

X3 – POMIAR STAŁYCH SIECI PÓŁPRZEWODNIKOWYCH ROZTWORÓW STAŁYCH METODĄ DYFRAKTOMETRII RENTGENOWSKIEJ – PRAWO VEGARDA

Filip Gołębiewski

17 grudnia 2025

Streszczenie

W doświadczeniu wykonano pomiary z wykorzystaniem dyfraktometru na trzech próbkach. Pierwsza próbka była wykonana z czystego GaAs, a pozostałe dwie były domieszkowane InAs. Z wykorzystaniem zjawiska dyfrakcji rentgenowskiej zmierzono wartości kąta Bragga dla każdej z próbek i obliczono wartości: stałej sieci oraz domieszkowania indem próbek domieszkowanych.

W przypadku próbki słabiej domieszkowanej otrzymano wartość stałej sieci wynoszącą $a = 5,662 \pm 0,003 \text{ \AA}$ oraz procentową zawartość indu wartości $2,2 \pm 0,7 \%$, natomiast dla próbki bardziej domieszkowanej otrzymano stałą sieci $5,691 \pm 0,004 \text{ \AA}$ i procentową zawartość indu $9 \pm 1 \%$.

1 Wstęp teoretyczny

1.1 Promieniowanie rentgenowskie

W eksperymencie wykorzystano promieniowanie rentgenowskie, ponieważ w celu uzyskania dyfrakcji na warstwach krystalicznych konieczne jest wykorzystanie promieniowania o długości fali o tym samym rzędzie wielkości co odległość międzypłaszczyznowa, czyli w przybliżeniu 1 \AA . Źródło promieniowania w wykorzystane w niniejszym dokumencie miało anodę miedzaną, wykorzystano monochromator, aby odseparować tylko jedną linię emisyjną $Cu_{K\alpha 1}$ o długości fali:

$$\lambda = 1.54056 \text{ \AA} \quad (1)$$

1.2 Struktura krystaliczna

Badane próbki to kryształy: GaAs oraz dwie próbki GaAs o różnym stopniu domieszkowania InAs. W analizie wykorzystano refleks o wskaźnikach Millera $(hkl) = (1,1,1)$ w układzie regularnym.

Odległość międzypłaszczyznowa d_{hkl} dla układu regularnego wyraża się wzorem:

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (2)$$

gdzie a to stała sieci krystalicznej.

1.3 Prawo Bragga

Zjawisko dyfrakcji na sieci krystalicznej opisuje prawo Bragga. Warunkiem koniecznym do wystąpienia konstruktywnej interferencji fal odbitych od równoległych płaszczyzn sieciowych jest spełnienie równania:

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin(\theta) \quad (3)$$

gdzie θ to kąt padania wiązki (kąt Bragga), a n to rząd dyfrakcji (w tym przypadku $n = 1$). Prawo to pozwala na wyznaczenie stałej sieci a na podstawie zmierzonego kąta 2θ .

1.4 Prawo Vegarda

W niniejszym eksperymencie wykorzystano prawo Vegarda do obliczenia składu w stopie trójskładnikowym $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$. W takim przypadku prawo Vegarda można wyrazić jako:

$$a = a_{\text{GaAs}}(1 - x) + a_{\text{InAs}} \quad (4)$$

gdzie x to proporcjonalna zawartość In, a $1 - x$ to zawartość Ga, natomiast a to stała sieci stopu.

2 Układ pomiarowy

2.1 Budowa dyfraktometru i wykorzystane typy skanów

Dyfraktometr rentgenowski składa się z trzech głównych elementów: lampy rentgenowskiej, goniometru oraz detektora. Wyróżniamy kilka podstawowych typów skanów:

- **Skan ω :** Detektor jest nieruchomy w pozycji piksu dyfrakcyjnego, a próbka obraca się wokół osi ω . Służy do oceny jakości krystalicznej warstwy.
- **Skan 2θ :** Próbka jest nieruchoma, a detektor porusza się po łuku.
- **Skan sprzężony $2\theta/\omega$:** Próbka obraca się o kąt θ , a detektor jednocześnie o 2θ .

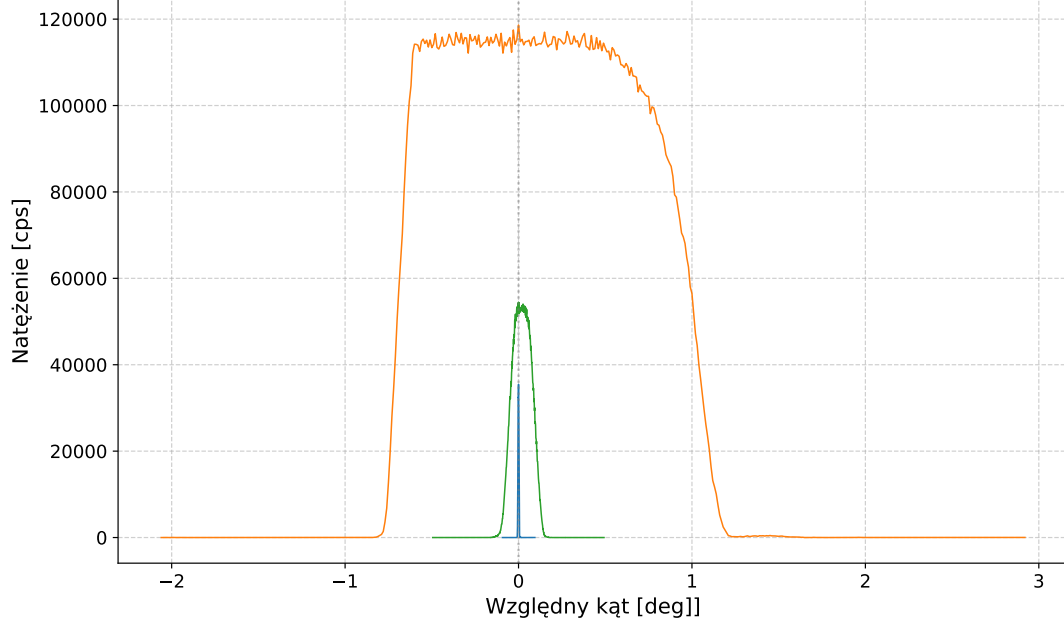
W celu ustawienia próbki i detektora w odpowiednich pozycjach do zarejestrowania dyfrakcji wykonywano kilka kalibracyjnych skanów ω i 2θ na zmianę. Skany zawarte w tym raporcie wykonano po dokładnej kalibracji z ustawionym najmniejszym dostępnym krokiem ($0,005^\circ$).

Do pomiarów wykorzystano dyfraktometr Philips MRD [1].

2.2 Dostępne konfiguracje detektora

Wykorzystywano trzy konfiguracje detektora różniące się rozdzielczością oraz intensywnością rejestrowanego sygnału. Skalibrowano urządzenie tak, aby przy po ustawieniu kąta 2θ wiązka ze źródła wpadała do detektora z analizatorem, w celu przełączenia się na detektor bez analizatora zgodnie z instrukcją dyfraktometru [1] dodawano do kąta 2θ $4,55^\circ$, ostatnia konfiguracja również wykorzystuje detektor bez analizatora, ale ze wsuniętą płytką z wąską szczeliną.

W celu sprawdzenia charakterystyki konfiguracji detektora wykonano trzy skany 2θ (Rys. 1). Widać, że konfiguracja bez analizatora daje najmniejszą rozdzielczość, ale największą intensywność, natomiast konfiguracja z analizatorem daje najlepszą rozdzielczość kosztem intensywności, konfiguracja ze szczeliną daje wartości pośrednie między nimi.



Rysunek 1: Porównanie skanów 2θ wykonanych każdym z detektorów. Detektor bez analizatora (pomarańczowy), ze szczeliną (zielony) oraz z analizatorem (niebieski). Widoczne przy osiach jednostki to: deg, czyli stopnie oraz cps, czyli zliczenia na sekundę (eng. counts per second)

2.3 Ustawianie osi Z

W celu uzyskania poprawnych wyników, konieczne było odpowiednie ustawienie osi z, czyli dostosowanie aparatury do grubości konkretnej próbki. W celu kalibracji osi z ustawiano kąty ω oraz 2θ na zero i przesuwano próbkę do momentu, aż będzie ona blokowała około połowę wiązki. Taka procedura ustawiania osi z jest konieczna, aby po ustawieniu kąta ω cała wiązka padała na powierzchnię próbki.

3 Niepewności pomiarowe

Jako niepewność pomiarową 2θ przyjęto szerokość połówkową (FWHM) rozkładu Gaussa dopasowanego do wykresu natężenia padającej wiązki. Jako FWHM przyjęto:

$$FWHM = 2,335 \cdot \sigma \quad (5)$$

gdzie σ to odchylenie standardowe otrzymane przy dopasowaniu rozkładu Gaussa.

Pozostałe niepewności obliczono z wykorzystaniem wzoru na propagację niepewności:

$$u_f = \sqrt{\sum_{i=1}^n \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \cdot u_{x_i} \right)^2} \quad (6)$$

4 Analiza danych

Ze względu na wady techniczne układu pomiarowego, konieczne było wyznaczenie poprawki. Wykorzystano do tego próbkę referencyjną (czysty GaAs).

Wartość teoretyczna (3) kąta 2θ dla GaAs (111) wynosi:

$$2\theta_{teoretyczne} = 2 \arcsin \left(\frac{\lambda\sqrt{3}}{2a_{GaAs}} \right) \quad (7)$$

Przyjmując $a_{GaAs} = 5.653 \text{ \AA}$, obliczono $2\theta_{teoretyczne} \approx 27.30^\circ$. Poprawka Δ została zdefiniowana jako:

$$\Delta = 2\theta_{zmierzone} - 2\theta_{teoretyczne} \quad (8)$$

Poprawka ta została odjęta od wyników pomiarowych dla wszystkich próbek.

4.1 Analiza skanów $2\theta/\omega$

Dla każdej z próbek wykonano skan $2\theta/\omega$ i dopasowano do nich rozkład Gaussa:

$$f(x) = A \cdot \exp \left(-\frac{(x - B)^2}{2C^2} \right) + Dx + E \quad (9)$$

gdzie A jest stałą określającą maksymalną wartość krzywej Gaussa, B jest średnią wartością rozkładu Gaussa, czyli $B = 2\theta$, $C = \sigma$ to odchylenie standardowe, a D i E to współczynniki zależności liniowej, która została dodana, aby uwzględnić szum (Rys. 2, 3, 4).

Tabela 1: Wyniki analizy dyfrakcyjnej dla badanych próbek.

| Parametr | Próbka 1 | Próbka 2 | Próbka 3 |
|----------------------------|---------------|---------------|---------------|
| A (amplituda) [deg] | 14 980(40) | 3385(8) | 858(4) |
| B (średnia) [deg] | 27.370 91(1) | 27.327 87(1) | 27.182 20(4) |
| C (σ) [deg] | 0.004 002(12) | 0.004 038(11) | 0.006 995(38) |
| D (nachylenie) [cps/deg] | -3(36) | 4(5) | 2.5(27) |
| E (tło) [cps] | 111(995) | -113(149) | 71(75) |

Z wykorzystaniem wzorów

Dla próbki referencyjnej (czysty GaAs), otrzymano wartość $A = 2\theta_{zmierzone} = 27,3709^\circ$, obliczono poprawkę $\Delta = 0.0686^\circ$, którą uwzględniono we wszystkich wynikach.

Wartości stałej sieci a (wzory (2) oraz 3) oraz stężenie InAs x (wzór (4)) obliczono, wykorzystując wzory teoretyczne. Jako niepewność średniej wartości kąta (środek krzywej Gaussa) przyjęto FWHM, natomiast niepewności a oraz x obliczono z wykorzystaniem propagacji niepewności:

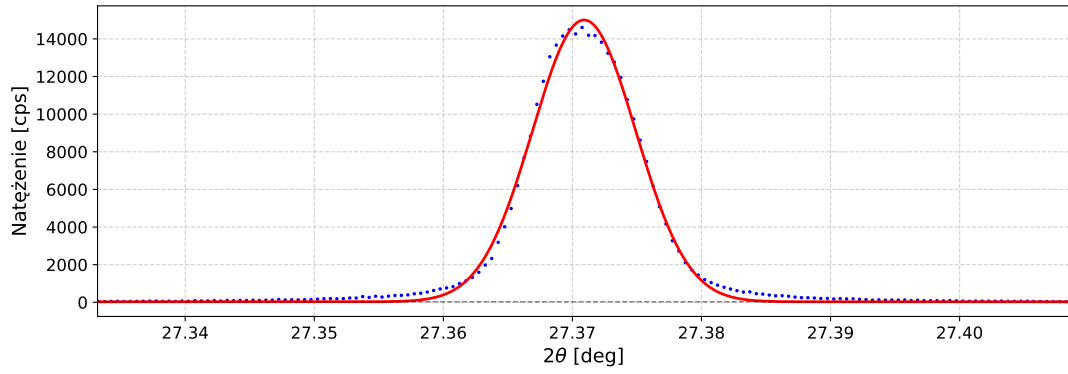
$$u_a = \sqrt{\left(\frac{\partial a}{\partial (2\theta)} \cdot u_{2\theta} \right)^2} = \frac{a}{2} \cot(\theta) \cdot u_{2\theta}^{rad} \quad (10)$$

$$u_x = \left| \frac{\partial x}{\partial a} \right| u_a = \frac{u_a}{|a_{InAs} - a_{GaAs}|} \quad (11)$$

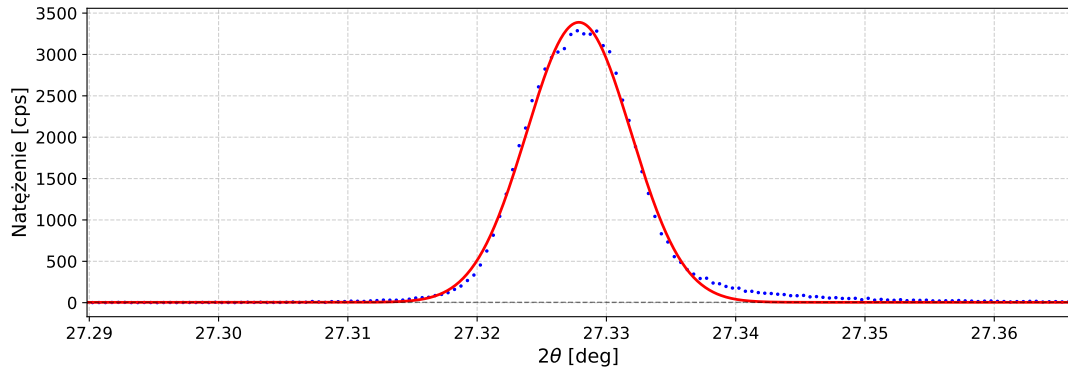
Wyniki dla wszystkich próbek przedstawiono w Tabeli 2.

Tabela 2: Wyniki analizy dyfrakcyjnej. Wartości stałej sieci a oraz stężenie InAs x .

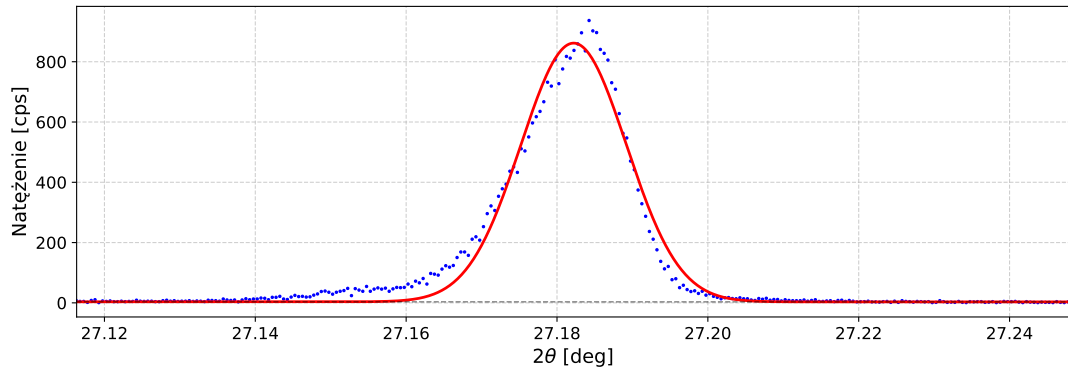
| | Próbka 1 | Próbka 2 | Próbka 3 |
|------------------|--------------------|--------------------|--------------------|
| 2θ [deg] | $27,30 \pm 0,01$ | $27,26 \pm 0,01$ | $27,11 \pm 0,02$ |
| θ_B [deg] | $13,651 \pm 0,005$ | $13,630 \pm 0,005$ | $13,557 \pm 0,008$ |
| a [Å] | $5,653 \pm 0,002$ | $5,662 \pm 0,002$ | $5,692 \pm 0,003$ |
| x [%] | 0 | $2,2 \pm 0,5$ | $9,5 \pm 0,8$ |



Rysunek 2: Dopasowanie krzywej Gaussa do skanu $2\theta/\omega$ dla Próbki 1 (referencyjna).



Rysunek 3: Dopasowanie krzywej Gaussa do skanu $2\theta/\omega$ dla Próbki 2.



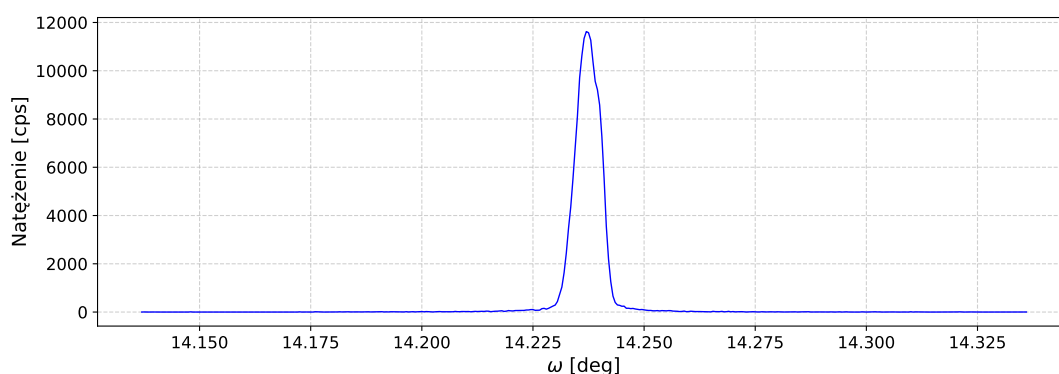
Rysunek 4: Dopasowanie krzywej Gaussa do skanu $2\theta/\omega$ dla Próbki 3.

4.2 Analiza jakościowa skanów ω

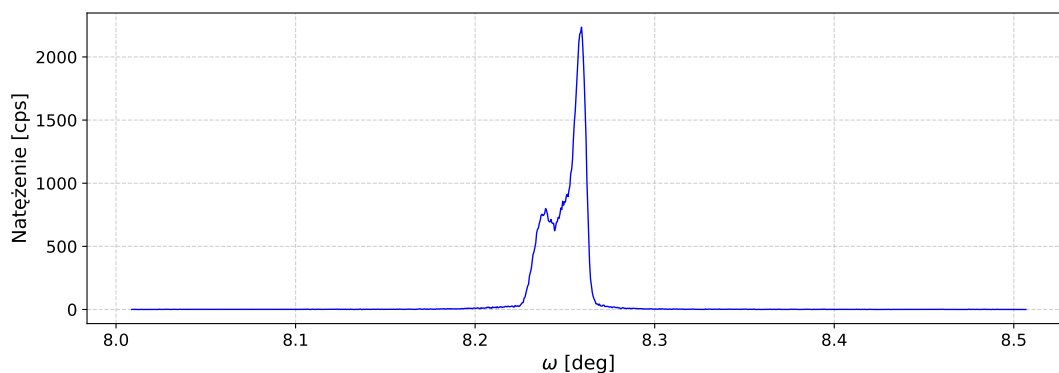
Wszystkie trzy próbki zbadano także z wykorzystaniem skanu omega. Najpierw ustawiono detektor w położeniu dogodnym do rejestrowania dyfrakcji ($2\theta_B$), następnie wykonano skan ω , czyli przekręcano próbkę względem wiązki rentgenowskiej. Skan ten pozwolił na analizę jakościową powierzchni próbek.

Na skanie próbki pierwszej (Rys. 5), zarejestrowano wyraźny pik bez poważnych zniekształceń. Pozwala to stwierdzić wysoką jakość sieci krystalicznej tej próbki. W przypadku próbki drugiej (Rys. 6) zarejestrowano zniekształcenie pików, które przypomina drugi pik blisko głównego. Oznacza to gorszą jakość sieci krystalicznej oraz obecność defektów i przesunięć w strukturze krystalicznej. Można zauważyć także, że pik ten jest znacznie szerszy od pierwszego (około $0,05^\circ$ przy podstawie, a w pierwszej próbce około $0,01^\circ$). Najgorszej jakości okazała się próbka trzecia (Rys. 7). W tym przypadku również widać dwa zbliżone piki, ponadto szerokość pików jeszcze bardziej się powiększyła (do około $0,2^\circ$).

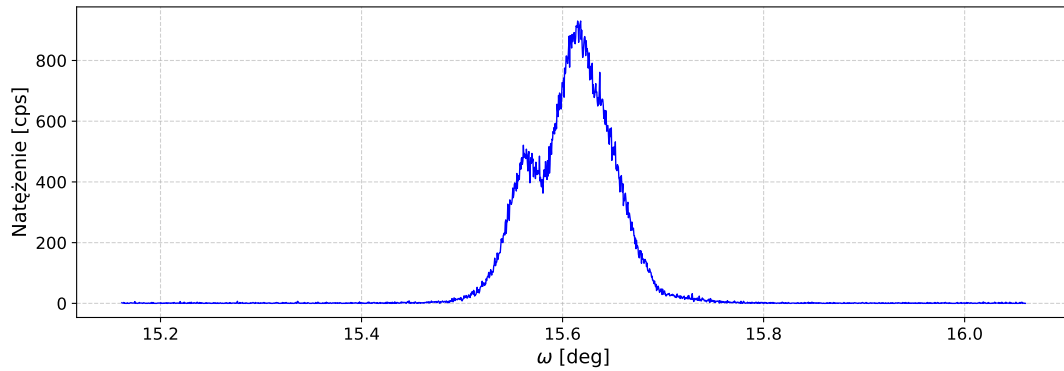
Wskazuje to, że próbki domieszkowane charakteryzują się gorszą jakością krystaliczną w porównaniu do wzorca. Obserwowany efekt, w tym wielopikowa struktura widoczna szczególnie wyraźnie na Rysunku 7, może wynikać z obecności defektów sieciowych (np. dyslokacji) wprowadzonych w procesie domieszkowania, naprężeń w sieci krystalicznej lub istnienia bloków mozaikowych (podziaren) o nieznacznie różnej orientacji krystalograficznej.



Rysunek 5: Skan omega (Rocking Curve) dla Próbki #1.



Rysunek 6: Skan omega dla Próbki #2.



Rysunek 7: Skan omega dla Próbki 3, widoczna struktura wielopikowa.

5 Podsumowanie

W ramach przeprowadzonego eksperymentu zrealizowano pomiary dyfraktometryczne mające na celu wyznaczenie stałych sieci oraz składu chemicznego półprzewodników. Wykorzystanie prawa Bragga pozwoliło określić kąty dyfrakcji. Na podstawie obliczonych stałych sieci i zastosowaniu prawa Vegarda wyznaczono stężenie InAs w badanych próbkach, potwierdzając, że wprowadzenie atomów indu do sieci GaAs powoduje wzrost stałej sieci, co jest zgodne z przewidywaniami teoretycznymi. Analiza jakościowa profilu refleksów dyfrakcyjnych wykazała, że proces domieszkowania wpływa na strukturę rzeczywistą materiału, prowadząc do obniżenia jego doskonałości krystalicznej w porównaniu do czystego podłoża.

Literatura

- [1] Philips, *MRD – User guide*, Instrukcja obsługi do dyfraktometru Philips MRD, Philips, 1993.