niezbyt rozległe plateau w zakresie dawek od  $1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$  do  $1 \times 10^{17} \text{ cm}^{-2}$ , które oznacza, że w tym przedziale pomimo zwiększania dawki implantowanych jonów  $Ar^{++}$  nie wzrasta koncentracja przemieszczonych atomów. Następnie, dla dawek powyżej  $1 \times 10^{17} \text{ cm}^{-2}$  obserwuje się zakres najszybszego wzrostu liczby przemieszczonych atomów w funkcji dawki jonów i jak się wydaje zakres

ten może odpowiadać pełnej morfizacji warstwy implantowanej.



**Rys. 5.** Zależność maksimum koncentracji atomów przemieszczonych od dawki jonów  $\text{Ar}^{++}$ .

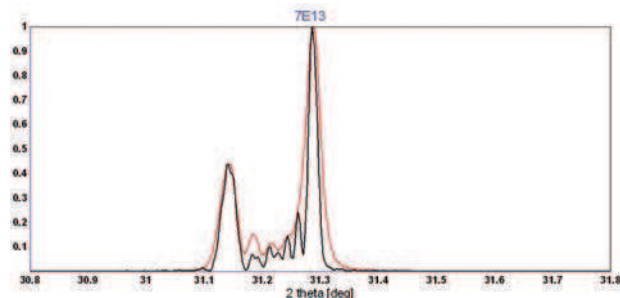
**Fig. 5.** The dependence of maximum of the concentration of displaced atoms versus a dose of  $\text{Ar}^{++}$  ions.

Wyniki otrzymane za pomocą metod jonowych bardzo mocno sugerują, że grubość warstwy zdefektowanej w badanych próbkach GaN/ $\text{AlN}/\text{Al}_2\text{O}_3$  nie przekracza 300 nm, ponadto rozkłady głębokościowe defektów dla warstw epitaksjalnych GaN implantowanych różnymi dawkami jonów  $\text{Ar}^{++}$  sugerują, że odkształcenia płaszczyzn równoległych do powierzchni warstwy implantowanej GaN powinny mieć kształt zbliżony do krzywej dzwonowej, której środek ciężkości powinien znajdować się w obszarze od 0 do 300 nm od powierzchni, a maksimum może monotonicznie zależeć od dawki jonów. Te dwie silne przesłanki posłużyły do wykonania symulacji rentgenowskiego profilu dyfrakcyjnego i określenia profilu zmian odległości płaszczyzn równoległych do powierzchni warstwy implantowanej.

## 5. WYNIKI SYMULACJI RENTGENOWSKICH

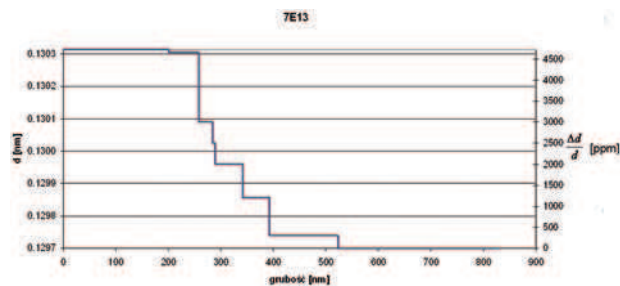
Na Rys. 6 przedstawione są wyniki symulacji rentgenowskiego profilu dyfrakcyjnego refleksu 200 dla warstwy epitaksjalnej GaN implantowanej dawką  $7 \times 10^{13} \text{ cm}^{-2}$ . Można więc ocenić bardzo dobrą zgodność pomiędzy profilem eksperymentalnym i profilem obliczonym na drodze symulacji. Zgodność ta dotyczy nie tylko położenia i wysokości obu obserwowanych pików dyfrakcyjnych ale także obszaru pomiędzy nimi gdzie obserwuje się maksimum boczne związane z efektami interferencyjnymi. Dla otrzymania tej zgodności opracowano model

odkształceń odległości międzyplaszczynowych. Wykres zależności odległości międzyplaszczynowych (002) uzyskany na podstawie tego modelu jest prezentowany na Rys. 7.



**Rys. 6.** Rentgenowskie profile dyfrakcyjne: doświadczalny (czerwony) i teoretyczny (czarny) dla warstwy GaN implantowanej dawką  $7 \times 10^{13} \text{ cm}^{-2}$ . Promieniowanie synchrotronowe  $\lambda = 0,13993 \text{ nm}$ .

**Fig. 6.** X-ray diffraction profiles: experimental (red) and theoretical (black) for the GaN layer with dose of  $7 \times 10^{13} \text{ cm}^{-2}$ . Synchrotron radiation with  $\lambda = 0,13993 \text{ nm}$ .

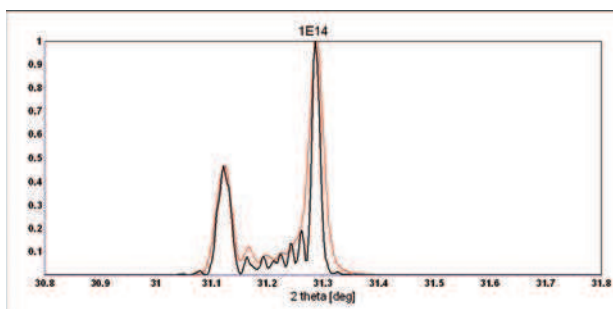


**Rys. 7.** Wykres zależności odległości pomiędzy płaszczyznami (002), a także niedopasowania sieciowego pomiędzy warstwą implantowaną a warstwą nieimplantowaną w funkcji odległości od powierzchni swobodnej, dla warstwy epitaksjalnej GaN implantowanej jonami  $\text{Ar}^{++}$ , dawka  $7 \times 10^{13} \text{ cm}^{-2}$ .

**Fig. 7.** The graph of the distance between the planes (002), and the lattice mismatch between the virgin and implanted layer, as a function of distance from the surface for GaN epitaxial layers implanted  $\text{Ar}^{++}$  ions dose of  $7 \times 10^{13} \text{ cm}^{-2}$ .

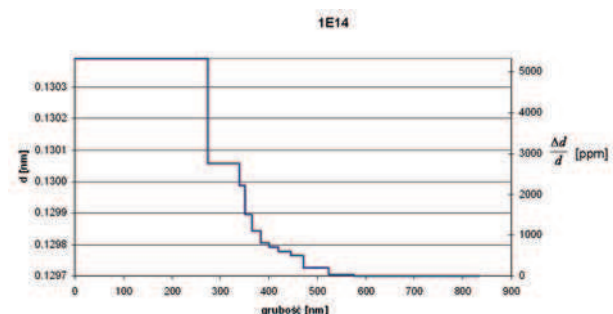
Na uwagę zasługuje fakt, że największe odkształcenie sieci krystalicznej obserwowane jest bezpośrednio przy powierzchni próbki implantowanej, a następnie dopiero w odległości 250 nm od powierzchni swobodnej zaczyna ono monotonicznie maleć tak, że dla głębokości 500 nm w zasadzie sieć krystaliczna implantowanej warstwy GaN nie jest już odkształcona.

Na Rys. 8 przedstawiono rentgenowskie profile dyfrakcyjne otrzymane na drodze eksperymentu i symulacji dla warstwy implantowanej dawką  $1 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$ .



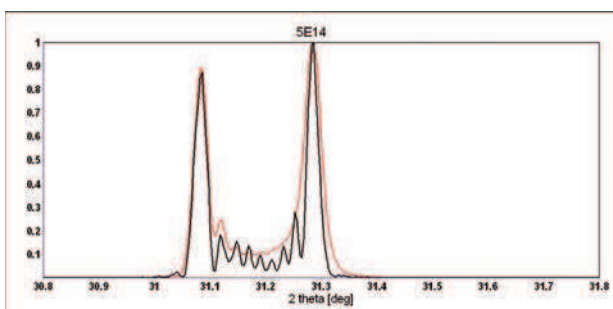
**Rys. 8.** Rentgenowskie profile dyfrakcyjne: doświadczalny (czerwony) i teoretyczny (czarny) dla warstwy GaN implantowanej dawką  $1 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$ . Promieniowanie synchrotronowe  $\lambda = 0.13993 \text{ nm}$ .

Fig. 8. X-ray diffraction profiles: experimental (red) and theoretical (black) for the GaN layer implanted with ion dose  $1 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$ . Synchrotron radiation with  $\lambda = 0.13993 \text{ nm}$ .



**Rys. 9.** Wykres zależności odległości pomiędzy płaszczyznami (002), a także niedopasowania sieciowego pomiędzy warstwą implantowaną i warstwą nieimplantowaną, w funkcji odległości od powierzchni swobodnej, dla warstwy epitaksjalnej GaN implantowanej jonami  $\text{Ar}^{++}$ , dawka  $1 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$ .

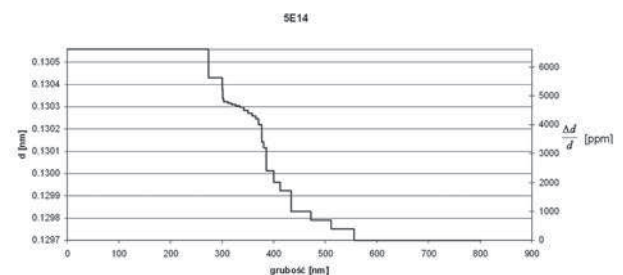
Fig. 9. The graph of the distance between the planes (002), and the lattice mismatch between the virgin and implanted layer, as a function of distance from the surface for GaN epitaxial layers implanted  $\text{Ar}^{++}$  ions dose of  $1 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$ .



**Rys. 10.** Rentgenowskie profile dyfrakcyjne: doświadczalny (czerwony) i teoretyczny (czarny) dla warstwy GaN implantowanej dawką  $5 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$ . Promieniowanie synchrotronowe  $\lambda = 0.13993 \text{ nm}$ .

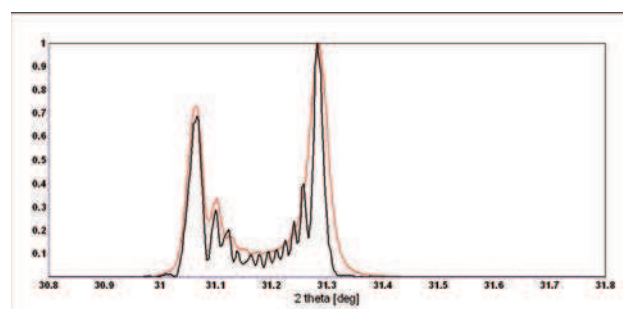
Fig. 10. X-ray diffraction profiles: experimental (red) and theoretical (black) for the GaN layer implanted with ion dose  $5 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$ . Synchrotron radiation with  $\lambda = 0.13993 \text{ nm}$ .

Kolejny rysunek przedstawia rentgenowskie profile dyfrakcyjne otrzymane na drodze eksperymentu i symulacji dla warstwy implantowanej dawką  $5 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$ , a model odkształceń sieci krystalicznej dla tego przypadku pokazany jest na Rys. 11.



**Rys. 11.** Wykres zależności odległości pomiędzy płaszczyznami (002) w funkcji ich odległości od powierzchni swobodnej dla próbki GaN implantowanej jonami  $\text{Ar}^{++}$   $5 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$ .

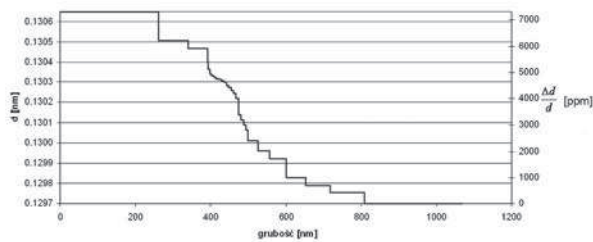
Fig. 11. The graph of the distance between the planes (002), and the lattice mismatch between the virgin and implanted layer, as a function of distance from the surface for GaN epitaxial layers implanted  $\text{Ar}^{++}$  ions dose of  $5 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$ .



**Rys. 12.** Rentgenowskie profile dyfrakcyjne: doświadczalny (czerwony) i teoretyczny (czarny) dla warstwy GaN implantowanej dawką  $8 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$ . Promieniowanie synchrotronowe  $\lambda = 0.13993 \text{ nm}$

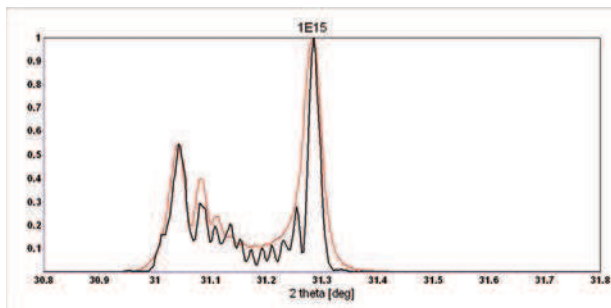
Fig. 12. X-ray diffraction profiles: experimental (red) and theoretical (black) for the GaN layer implanted with ion dose  $8 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$ . Synchrotron radiation with  $\lambda = 0.13993 \text{ nm}$ .

Na kolejnym rysunku przedstawiono rentgenowskie profile dyfrakcyjne otrzymane na drodze eksperymentu i symulacji dla warstwy implantowanej dawką  $8 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$ , a adekwatny model odkształceń sieci krystalicznej pokazany jest na Rys. 13.



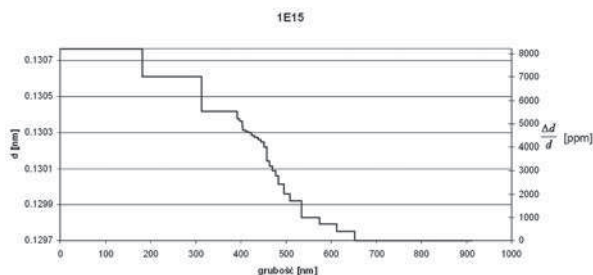
**Rys. 13.** Wykres zależności odległości pomiędzy płaszczynami (002) w funkcji ich odległości od powierzchni swobodnej dla próbki GaN implantowanej jonami  $Ar^{++}$   $8 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$ .

**Fig. 13.** The graph of the distance between the planes (002), and the lattice mismatch between the virgin and implanted layer, as a function of distance from the surface for GaN epitaxial layers implanted  $Ar^{++}$  ions dose of  $8 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$ .



**Rys. 14.** Rentgenowskie profile dyfrakcyjne: doświadczalny (czerwony) i teoretyczny (czarny) dla warstwy GaN implantowanej dawką  $1 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ . Promieniowanie synchrotronowe  $\lambda = 0.13993 \text{ nm}$ .

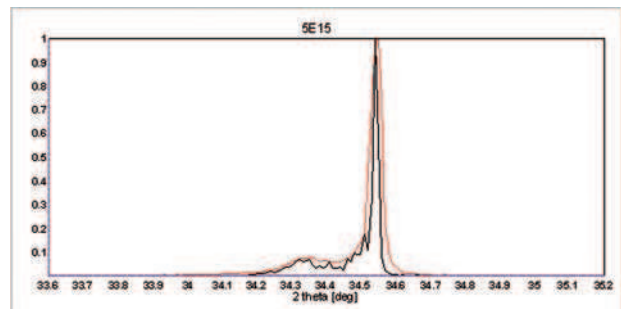
**Fig. 14.** X-ray diffraction profiles: experimental (red) and theoretical (black) for the GaN layer implanted with ion dose  $1 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ . Synchrotron radiation with  $\lambda = 0.13993 \text{ nm}$ .



**Rys. 15.** Wykres zależności odległości pomiędzy płaszczynami (002) w funkcji ich odległości od powierzchni swobodnej dla próbki GaN implantowanej jonami  $Ar^{++}$   $1 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ .

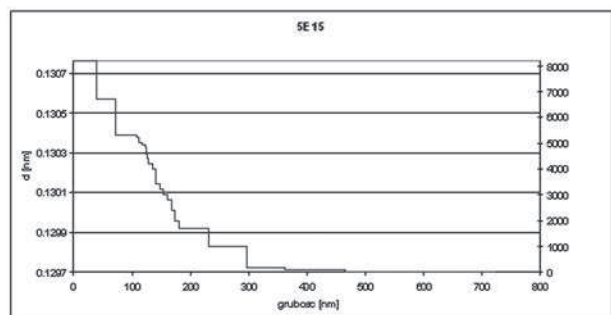
**Fig. 15.** The graph of the distance between the planes (002), and the lattice mismatch between the virgin and implanted layer, as a function of distance from the surface for GaN epitaxial layers implanted  $Ar^{++}$  ions dose of  $1 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ .

Wszystkie prezentowane powyżej profile dyfrakcyjne zmierzone zostały w ESRF Grenoble przy wykorzystaniu promieniowania synchrotronowego o długości fali promieniowania rentgenowskiego  $\lambda = 0.13993 \text{ nm}$ , natomiast dwa kolejne profile rentgenowskie zaprezentowane na rysunkach od 16 i 18 otrzymane zostały w Pracowni Rentgenografii ITME przy wykorzystaniu klasycznego źródła promieniowania rentgenowskiego, czyli lampy miedziowej dla której  $\lambda = 0.1504 \text{ nm}$ . Dotyczy to największych dawek jonów  $Ar^{++}$  czyli dawki  $5 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ , a także dawki  $2 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ .



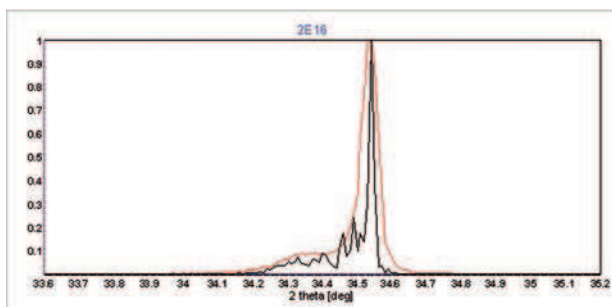
**Rys. 16.** Rentgenowskie profile dyfrakcyjne: doświadczalny (czerwony) i teoretyczny (czarny) dla warstwy GaN implantowanej dawką  $5 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ . Promieniowanie miedziowe  $\lambda = 0.1504 \text{ nm}$ .

**Fig. 16.** X-ray diffraction profiles: experimental (red) and theoretical (black) for the GaN layer implanted with ion dose  $5 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ .  $CuK_{\alpha 1}$  radiation with  $\lambda = 0.1504 \text{ nm}$ .



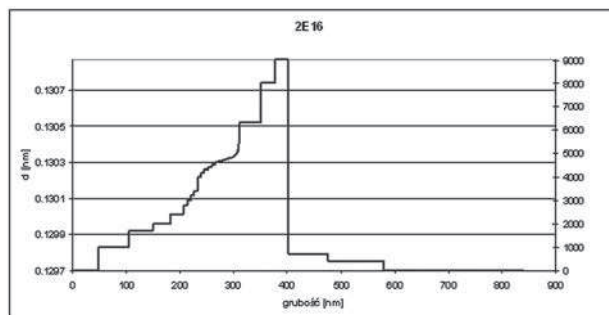
**Rys. 17.** Wykres zależności odległości pomiędzy płaszczynami (002) w funkcji ich odległości od powierzchni swobodnej dla próbki GaN implantowanej jonami  $Ar^{++}$   $5 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ .

**Fig. 17.** The graph of the distance between the planes (002), and the lattice mismatch between the virgin and implanted layer, as a function of distance from the surface for GaN epitaxial layers implanted  $Ar^{++}$  ions dose of  $5 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ .



**Rys. 18.** Rentgenowskie profile dyfrakcyjne: doświadczalny (czerwony) i teoretyczny (czarny) dla warstwy GaN implantowanej dawką  $2 \times 10^{16}/\text{cm}^2$ . Promieniowanie miedziowe  $\lambda = 0.1504 \text{ nm}$ .

**Fig. 18.** X-ray diffraction profiles: experimental (red) and theoretical (black) for the GaN layer implanted with ion dose  $2 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ . Synchrotron radiation with  $\lambda = 0.13993 \text{ nm}$ .

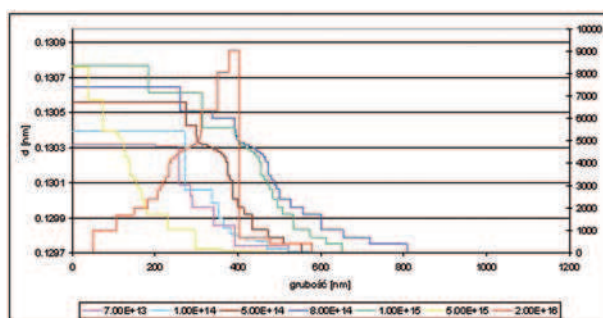


**Rys. 19.** Wykres zależności odległości pomiędzy płaszczyznami (002) w funkcji ich odległości od powierzchni swobodnej dla próbki GaN implantowanej jonami  $\text{Ar}^{++}$  dawką  $2 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ .

**Fig. 19.** The graph of the distance between the planes (002), and the lattice mismatch between the virgin and implanted layer, as a function of distance from the surface for GaN epitaxial layers implanted  $\text{Ar}^{++}$  ions dose of  $2 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ .

Dla dawki  $2 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$  po raz pierwszy pojawiła się konieczność wprowadzenia warstwy amorficznej w zakresie głębokości od 0 do 45 nm, co jest uwidocznione na Rys. 19. Położenie tej warstwy tuż przy powierzchni swobodnej implantowanej warstwy GaN jest najprawdopodobniej spowodowane dyfuzją defektów poimplantacyjnych w kierunku powierzchni kryształu, co powoduje że najbardziej zdefektowana część warstwy implantowanej znajduje się właśnie tuż przy powierzchni kryształu GaN.

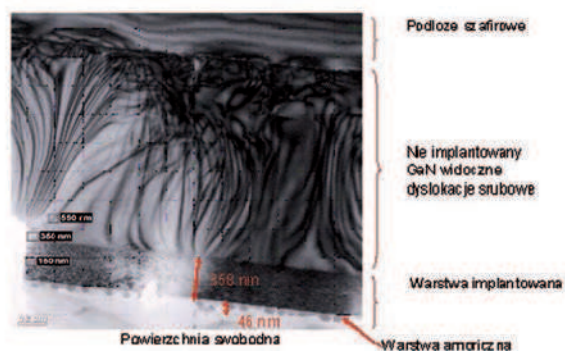
Na Rys. 20 przedstawiono zestawienie wykresów zależności odległości między płaszczyznami 004 równoległymi do powierzchni swobodnej warstwy implantowanej w funkcji odległości od powierzchni swobodnej dla wszystkich zastosowanych dawek jonów  $\text{Ar}^{++}$ .



**Rys. 20.** Zestawienie wykresów zależności odległości pomiędzy płaszczyznami (002) w funkcji ich odległości od powierzchni swobodnej dla próbek GaN implantowanych różnymi wartościami jonów  $\text{Ar}^{++}$ .

**Fig. 20.** List of graphs of the dependence of the distance between (002) planes as a function of their distance from the free surface of GaN crystals implanted with different  $\text{Ar}^{++}$  ions doses.

Analiza wykresów zależności odległości pomiędzy płaszczyznami 004 w funkcji ich odległości od powierzchni swobodnej dla implantowanych warstw epitaksjalnych GaN pokazuje, że wraz ze wzrostem odległości od powierzchni próbki, dla każdej stosowanej dawki jonów, obserwuje się zmianę odległości między płaszczyznami 004, przy czym im większa jest dawka implantowanych jonów, tym maksymalna zmiana odległości międzypłaszczyznowej jest większa. To zjawisko spowodowane jest pojawiającym się w objętości warstwy implantowanej silnymi naprężeniami, a także występowaniem defektów punktowych i liniowych, takich jak dyslokacje, oraz planarnych jak pętle dyslokacyjne czy błędy ułożenia. W odległości ok. 200 nm od powierzchni obserwuje się obszar o grubości od 100 nm do 600 nm, w zależności od dawki jonów, w którym odkształcenia odległości

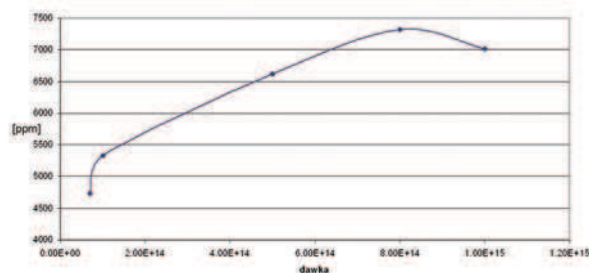


**Rys. 21.** Obraz otrzymany techniką transmisyjnej mikroskopii elektronowej (TEM), na dole rysunku zaznaczono warstwę amorficzną.

**Fig. 21.** TEM image at the bottom of picture there is an amorphous layer.

międzyplaszczynowych maleją monotonicznie po czym obserwuje się warstwę niezniszczonego azotku galu. Dla próbki GaN implantowanej jonami Ar o dawce  $2 \times 10^{16}/\text{cm}^2$  (Rys. 19) pojawia się obszar, który został wprowadzony do modelu kryształu na skutek analizy wyników otrzymanych techniką elektronowego mikroskopu transmisyjnego (TEM) Rys. 21. Jest to warstwa amorficzna. Należy zaznaczyć, że to duża dawka implantowanych jonów  $\text{Ar}^{++}$  powoduje powstanie tej warstwy, która jako bardzo nieuporządkowana nie poddaje się klasycznej analizie dyfrakcyjnej z zastosowaniem promieni rentgenowskich.

Na Rys. 22 pokazano średnie, w objętości warstwy odkształconej wartości niedopasowania sieciowego wyrażonego w ppm płaszczyzn (002) w warstwach GaN implantowanych jonami  $\text{Ar}^{++}$  w funkcji dawki jonów.



**Rys. 22.** Średnie niedopasowanie sieciowe w warstwach implantowanych GaN dla różnych dawek jonów  $\text{Ar}^{++}$ .

**Fig. 22.** Average mismatch of the implanted GaN layers for different doses of  $\text{Ar}^{++}$  ions.

Wykres zależności niedopasowania sieciowego warstw implantowanych w funkcji dawki posiada maksimum dla dawki  $\text{Ar}^{++} 8 \times 10^{14}/\text{cm}^2$ . Następnie dla wyższych dawek nie obserwuje się już wzrostu średniego, w objętości warstwy implantowanej, niedopasowania sieciowego warstwy odkształconej do warstwy nieimplantowanej, a raczej powstawanie warstwy amorficznej w pobliżu powierzchni kryształu GaN. Na Rys. 26 można wyróżnić zakres liniowej zależności pomiędzy dawką jonów  $\text{Ar}^{++}$  a średnim niedopasowaniem sieciowym między warstwą zdefektowaną w efekcie implantacji i warstwą nieimplantowaną GaN. Tę liniową zależność opisuje poniższe empiryczne wyrażenie:

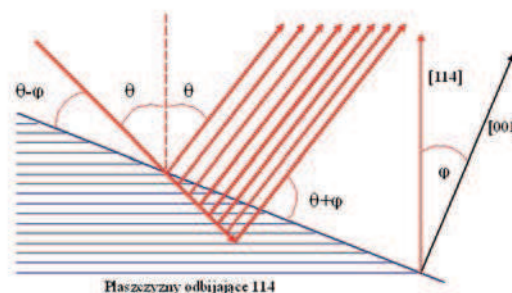
$$\frac{\Delta d}{d} = 1,64 \times 10^{-12} x + 2000 \quad \text{dla } 1 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2} < x < 1 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2} \quad (1)$$

gdzie  $\frac{\Delta d}{d}$  jest niedopasowaniem sieciowym pomiędzy warstwą zdefektowaną i niezdefektowaną i jest

wyrażone w ppm, a  $x$  jest dawką jonów wyrażoną w  $\text{cm}^{-2}$ ,

## 6. MODEL ODKSZTAŁCEN SIĘCI KRYSTALICZNEJ WARSTWY IMPLANTOWANEJ

Badania jednowymiarowych profili dyfrakcyjnych opisane w rozdziale poprzednim umożliwiają wyznaczenie deformacji odległości międzyplaszczynowych płaszczyzn równoległych do swobodnej powierzchni warstwy implantowanej GaN, czyli dla orientacji [001] zmian stałej  $c$ , dla oceny jak zmienia się stała sieciowa a niezbędne jest wykonanie mapowania przestrzeni odwrotnej z zastosowaniem refleksu asymetrycznego, którego położenie zależy zarówno od  $c$ , jak i od  $a$ . Do pomiarów wybrano refleks asymetryczny (114) i geometrię z małym kątem wejścia i dużym kątem wyjścia, ze względu na to, że jest ona właściwa do badania cienkich warstw. Geometria pomiaru przedstawiona jest schematycznie na Rys. 23.

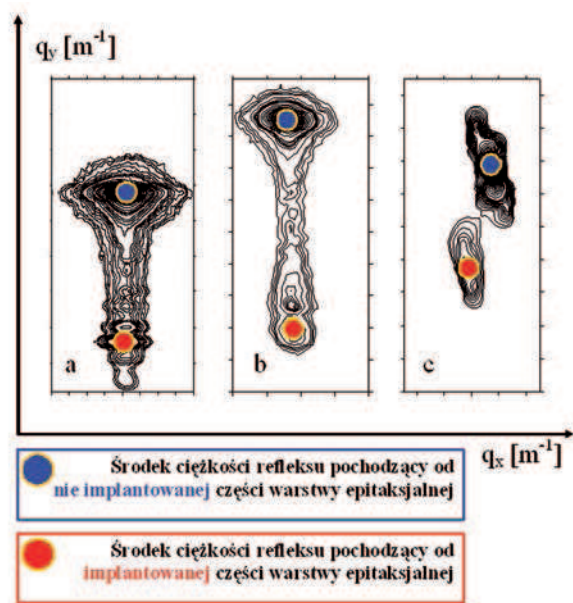


**Rys. 23.** Geometria dyfrakcji promieniowania rentgenowskiego w przypadku refleksu asymetrycznego i małego kąta wejścia.

**Fig. 23.** The geometry of the X-ray diffraction in the case of asymmetric reflection and a small angle of entry.

W omawianym przypadku kąt padania wiązki promieniowania rentgenowskiego  $\theta - \varphi = 10,81$  deg, kąt  $\varphi = 39,12$  deg, a kąt  $2\theta$  pomiędzy kierunkiem wiązki padającej i wiązki odbitej wynosi  $99,88$  deg. Przy wykorzystaniu geometrii dyfrakcji opisanej powyżej wykonano mapowanie przestrzeni odwrotnej implantowanej warstwy epitaksjalnej GaN w otoczeniu węzła sieci odwrotnej 114. Dawka implantacji została ustalona na  $1 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$  i w ten sposób jest to dawka z końca zakresu proporcjonalności zależności odkształcenie – dawka widocznego na Rys. 26. jako odcinek linii prostej o równaniu 1). Mapy przestrzeni odwrotnej pokazane są na Rys. 28 a,b,c.





**Rys. 24.** Mapy przestrzeni odwrotnej warstwy epitaksjalnej GaN implantowanej dawką  $1 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$  a) refleks (002), b)refleks (004), c) refleks (114). Promieniowanie miedziowe  $\lambda = 0.1504 \text{ nm}$

**Fig. 24.** Reciprocal space maps of GaN epitaxial layer implanted dose  $1 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$  a) reflection (002), b) reflection (004), c) reflection (114), Cu radiation  $\lambda = 0.1504 \text{ nm}$ .

Mapy przestrzeni odwrotnej są niezastąpionym narzędziem badawczym do określania realnej struktury badanych obiektów krystalicznych [13]. W omawianym przypadku posłużyły do wyznaczenia środków ciężkości zarówno pików pochodzących od części nieimplantowanej jak i części implantowanej warstwy epitaksjalnej GaN. Otrzymane wyniki zamieszczone są w tabeli 1. W przyszłości wykonane zostaną także symulacje dwuwymiarowych profili dyfrakcyjnych w celu zgromadzenia wielu dodatkowych informacji o realnej strukturze badanych systemów epitaksjalnych

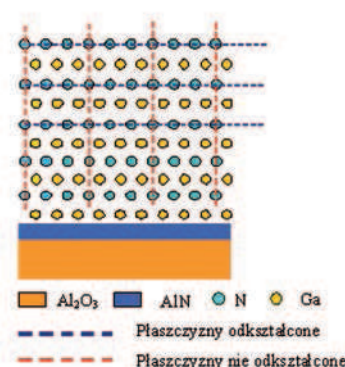
**Tabela 1.** Środki ciężkości pików dyfrakcyjnych pochodzących od nieimplantowanej i implantowanej części warstwy epitaksjalnej GaN, jony  $\text{Ar}^{++}$ , dawka  $1 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$

**Table 1.** The centers of gravity of diffraction peaks from virgin parts and implanted parts of GaN epitaxial layer,  $\text{Ar}^{++}$  ions, a dose of  $1 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$

Re-fleks	Część nie implantowana		Część implantowana	
	$2\theta$ [deg]	$\omega$ [deg]	$2\theta$ [deg]	$\omega$ [deg]
002	34,5385	0,0002	34,3302	0,0002
004	73,5585	-0,0413	72,9374	0,0153
114	99,8500	0.1815	99,3066	0,0121

Na podstawie otrzymanych wyników obliczono średnie w objętości warstwy zdefektowanej stałe sie-

ciowe. Stała sieciowa  $a$  (leżąca w płaszczyźnie interfejsu warstwa implantowana/ warstwa nieimplantowana) wynosi  $0,319 \text{ nm}$ , a stała sieci  $c$  (prostopadła do tego interfejsu) wynosi  $50,5223 \text{ nm}$  Porównanie tych stałych z analogicznymi dla monokryształu GaN:  $a = 0,319 \text{ nm}$  oraz  $c = 05189 \text{ nm}$  prowadzi do bardzo istotnego wniosku, a mianowicie, że w obszarze proporcjonalności pomiędzy dawką jonów i odkształceniem odległości międzypłaszczyznowych płaszczyzn równoległych do powierzchni warstwy implantowanej czyli od  $1 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$  do  $1 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$  obserwuje się zachowanie ciągłości płaszczyzn atomowych, które są prostopadłe do interfejsu pomiędzy zdefektowaną i niezdefektowaną częścią warstwy epitaksjalnej GaN Rys. 25.



**Rys. 25.** Model odkształceń sieci krystalicznej warstwy implantowanej GaN, zaznaczone płaszczyzny atomowe, które ulegają deformacji i te które pozostają nieodkształcone w tej samej objętości kryształu.

**Fig. 25.** The model of the lattice strain in the implanted GaN layer, the deformed and non deformed atomic planes, remains at the same time in the same volume of the crystal.

Otrzymany wynik sugeruje, że podczas implantacji w zakresie względnie małych dawek jonów czyli od  $1 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$  do  $1 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$  obserwuje się nie tylko liniową zależność pomiędzy dawką jonów i odkształceniem płaszczyzn równoległych do powierzchni warstwy GaN ale także w tym zakresie dawek płaszczyzny prostopadłe do powierzchni swobodnej warstwy GaN pozostają niezmienione. Odkształcenie ogranicza się jedynie do tetragonalizacji komórki elementarnej warstwy implantowanej.

## 7. WNIOSKI KOŃCOWE

W niniejszej pracy wyznaczono zakres proporcjonalności pomiędzy dawką implantowanych jonów  $\text{Ar}^{++}$  a średnią, w objętości warstwy, zmianą odległości pomiędzy płaszczyznami równoległymi do

powierzchni swobodnej implantowanego kryształu GaN otrzymanego za pomocą metody epitaksji z fazy gazowej w ITME. Zakres ten zawiera się pomiędzy dawką  $1 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$  a dawką  $1 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ .

Dla zastosowanych dawek określono, na podstawie przeprowadzonych symulacji komputerowych, rozkłady odległości tych płaszczyzn w funkcji głębokości w głąb warstwy implantowanej i skorelowano je z badaniami przeprowadzonymi metodami jonowymi.

Stwierdzono, że wyniki modelowania odkształceń sieci krystalicznej w warstwie implantowanej pozwalają stwierdzić, że odkształceniom poddają się jedynie płaszczyzny równoległe do interfejsu część warstwy implantowanej/część warstwy nieimplantowanej, a płaszczyzny atomowe, które są do tego interfejsu prostopadłe pozostają nie odkształcone

## LITERATURA

- [1] Dygo A., Turos A.: Surface studies of  $A^{III}B^V$  compound semiconductors by ion channeling *Phys. Rev. B* 40 (1989) 7704-7713
- [2] Nowicki L., Turos A., Ratajczak R., Stonert A., Garrido F.: Modern analysis of ion channeling data by Monte Carlo simulations, *Nucl. Instr. Meth. B* 240 (2005) 277
- [3] Turos A., Nowicki L., Stonert A., Pagowska K., Jagielski J., Muecklich A.: *Nucl. Instr. Meth. B* 268 (2010) 1718
- [4] Tan H. H., Williams J. S., Zou J., Cockayne D. J. H., Pearton S. J., Stall R.A.: *Appl. Phys. Lett.* 69 (1996) 2364
- [5] Parikh N., Suvkhanov A., Lioubtchenko M., Carlson E. P., Bremser M. D., Bray D., Hunn J., Davis R.F.: *Nucl. Instr. Meth. B* 127-128 (1997) 463
- [6] Strupiński W. et al.: Heterointerfaces in quantum wells and epitaxial growth processes, *J. Appl. Lett.* 59, 24, (1991), 3151-3153
- [7] P. Caban, K. Kościewicz, W. Strupiński, M. Wojcik, J. Gaca, J. Szmidt, M. Ozturk, E. Ozbay: The influence of substrate surface preparation on LP MOVPE GaN epitaxy on differently oriented 4H-SiC substrates, *J. Crystal Growth*, 310 (2008) 4876-4897
- [8] M. Herman, D. Binberg, J. Christen: Heterointerfaces in quantum wells and epitaxial growth processes: Evaluation by luminescence techniques, *J. Appl. Lett.*, 70, 2 (1991)
- [9] M. Wójcik, J. Gaca, P. Caban, W. Strupiński, J. Borysiuk, A.P. Pathak, N. Sathish: Wyznaczenie profile składu chemicznego heterostruktur związków  $A^{III}N$  zawierających ultracienkie warstwy, *Mater. Elektron.*, 4, 36, (2008)
- [10] J. Gaca, M. Wójcik, A. Turos, W. Strupiński, A. Jasik, J. Zynek, K. Kosiel, F. Eichhorn, F. Prokert: *Mater. Elektron.* 33, 1-4, (2005) 5-42
- [11] J. Gaca, M. Wójcik: *Appl. Phys. Lett.*, 65, 8 (1994) 977-979
- [12] M. Wójcik, J. Gaca, A. Turos, W. Strupiński, P. Caban, J. Borysiuk, A. Pathak, N. Sathish: *Mater. Elektron.*, 36, 4, (2008) 61-84
- [13] U. Pietach, V Holy, T. Baumach: High resolution X-ray scattering, Springer (2004)

# PROCEDURY WYZNACZANIA PARAMETRÓW ANIZOTROPOWEGO CZYNNIKA $g$ DLA CENTRÓW PARAMAGNETYCZNYCH O SPINIE $S = \frac{1}{2}$ ZLOKALIZOWANYCH W SIECI KRYSZTALICZNEJ

**Mariusz Pawłowski**

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

Elektronowy Rezonans Paramagnetyczny (EPR) jest użyteczną techniką badawczą służącą do określania natury i orientacji centrów magnetycznych (tj. obdarzonych spinem), które tworzą defekty punktowe w objętości badanego kryształu. Możliwość zebrania informacji o orientacji przestrzennej defektu stanowi o unikatowości spektroskopii EPR jako metody badawczej. Jednak aby z zarejestrowanego sygnału EPR wyciągnąć użyteczne informacje konieczna jest odpowiednia analiza zebranych danych. W niniejszej pracy przedstawione

zostaną dwa sposoby podejścia do tego problemu.

**Słowa kluczowe:** EPR, anizotropia, czynnik  $g$

**The procedure of determining the parameters of the anisotropic  $g$  factor for paramagnetic centers with spin  $S = \frac{1}{2}$  in crystals localized in crystal lattice**