



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2010116616/28, 28.04.2010

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
28.04.2010

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 28.04.2010

(45) Опубликовано: 10.12.2011 Бюл. № 34

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: Боуэн Д.К., Таннер Б.К.

**Высокоразрешающая рентгеновская
дифрактометрия и топография. - СПб.:
Наука, 2002, с.72-77. RU 2256256 C1,
10.07.2005. SU 1035489 A1, 15.08.1983. SU
1389435 A1, 30.04.1990. JP 2000088775 A,
31.03.2000. JP 2000258364 A, 22.09.2000.**

Адрес для переписки:

**105187, Москва, Окружной пр-д, 27, ФГУП
"НПП "Пульсар", нач. ПИЛ Е.П. Цыбиной**

(72) Автор(ы):

**Енишерлова-Вельяшева Кира Львовна (RU),
Лютцау Александр Всеволодович (RU),
Темпер Элла Моисеевна (RU),
Колковский Юрий Владимирович (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

**Федеральное государственное унитарное
предприятие "Научно-производственное
предприятие "Пульсар" (RU)**

**(54) СПОСОБ КОНТРОЛЯ ДЕФЕКТНОСТИ И УПРУГОЙ ДЕФОРМАЦИИ В СЛОЯХ
ПОЛУПРОВОДНИКОВЫХ ГЕТЕРОСТРУКТУР**

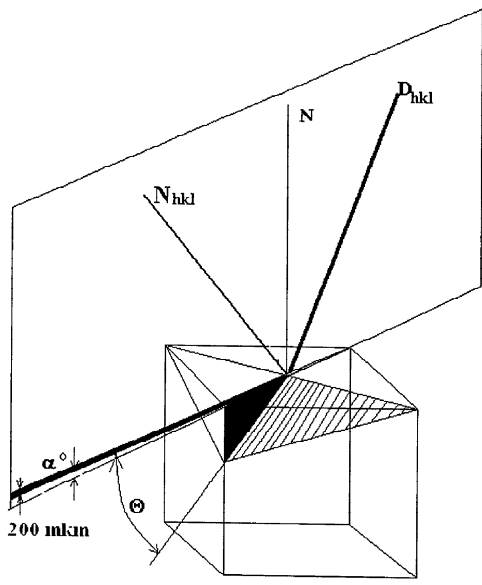
(57) Реферат:

Использование: для контроля дефектности
и упругой деформации в слоях
полупроводниковых гетероструктур.

Сущность: заключается в том, что с помощью
рентгеновской дифрактометрии при
использовании скользящего первичного
рентгеновского пучка получают
асимметричное отражение от
кристаллографических плоскостей, которые
составляют наибольший угол с поверхностью
интерфейса подложка-эпитаксиальный слой, и
определяют деформации в эпитаксиальных
слоях по изменению расстояния между
интерференционными максимумами от
эпитаксиального слоя и подложки, при этом
используют однокристалльную рентгеновскую
дифрактометрию с квазипараллельным
рентгеновским пучком с суммарной
расходимостью и сходимостью пучка 12'-24',
получают максимальное отражение путем

азимутального поворота гетероструктуры
вокруг нормали к ее поверхности, причем угол
падения рентгеновского пучка к поверхности
находится в диапазоне 2,5-9°, затем производят
корректировку брэгговского угла путем
изменения угла падения первичного
рентгеновского пучка на
кристаллографическую плоскость,
совпадающую с поверхностью
гетероструктуры, до получения максимального
отражения, и используя систему
кристаллографических плоскостей, по
которым происходил рост эпитаксиальных
слоев, получают одновременное отражение от
аналогичных систем кристаллографических
плоскостей растущих эпитаксиальных слоев и
подложки, в том числе фиксируя наличие
переходного слоя между ними. Технический
результат: расширение комплекса решаемых
задач при исследовании гетероструктур. 2 з.п.
ф-лы, 3 ил., 2 табл.

RU 2436076 C1



Фиг.1

RU 2436076 C1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21)(22) Application: 2010116616/28, 28.04.2010

(24) Effective date for property rights:
28.04.2010

Priority:

(22) Date of filing: 28.04.2010

(45) Date of publication: 10.12.2011 Bull. 34

Mail address:

105187, Moskva, Okruzhnoj pr-d, 27, FGUP "NPP
"Pul'sar", nach. PIL E.P. Tsybinoj

(72) Inventor(s):

**Enisherlova-Vel'jasheva Kira L'vovna (RU),
Ljutsau Aleksandr Vsevolodovich (RU),
Temper Ehlla Moiseevna (RU),
Kolkovskij Jurij Vladimirovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federal'noe gosudarstvennoe unitarnoe
predpriyatie "Nauchno-proizvodstvennoe
predpriyatie "Pul'sar" (RU)****(54) METHOD FOR CONTROL OF DEFECTIVENESS AND RESILIENT DEFORMATION IN SEMICONDUCTOR HETEROSTRUCTURES LAYERS**

(57) Abstract:

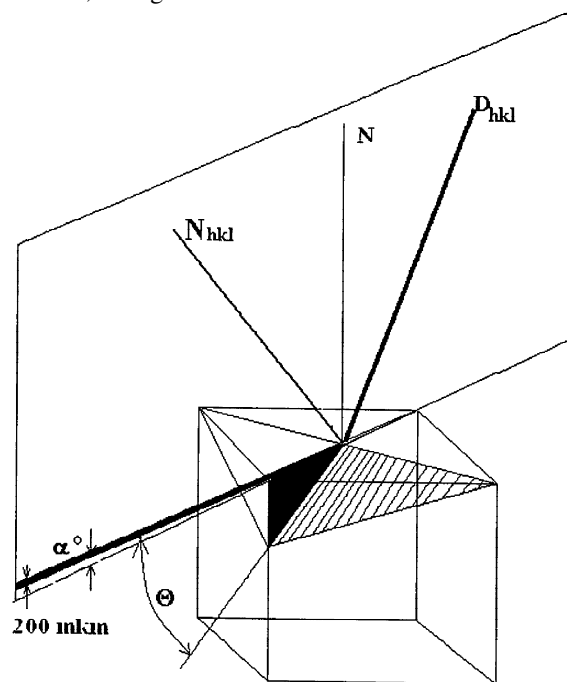
FIELD: physics.

SUBSTANCE: with the help of c X-ray diffractometry using a grazing primary X-ray flux one obtains an asymmetric reflection from crystallographic planes forming the largest angle with the substrate - epitaxial layer interface surface and determines deformation in epitaxial layers by change of the distance between the diffraction maximums from the epitaxial layer and the substrate; one applies single-chip X-ray diffractometry with a quasiparallel X-ray flux with the flux total divergence and convergence = 12'-24'; the maximum reflection is obtained by way of the heterostructure azimuth turn round a normal to the heterostructure surface; the angle of the X-ray flux drop onto the surface is within the range of 2.5-9°; then one proceeds with the Bragg angle correction by way of changing the angle of the primary X-ray flux drop onto the crystallographic plane coinciding with the heterostructure surface until obtainment of the maximum reflection; using the system of crystallographic planes of epitaxial layers growth one obtains a simultaneous reflection from similar systems of crystallographic planes of growing epitaxial layers and the substrate, among other

things, recording existence of an intermediate layer between them.

EFFECT: extension of the array of tasks solved during heterostructures study.

3 cl, 3 dwg



Фиг. 1

Предлагаемое изобретение относится к полупроводниковой микроэлектронике, нанотехнологиям и может быть использовано для контроля при изготовлении класса гетроструктур, включая современные перспективные структуры на широкозонных материалах AlGaN/GaN и КНИ-структуры с наномикронными слоями, а также при формировании на них активных и пассивных элементов интегральных схем и дискретных приборов.

Для исследования монокристаллических гетерокомпозиций AlGaN/GaN с наноразмерными слоями известен двух- и трехкристальный метод рентгеновской дифрактометрии. Практически рентгеновская дифрактометрия основана на сравнении анализируемого монокристаллического образца с идеальным монокристаллом. Способ реализуется таким образом, что один из кристаллов (чаще идеальный монокристалл, кристалл - монохроматор, изготовленный из кристалла высокой степени совершенства) остается неподвижным, а другой вращается вокруг оси, лежащей в анализируемой кристаллографической плоскости и в перпендикулярной Брегговской плоскости. При этом фиксируется интенсивность отраженного излучения в зависимости от угла поворота вращающегося кристалла. Исследуемый кристалл должен быть выставлен в положение Лауэвской или Брэгговской дифракции. При малых поворотах анализируемого монокристалла получают так называемые кривые качания (интерференционные максимумы отражения). При разориентировке двух кристаллов наблюдается уширение кривой качания, а когда в исследуемом кристалле имеются некие дефектные участки, кривые качания получают в виде нескольких максимумов. По угловому расстоянию между пиками можно определить относительное изменение параметров кристаллической решетки исследуемого монокристаллического образца

Для исследования указанных гетроструктур с наноразмерными слоями в способе-аналоге в качестве монохроматора использовался монокристалл германия в отражающем положении (004) (Р.М.Имамов, И.А.Субботин, Г.Б.Галлиев. «Двухкристальная рентгеновская дифрактометрия и исследования взаимосвязи совершенства кристаллической структуры наноразмерных слоев и электрофизических свойств в псевдобинарных гетерокомпозициях $Al_xGa_{(1-x)}As/In_yGa_{(1-y)}As$ » Кристаллография, 2008, том 53, №2, с.210-213). В качестве источника рентгеновского излучения использовалась рентгеновская трубка с медным анодом мощностью 1,2 кВт. Кривые качания от гетроструктур снимались $\Theta/2\Theta$ -сканированием в пошаговом режиме с заданной статистикой сигнала в каждой точке измерения. Погрешность измерения интенсивности от угловой зависимости дифрагированных рентгеновских лучей была не хуже 7%. Для подавления диффузного фона в данном двухкристальном варианте использовалась система специальных щелей. В частности, благодаря использованию узкой приемной щели осуществлялось основное разделение когерентной и диффузной составляющей полного рассеяния, что позволило расширить динамический диапазон измеряемой интенсивности дифракционного рассеяния, что, в свою очередь, позволило анализировать гетроструктуры со столь тонкими слоями, не используя скользящего рентгеновского пучка.

К недостаткам метода аналога относятся:

- крайняя трудоемкость способа (на выставление двух кристаллов относительно друг друга и снятие 1-й кривой качания может потребоваться 5-6 часов времени);
- информация получается от одной системы кристаллографических плоскостей, что исключает возможность получения информации о деформации всей кристаллической решетки отдельных слоев в полном объеме. В данном случае используется отражение

только от одной системы Брэгговских плоскостей - (400), параллельных поверхности гетероструктуры, а для оценки упругой деформации решетки в растущих эпитаксиальных слоях гетероструктур требуется получение информации в основном об изменении параметра решетки в азимутальном направлении, таким образом, упругую деформацию в эпитаксиальных слоях гетероструктур практически нельзя оценить;

- требует использование сложного мощного рентгеновского оборудования

В качестве прототипа выбран способ рентгеновской дифрактометрии с использованием первичного скользящего рентгеновского пучка, который рекомендуется для оценки кристаллографического несоответствия эпитаксиальных слоев и монокристаллической подложки (Д.К.Боуэн, Б.К.Таннер. «Высокоразрешающая рентгеновская дифрактометрия и топография», СПб, «Наука», 2002, с. 72-77) с получением асимметричного отражения от кристаллографических плоскостей, которые составляют наибольший угол с поверхностью интерфейса подложка - эпитаксиальный слой и определяют деформацию в эпитаксиальных слоях по изменению расстояния между интерференционными максимумами от эпитаксиального слоя и подложки. Измерение проводится в геометрии скользящего падения или скользящего отражения, т.е. разделение пиков максимального отражения от подложки и слоя проводят путем поворота подложки на 180° вокруг нормали к поверхности подложки с получением двух пиков в двух геометриях:

Для скользящего падения:

$$\Delta\theta_{\text{пад}} = \delta\theta + \delta\varphi \quad (1)$$

Для скользящего отражения:

$$\Delta\theta_{\text{отр}} = \delta\theta - \delta\varphi \quad (2)$$

где θ - угол Брэгга, φ - угол между отражающей плоскостью и поверхностью образца.

Такое измерение позволяет отдельно определить $\delta\theta$ и $\delta\varphi$, что, в свою очередь, позволяет определить параметры полностью релаксированной решетки эпитаксиального слоя. Путем сложных расчетов через $\delta\theta$ и $\delta\varphi$, параметры решетки подложки и эпитаксиального слоя с использованием формулы для межплоскостного расстояния и углов тетрагональной решетки определяются релаксации решетки слоя относительно подложки.

Преимуществом данного способа по сравнению с аналогом является то, что этот способ позволяет определить несоответствие решеток как параллельное интерфейсу подложка - эпитаксиальный слой, так и перпендикулярное интерфейсу, т.е. способ позволяет для ряда случаев рассчитывать полную упругую деформацию кристаллической решетки эпитаксиальных слоев, получать некоторые данные о средней плотности дислокации в слоях. Кроме того, чем больше угол между кристаллографической плоскостью, отражение от которой анализируется, и плоскостью, совпадающей с поверхностью образца, тем большая точность измерения угла поворота базовой плоскости по отношению к Брэгговской плоскости, т.е. тем большая точность установки кристаллографической плоскости в отражающем положении, т.е. тем большая точность метода.

Используется все тот же способ двух- и трехкристалльной дифрактометрии.

К недостаткам данного метода относится:

- высокая трудоемкость процесса измерения, характерная для двух- и трехкристалльной рентгеновской дифрактометрии, причем в данном случае трудоемкость увеличивается, поскольку в процессе измерения осуществляется поворот

образца на 180° и, скорее всего, потребуется корректировка положения образца после переустановки при съемке;

- повышенные требования при подготовке анализируемого образца - поверхность подложки должна достаточно четко совпадать с определенной кристаллографической плоскостью;

- увеличение трудоемкости процесса применительно к полупроводниковым структурам за счет прецизионной установки гетероструктур по базовому срезу;

- возможность возникновения ошибки при повороте образца на 180° требует использования сложного мощного рентгеновского оборудования;

- применение любых щелей (даже если в трехкристальной схеме можно на последнем этапе первичного пучка поставить дополнительный сжимающий монохроматор, все равно остается узкая щель перед детектором, что для тантала дает общую сходимос-расходимос-ть 10 угловых минут из-за дифракции на краю щели) сводит на нет все усилия по формированию строго параллельного первичного пучка;

- практически очень большая сложность в определении релаксации переходных слоев в гетероструктурах.

Таким образом, данный способ трудоемкий, требует использования мощной рентгеновской аппаратуры, что, в свою очередь, требует реализации его только в специально оборудованном помещении, не обеспечивает получения наглядной информации по кристаллографическому совершенству отдельных слоев в гетероструктурах. Для контроля многослойных гетероструктур может оказаться неоптимальным.

Техническим результатом настоящего изобретения является резкое снижение трудоемкости, расширение комплекса решаемых задач для гетероструктур, в частности анализ упругих деформаций в нескольких слоях гетероструктур, возможность выявления и наблюдения переходных слоев между подложкой и эпитаксиальным слоем, повышение точности измерения анализируемых углов, возможность использования маломощной аппаратуры с низким уровнем рентгеновского излучения, что в свою очередь не требует работы в специально оборудованных помещениях, снижение стоимости используемой аппаратуры, повышение наглядности, а следовательно, и информативности способа.

Технический результат достигается тем, что в известном способе контроля дефектности эпитаксиальных монокристаллических слоев, включающем измерение с помощью рентгеновской дифрактометрии при использовании скользящего первичного рентгеновского пучка с получением асимметричного отражения от кристаллографических плоскостей, которые составляют наибольший угол с поверхностью интерфейса подложка-эпитаксиальный слой, и определение деформации в эпитаксиальных слоях по изменению расстояния между интерференционными максимумами от эпитаксиального слоя и подложки используют однокристалльную рентгеновскую дифрактометрию с квазипараллельным рентгеновским пучком с суммарной расходимос-тью и сходимос-тью пучка $12'-24'$, получают максимальное отражение путем азимутального поворота гетероструктуры вокруг нормали к ее поверхности, при этом угол падения рентгеновского пучка к поверхности должен быть в диапазоне $2,5-9^\circ$, затем производят корректировку Брэгговского угла путем изменения угла падения первичного рентгеновского пучка на кристаллографическую плоскость, совпадающую с поверхностью гетероструктуры, до получения максимального отражения и, используя систему кристаллографических плоскостей, по которым происходил рост эпитаксиальных слоев, получают одновременное

отражение от аналогичных систем кристаллографических плоскостей растущих эпитаксиальных слоев и подложки, в том числе фиксируя наличие переходного слоя между ними, а для получения максимального отражения путем азимутального поворота гетероструктуры вокруг нормали к ее поверхности в случае широкозонных гетероструктур AlGaIn/GaN в Брэгговскую плоскость вводят направление $\langle 110 \rangle$, для КНС-структур вводят направление $\langle 331 \rangle$.

В предлагаемом способе, прежде всего, используется однокристалльная дифрактометрия, что резко снижает трудоемкость самого процесса измерения, поскольку не требуется строгого выставления анализируемого образца относительно кристалла-монокроматора, а также резко снижается стоимость и сложность используемого оборудования (стоимость на порядок), в частности не требуется использование специальных щелей.

Используемый в предлагаемом способе квазипараллельный рентгеновский пучок с расходимостью и сходимостью $12' - 24'$ (хорошо коллимированный пучок) позволяет при малой потребляемой мощности получать отражение в широком диапазоне интенсивности, а использование детектора высокой чувствительности позволяет наблюдать близлежащие пики. Это резко повышает чувствительность метода и значительно расширяет его возможности (разрешение пиков с $\Delta\theta - 1,5^\circ$ и менее вплоть до $0,1^\circ$). Это, в свою очередь, позволяет фиксировать отражение от плоскостей с минимальным разворотом относительно друг друга, т.е. повышается чувствительность способа. Предлагаемый способ позволяет анализировать многослойные структуры, где постоянная решетки входящих слоев отличается друг от друга на малую величину, например у гетероструктуры типа AlGaIn/GaN/AlN постоянная решетки для AlN и GaN соответственно: по оси a_0 для AlN - 3,112 Å, для GaN - 3,189 Å; по оси c_0 для AlN - 4,982 Å, для GaN - 5,185 Å. Это также позволяет разрешать интерференционные максимумы дифракции и анализировать переходный слой между подложкой и эпитаксиальным слоем, например, в КНС-структурах. Таким образом, при использовании более простой в эксплуатации и дешевой однокристалльной дифрактометрии предлагаемый способ по существу обеспечивает возможности способа-аналога и способа-прототипа - двух- и трехкристалльной дифрактометрии, сложных в эксплуатации и трудоемких способов.

В предлагаемом способе для получения максимального отражения путем азимутального поворота гетероструктуры вокруг нормали к ее поверхности в Брэгговскую плоскость вводятся определенные кристаллографические направления: для широкозонных гетероструктур AlGaIn/GaN направление $\langle 110 \rangle$, а для КНС-структур - направление $\langle 331 \rangle$. Этим обеспечивается то, что все кристаллографические направления $\langle 113 \rangle$ $\langle 111 \rangle$ и $\langle 224 \rangle$ будут лежать в Брэгговской плоскости, что, в свою очередь, позволит значительно упростить ориентировку исследуемой гетероструктуры и значительно сократить трудоемкость процесса.

В предлагаемом способе путем последующей корректировки Брэгговского угла первичного рентгеновского пучка для получения отражения от системы кристаллографических плоскостей, по которым происходил начальный рост эпитаксиальных слоев, обеспечивается возможность получения одновременно отражения от системы аналогичных кристаллографических плоскостей подложки, переходного и эпитаксиальных слоев без изменения положения трубки и детектора. В случае большего решеточного несоответствия слоя и подложки, как, например, GaN на сапфир (13,9%), эпитаксиальный островковый рост начинается по кристаллографическим направлениям, где обеспечивается минимально решеточное

расхождение. В частности, при росте слоев GaN на подложках сапфира с ориентацией поверхности (0001) методами высокоразрешающей электронной просвечивающей микроскопии на границе между подложкой и растущим слоем были обнаружены промежуточные прослойки $\{10\bar{1}0\}$ GaN и $\{112-0\}$ сапфира, а затем общий рост слоя шел уже в направлении $\langle 0001 \rangle$ (O.Ambacher "Growth and applications of group III-nitrides" / J.Phys. D:Appl Phys., 1998, V.31, P.2653-2710). Ориентация на систему именно кристаллографических плоскостей, по которым происходит начальный островковый рост эпитаксиальных пленок, позволяет получать отражения от систем аналогичных кристаллографических плоскостей одновременно подложки, переходного слоя и эпитаксиального слоя, а использование прочих заявляемых признаков позволяет разрешать эти близлежащие интерференционные пики на дифрактограммах.

Таким образом, в предлагаемом способе используется целый ряд новых элементов (однокристалльная рентгеновская дифрактометрия с квазипараллельным рентгеновским пучком с суммарной расходимостью и сходимостью пучка 12-24 угловых минут; использование системы кристаллографических плоскостей, по которым происходил начальный рост эпитаксиальных слоев и анализ интерференционной картины дифракции), что обеспечивает в сравнении с прототипом резкое снижение трудоемкости процесса при расширении комплекса решаемых задач для анализа полупроводниковых гетероструктур с субмикронными и наномикронными переходными слоями.

Предлагаемое изобретение также существенно, так как оно обеспечивает по сравнению с аналогом и прототипом:

- резкое снижение трудоемкости процесса контроля;
- возможность выявления и наблюдения переходных слоев между подложкой и эпитаксиальным слоем именно по тем плоскостям, по которым происходит рост эпитаксиального слоя и где образуется переходный слой, а не только по базовым плоскостям;
- повышение точности измерения анализируемых углов;
- возможность использования маломощной аппаратуры, что в свою очередь не требует работы в специально оборудованных помещениях;
- снижение стоимости используемой аппаратуры;
- повышение наглядности, а следовательно, и информативности способа.

Предлагаемый способ оказался оптимальным для контроля таких современных и перспективных полупроводниковых гетероструктур, как широкозонные гетероструктуры AlGaIn/GaN и КНС-структуры, которые в настоящее время широко используются для производства современных полупроводниковых ИС и дискретных приборов самого различного назначения, в частности получившие широкое распространение фотодиоды на AlGaIn/GaN.

Таким образом, заявляемый способ соответствует критерию «изобретательский уровень», так как все элементы новизны в данной заявке не предполагают очевидности для специалистов. Необходимо отметить, что именно сочетание всех предлагаемых элементов с известной схемой скользящего падения рентгеновского луча на исследуемую поверхность дает принципиально новое построение метода контроля полупроводниковых гетероструктур с наномикронными слоями.

Примеры 1. В соответствии с заявляемым способом проводился контроль дефектности и упругой деформации в слоях широкозонной структуры GaN/сапфир при толщине слоя GaN 3 мкм (Таблица 1. п.2). Исходная поверхность сапфировой подложки практически совпадала с кристаллографической плоскостью

сапфира (0001), разориентация составляла $0,5^\circ$. Эпитаксиальные слои выращивались методом МОС-гидридной эпитаксии (МОСVD). Контроль производился на однокристалльном рентгеновском дифрактометре. Использовалось рентгеновское излучение CuK_α , в качестве первичного использовался квазипараллельный рентгеновский пучок с суммарной расходимостью в диапазоне $12'-24'$, что обеспечивалось использованием капиллярной рентгеновской оптики - линзы Кумахова. Анализируемую гетероструктуру помещали на предметный столик установки. В качестве плоскости отражения у сапфира была выбрана кристаллографическая плоскость (112-0). Рассчитываем угол падения первичного рентгеновского пучка α на поверхность образца (базисную плоскость (0001) таким образом, чтобы получился Брэгговский угол с плоскостью начального роста слоев GaN (112-0) (фиг.1). В данном случае этот угол составляет $8,83^\circ$, центр детектора в этом случае устанавливаем в положение 57° (θ). Программа учитывает, что угол падения не является Брегговским углом и сама проводит прецизионные вычисления. При полном совпадении, когда направление $\langle 112-0 \rangle$ лежит в Брегговской плоскости, получаем интерференционные пики для данной плоскости на угле $29,2^\circ$ по показанию детектора, который является Брегговским углом для плоскостей (112-0). Для получения максимального отражения путем азимутальных пошаговых поворотов вводим четко направление $\langle 112-0 \rangle$ в Брегговскую плоскость, при этом получаем максимальный интерференционный пик от сапфировой подложки. Затем производим корректировку, поскольку базовая плоскость не точно совпадает с кристаллографической плоскостью (0001), путем изменения положения трубки в малых интервалах, получая таким образом максимальный пик только от сапфира.

Далее, для того чтобы получить отражение от плоскости (112-0) уже эпитаксиального слоя GaN, начинаем уменьшать угол θ , так чтобы аналогичная кристаллографическая плоскость вышла из отражения, в результате пик от сапфира на дифракционной кривой начинает уменьшаться, а появляется и возрастает до максимального положения пик от плоскостей (112-0) GaN. Устанавливаем среднее положение, когда наблюдаются два пика от подложки и эпитаксиального слоя одновременно. Далее определяем структуру промежуточного слоя. Для этого проводим пошаговый наклон Брегговской плоскости до получения интерференционного максимума от промежуточного слоя, который смещен от пиков от подложки и эпитаксиального слоя в сторону больших углов. Это свидетельствует о том, что кристаллическая решетка промежуточного слоя находится в состоянии сжатия. По ширине пика от слоя GaN определяем степень несовершенства кристаллической решетки этого слоя.

Результаты заявленных параметров способа, в частности изменение угла падения рентгеновского пучка к поверхности при исследовании широкозонных гетероструктур, сведены в Таблицы 1 и 2 (пункт 2).

Пример. 2. В соответствии с заявляемым способом проводился контроль дефектности и упругой деформации в слоях кремния КНС-структуры с толщиной эпитаксиального слоя $0,3$ мкм. Исходная поверхность сапфировой подложки практически совпадала с кристаллографической плоскостью сапфира ($1\bar{1}02$), разориентация составляла 1° . При использовании кристаллографической плоскости сапфира ($1\bar{1}02$) (r-plane) расстояние между слоями атомов кислорода сапфира близко по величине к межплоскостному расстоянию между кристаллографическими плоскостями (100) кремния. Контроль, как и в примере 1, производился на однокристалльном рентгеновском дифрактометре. Использовалось рентгеновское

излучение Cu K_α . В качестве первичного использовался квазипараллельный рентгеновский пучок с суммарной расходимостью в диапазоне 12-24, что обеспечивалось использованием капиллярной рентгеновской оптики - линзы Кумахова. Анализируемую гетероструктуру помещали на предметный столик установки. В качестве плоскости отражения у сапфира была выбрана кристаллографическая плоскость (331). Рассчитываем угол падения первичного рентгеновского пучка на поверхность образца (1 $\bar{1}$ 02) таким образом, чтобы получился Брэгговский угол с плоскостью (331). В данном случае этот угол составляет 12,97°, детектор в этом случае устанавливаем в положение 60° (по θ). Получаем интерференционный пик для плоскости (331). Для получения максимального отражения путем азимутальных пошаговых поворотов вводим четко направление $\langle 331 \rangle$ в Брэгговскую плоскость, при этом получаем максимальный интерференционный пик от сапфировой подложки. Затем производим корректировку, поскольку базовая плоскость неточно совпадает с кристаллографической плоскостью (1 $\bar{1}$ 02), путем изменения положения трубки в малых интервалах и получаем максимальный интерференционный пик на дифракционной кривой от сапфира.

Для получения отражения от кристаллографической плоскости (113) кремния (плоскость роста далеко расположена от базовой плоскости - при росте плоскость (123) сапфира постепенно переходит в плоскость (113) кремния) выставляем угол падения рентгеновского пучка к поверхности гетероструктуры $\alpha=2,87^\circ$ и получаем интерференционный пик от этой плоскости кремния и от переходного слоя между подложкой и эпитаксиальным слоем. Положение, когда наблюдаются пики от переходного и эпитаксиального слоев, устанавливается углом трубки α (Фиг.2). Угловое расстояние между этими пиками позволяет судить об упругой деформации промежуточного слоя. По ширине пика от слоя кремния определяем степень несовершенства кристаллической решетки этого слоя.

Результаты заявленных параметров способа, в частности изменение угла падения рентгеновского пучка к поверхности при исследовании КНС-структур и оценка слоя кремния и промежуточного слоя, сведены в Таблицы 1 и 2.

Пример 3. В соответствии с заявляемым способом проводился контроль дефектности и упругой деформации в эпитаксиальных слоях широкозонной структуры AlGa \bar{N} /Ga \bar{N} /сапфир при толщине слоя AlGa \bar{N} - 280 А и Ga \bar{N} - 2 мкм. Исходная поверхность сапфировой подложки практически совпадала с кристаллографической плоскостью сапфира (0001), разориентация составляла 0,7°. Эпитаксиальные слои выращивались методом МОС-гидридной эпитаксии (МОСVD). Контроль, как и в примерах 1 и 2, производился на однокристалльном рентгеновском дифрактометре. Анализируемую гетероструктуру помещали на предметный столик установки. В качестве плоскости отражения у сапфира была выбрана кристаллографическая плоскость (112-0). Рассчитываем угол падения первичного рентгеновского пучка α на поверхность образца (базисную плоскость (0001)) таким образом, чтобы получился Брэгговский угол с плоскостью начального роста слоев Ga \bar{N} (112-0) - 8,83°, центр детектора в этом случае устанавливаем в положение 57° (θ). Программа учитывает, что угол падения не является Брегговским углом и сама проводит прецизионные вычисления. Далее аналогично примеру 1 проводим ряд действий и получаем интерференционные пики для слоев Ga \bar{N} и AlGa \bar{N} (фиг.3).

Остальные примеры реализации заявляемого способа сведены в Таблицы 1, 2. Таким образом. Как видно из примеров (Таблицы 1 и 2), использование

заявляемого способа позволяет достаточно стабильно оценивать наличие переходного (промежуточного) слоя между подложкой и эпитаксиальным слоем, в отдельных случаях судить о толщине этого слоя, оценивать его состояние, например наличие деформации сжатия в слое, быстро производить оценки структурного совершенства эпитаксиальных слоев по величине ширины на полувысоте дифракционных кривых от эпитаксиальных слоев.

Эффективность предлагаемого способа контроля по сравнению с прототипом и аналогом заключается в следующем:

- резкое снижение трудоемкости процесса контроля от нескольких часов до 30-40 минут;
- решение экологических проблем за счет использования установок с малой мощностью, что не требует работы в специально оборудованном помещении;
- снижение себестоимости используемых рентгеновских установок.

Таблица 1

№	Гетероструктура, толщина эпитаксиального слоя, d	Рентгеновская дифрактометрия	Расходимость и сходимость первичного пучка	Кристаллографическое направление для азимутальной ориентации образца	Кристаллографическая плоскость отражения для получения основных пиков	Угол падения пучка к поверхности образца, α°	Расходуемая мощность рентгеновской установки	Трудоемкость процесса (мин)	Примечание
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	КНС-структура, $d_{Si} = 0,3$ мкм	Однокристалльная дифрактометрия	12	<331>	(113)	2,87	5 Вт	30	По заявляемому способу
2	GaN/сапфир $d_{GaN} = 3$ мкм	Однокристалльная дифрактометрия	20	<110>	(112-0)	8,83	5 Вт	30	По заявляемому способу
3	КНС-структура, $d_S = 0,1$ мкм	Однокристалльная дифрактометрия	12	<331>	(113)	2,87	5 Вт	30	По заявляемому способу
4	AlGaN/GaN/Сапфир $d_{AlGaN} = 280$ А $d_{GaN} = 2$ мкм	Однокристалльная дифрактометрия	24	<110>	(112-0)	8,83	5 Вт	50	Выходит за рамки заявляемого способа
5	КНС-структура, $d_S = 0,6$ мкм	Однокристалльная дифрактометрия	10	<331>	(113)	2,87	5 Вт		Выходит за рамки заявляемого способа
6	GaN/сапфир $d_{GaN} = 2$ мкм	Однокристалльная дифрактометрия	30	<110>	(112-0)	8,83	5 Вт		Выходит за рамки заявляемого способа
7	AlGaN/GaN/ Сапфир $d_{AlGaN} = 280$ А $d_{GaN} = 2$ мкм	Однокристалльная дифрактометрия	20	<110>	(112-0)	15	5 Вт		Выходит за рамки заявляемого способа
8	GaN/сапфир $d_{GaN} = 2$ мкм	Однокристалльная дифрактометрия	26	<110>	(112-0)	1	5 Вт		Выходит за рамки заявляемого способа
9	AlGaN/GaN/ Сапфир $d_{AlGaN} = 280$ А $d_{GaN} = 2$ мкм	Двухкристалльная дифрактометрия	20	<110>	(112-0)	15	15 кВт	8 часов	Способ - прототип

Таблица 2

№ п/п	Гетероструктура, толщина эпитаксиального слоя, d,	Рентгеновская дифрактометрия	Анализируемые параметры эпитаксиальных и промежуточных слоев			Примечание	
			Углы расположения пиков		Ширина пика слоя на полувысоте FWHM		
			$\Theta^\circ_{теорет}$	$\Theta^\circ_{экспер}$			Наличие промежуточного слоя, деформация, толщина
1	2	3	4	5	6	7	8
1	КНС-структура $d_S = 0,3$ мкм	Однокристалльная дифрактометрия	28,1	28,35	0,8	Да, $d = 500$ А, деформация сжатия	По заявляемому способу
2	GaN/сапфир $d_{GaN} = 3$ мкм	Однокристалльная дифрактометрия	27,96	27,942	0,235	Деформация сжатия в слое GaN	По заявляемому способу
3	КНС-структура, $D_S = 0,1$ мкм	Однокристалльная дифрактометрия	28,1	28,35	0,82	да, $d = 500$ А деформация сжатия	По заявляемому способу
4	AlGaN/GaN/сапфир $d_{AlGaN} = 280$ А $d_{GaN} = 2$ мкм	Однокристалльная дифрактометрия	27,96	27, 92 (GaN)	0,26 (GaN)	Деформация сжатия в слое GaN	По заявляемому способу
5	КНС-структура, $d = 0,6$ мкм	Однокристалльная дифрактометрия	28,1	Из-за использования рентгеновского первичного пучка с расходимостью 10 (таблица 1, п.5) нельзя одновременно наблюдать 2 пика		Выходит за рамки заявляемого способа	
16	AlGaN/GaN/сапфир $d_{AlGaN} = 280$ А $d_{GaN} = 2$ мкм	Однокристалльная дифрактометрия	Из-за использования рентгеновского первичного пучка с расходимостью 30 (таблица 1, п.6) пики сливаются и нельзя производить контроль			Выходит за рамки заявляемого способа	
7	AlGaN/GaN/сапфир $d_{AlGaN} = 280$ А $d_{GaN} = 2$ мкм	Однокристалльная дифрактометрия	Из-за использования угла падения рентгеновского пучка на поверхность образца при измерении под слишком большим углом невозможно получить нужное отражение (таблица 1, п.7)			Выходит за рамки заявляемого способа	
8	GaN/сапфир $d_{GaN} = 2$ мкм	Однокристалльная дифрактометрия	Из-за слишком малого угла падения рентгеновского пучка на поверхность при измерении невозможно получить кривую дифракции (таблица 1, п.8)			Выходит за рамки заявляемого способа	
9	AlGaN/GaN/сапфир	Двухкристалльная дифрактометрия	По приведенной в источнике формуле не представляется возможным провести расчет деформации решетки			Способ-прототип	

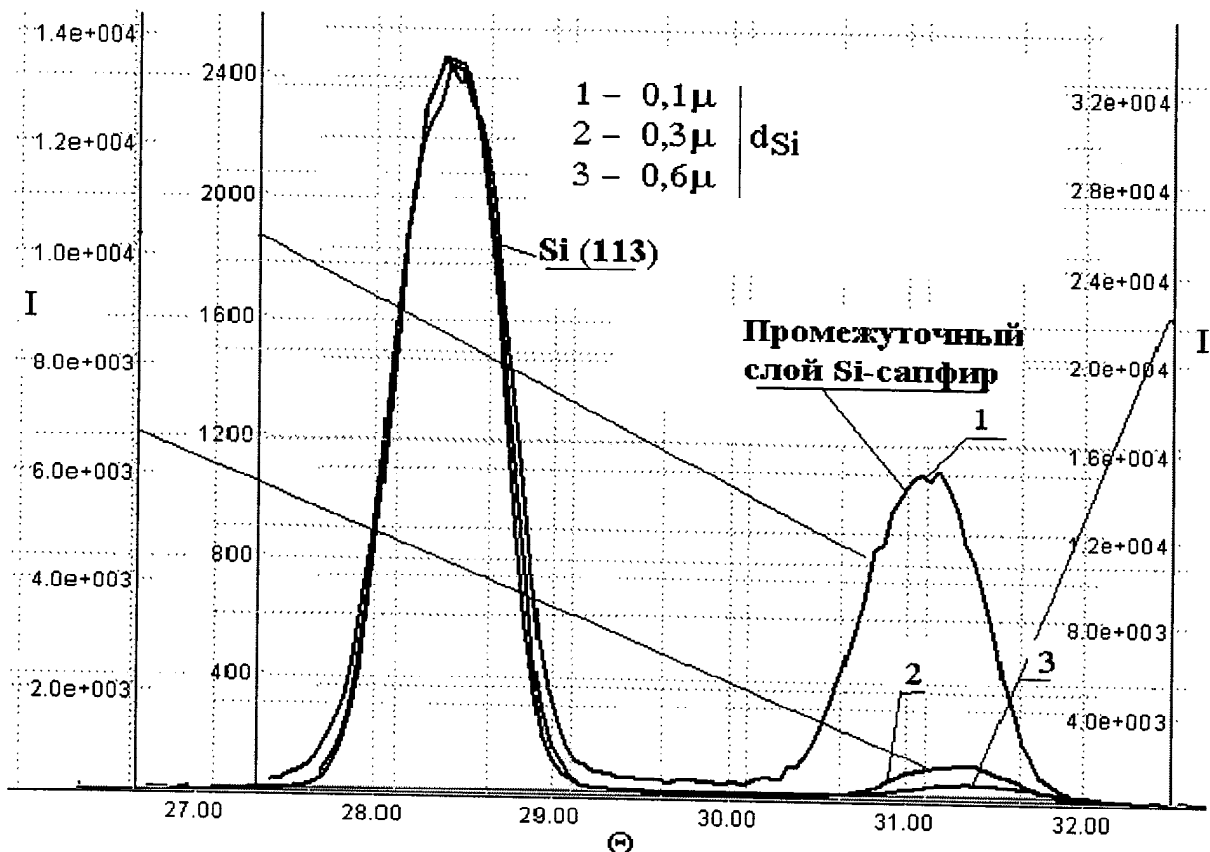
Формула изобретения

1. Способ контроля дефектности и упругой деформации в слоях полупроводниковых гетероструктур, включающий измерение с помощью рентгеновской дифрактометрии при использовании скользящего первичного рентгеновского пучка с получением асимметричного отражения от кристаллографических плоскостей, которые составляют наибольший угол с

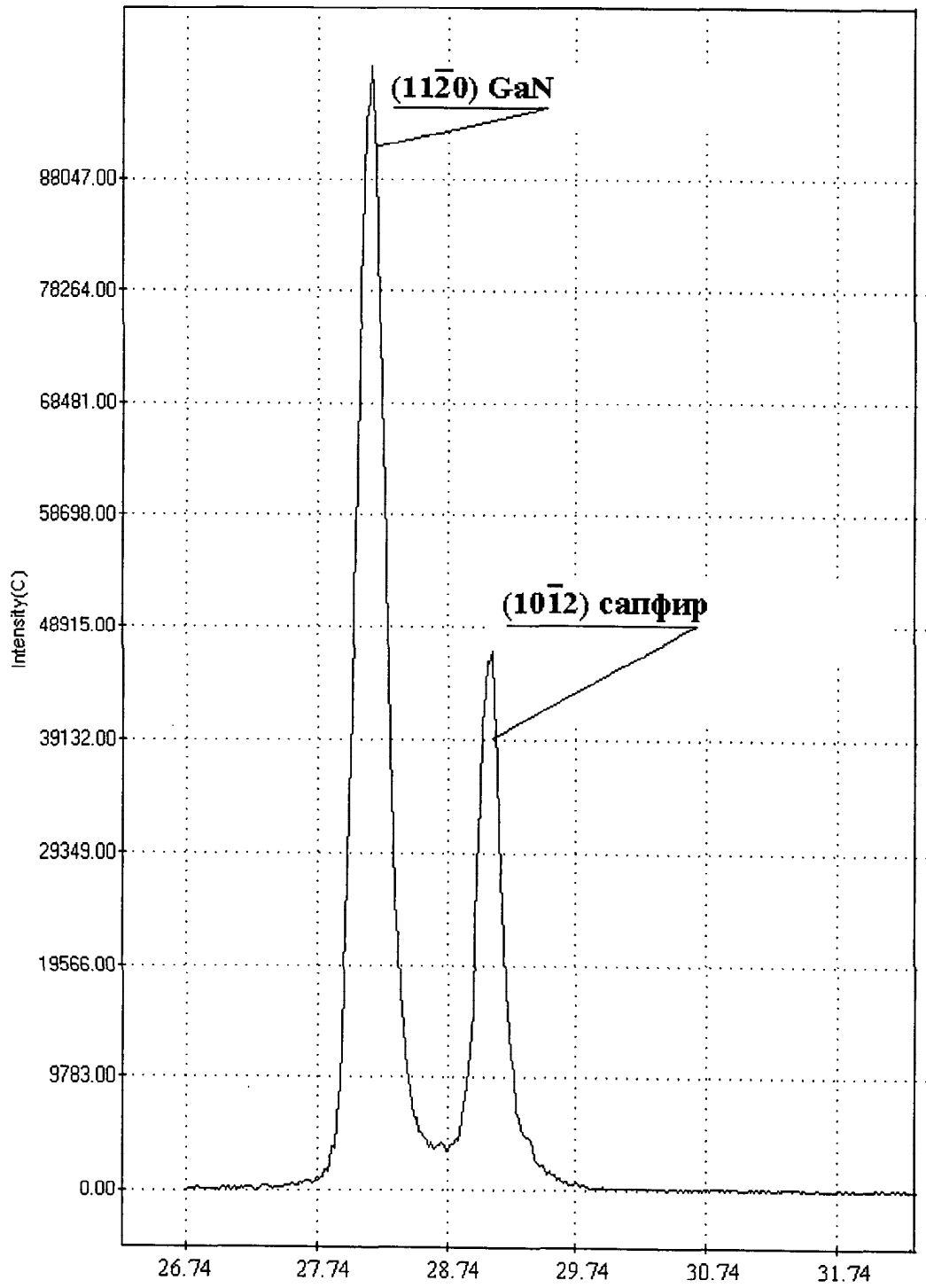
поверхностью интерфейса подложка-эпитаксиальный слой, и определение деформации в эпитаксиальных слоях по изменению расстояния между интерференционными максимумами от эпитаксиального слоя и подложки, отличающийся тем, что используют однокристалльную рентгеновскую дифрактометрию с квазипараллельным рентгеновским пучком с суммарной расходимостью и сходимостью пучка $12'-24'$, получают максимальное отражение путем азимутального поворота гетероструктуры вокруг нормали к ее поверхности, при этом угол падения рентгеновского пучка к поверхности находится в диапазоне $2,5-9^\circ$, затем производят корректировку брэгговского угла путем изменения угла падения первичного рентгеновского пучка на кристаллографическую плоскость, совпадающую с поверхностью гетероструктуры, до получения максимального отражения и, используя систему кристаллографических плоскостей, по которым происходил рост эпитаксиальных слоев, получают одновременное отражение от аналогичных систем кристаллографических плоскостей растущих эпитаксиальных слоев и подложки, в том числе фиксируя наличие переходного слоя между ними.

2. Способ контроля дефектности и упругой деформации в слоях полупроводниковых гетероструктур по п.1, отличающийся тем, что для получения максимального отражения путем азимутального поворота гетероструктуры вокруг нормали к ее поверхности в случае ширкозонных гетероструктур AlGaIn/GaN в брэгговскую плоскость вводят направление $\langle 110 \rangle$.

3. Способ контроля дефектности и упругой деформации в слоях полупроводниковых гетероструктур по п.1, отличающийся тем, что для получения максимального отражения путем азимутального поворота гетероструктуры вокруг нормали к ее поверхности в случае КНС-структур в брэгговскую плоскость вводят направление $\langle 331 \rangle$.



Фиг.2



⊕ Фиг.3