

# 单晶晶胞参数的 X 射线双晶衍射 测定方法\*

李 润 身      朱 南 昌

(中国科学院上海冶金研究所)

1989年12月17日收到

作者提出一种以已知晶胞参数的单晶为参考标准测定样品单晶晶胞参数的方法。测定结果包括晶胞参数  $a, b, c, \alpha, \beta, \gamma$  及样品相对参考晶体的取向。对测量中可能产生的误差进行了讨论并介绍了提高测量精度的方法。对  $\text{GaSb}_x\text{As}_{1-x}/\text{GaAs}$  ( $x=0.97$ ) 样品测定的结果表明,  $\text{GaSb}_x\text{As}_{1-x}$  晶胞已不再是严格的立方结构。

主题词 晶胞参数, 双晶衍射, X 射线衍射

## 一、引 言

由于摇摆曲线峰位对点阵参数的变化极为灵敏, 双晶衍射已成为测定异质结外延单晶点阵错配最有效的方法<sup>[1-3]</sup>。Bartels 与 Horstra<sup>[6,7]</sup> 曾对测量方法做过系统地描述。最近, FATEMI<sup>[8]</sup> 提出了以完美单晶为参考标准测定单晶样品点阵参数的方法。将标准单晶与样品装置于同一晶台上, 调节二者取向使其衍射面法线同处于仪器平面内, 然后通过光路互为逆向的两次衍射测出衍射面面间距的差。这样标准单晶的作用便相当于衬底, 所以在本质上与 Bartels 等人描述的测定与界面倾斜的衍射面的点阵错配方法相同。总之, 目前的测量方法都是以样品与参考晶体的衍射面法线同在仪器平面为条件, 测量结果只是样品某些衍射面的面间距, 而不能得到样品晶胞的尺寸与形状。虽然在某些外延单晶情形, 通过假定外延层晶胞的畸变方式, 如“四方畸变”, 可以得到样品晶胞的近似形状, 但这种假定不能认为自然成立, 特别是在外延层与衬底晶胞参数相差很大时。

本文提出的方法仍以衬底或恰当选择的单晶为参考标准, 在原则上对参考晶体与样品的取向没有限制, 在实际情形则希望二者的晶胞参数和取向尽量接近, 从而要求对样品的晶胞形状、尺寸有一初步估计。测定结果包括  $a, b, c, \alpha, \beta, \gamma$  及样品相对参考晶体的取向。本文将介绍测定原理与方法并给出  $\text{GaSb}_x\text{As}_{1-x}/\text{GaAs}$  外延层的测定结果。

## 二、原 理

图 1 为测定样品晶胞参数的双晶衍射几何。(a) 为外延单晶样品情形, 这时用衬底做

\* 国家自然科学基金和离子束开放实验室资助项目。

为参考晶体。(b)为块状单晶样品情形,这时选择与样品晶胞参数相近的单晶做为参考晶体,将样品放置于参考晶体中心,并使二者晶向尽量接近,这时光源采用线焦点,用双孔光阑将光束分成上下平行两束,并分别射在参考晶体与样品上。在(a)、(b)两种情形第一晶体部选择与参考晶体相同,并使二者呈  $(n, -n)$  排列,使能得到尽量敏锐的摇摆曲线,以保证测量的高精度。

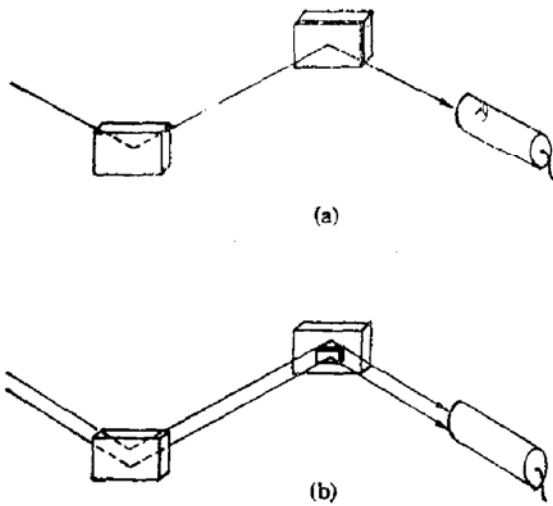


图1 测定晶胞参数的双晶衍射几何。样品为外延层的情形(a),样品为块状单晶情形(b)

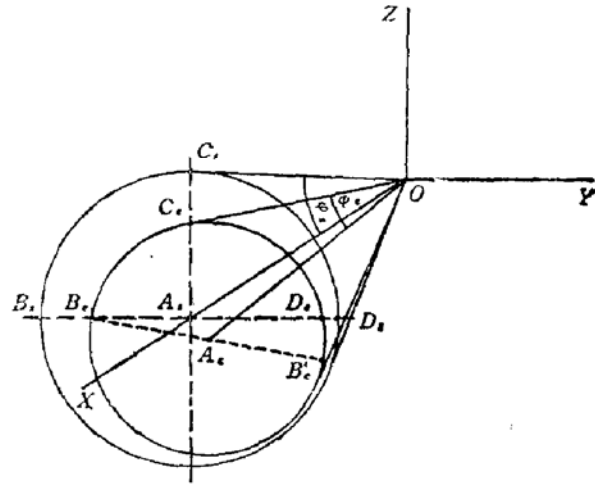


图2 参考晶体与样品某对应晶面的反射圆锥  $s$  与  $e$ , 其中  $s$  的轴  $OA_s$  与  $x$  轴重合。  $OB_e, OC_e, OD_e$  为要测定的圆锥  $e$  的三条母线

图2表示了样品与参考晶体某一对应晶面的衍射圆锥  $e$  与  $s$ 。其中圆锥  $s$  的轴  $OA_s$  沿直角坐标系的  $X$  轴,  $XY$  平面为仪器平面。圆锥  $s$  的半锥角  $\varphi_s = \frac{\pi}{2} - \theta_s$ ,  $\theta_s$  为参考晶体的 Bragg 角。圆锥  $e$  的半锥角  $\varphi_e = \frac{\pi}{2} - \theta_e$ ,  $\theta_e$  为样品的 Bragg 角,  $e$  的轴为  $OA_e$ 。我们的目的便是在已知圆锥  $s$  的条件下测定圆锥  $e$  的轴取向和半锥角,从而确定样品的某一倒易矢量。

由简单的数学分析可知,由三条母线便唯一确定了一圆锥的形状、位置和取向。考虑  $XY$  平面与圆锥  $s$  相交的母线  $OB_s$  及与圆锥  $e$  相交的母线  $OB_e$ , 做为参考晶体其圆锥母线  $OB_s$  的取向是已知的。现将第二晶台绕  $Z$  轴转动,使人射  $X$  射线先后与母线  $OB_s$ ,  $OB_e$  重合,由相继衍射峰的角距离可测出  $OB_s$  与  $OB_e$  的夹角,从而确定了母线  $OB_e$  的取向。应当注意的是,参考晶体与样品对应的衍射线分别在  $OD_s$  与  $OB'_e$  方向,  $OB'_e$  可能严重偏离  $XY$  平面,所以探测器必须有充分大的垂直方向接收角范围,这可通过将探测器窗口靠近第二晶台来解决。

现将参考晶体与样品同步绕  $X$  轴转动一确定角度  $W$ ,  $W$  的大小由晶体的对称性决定,要求转动  $W$  角后参考晶体的另一衍射面法线也在  $XY$  平面内,这样做的目的将在误差讨论一节详细说明。例如  $W$  为  $90^\circ$ , 这时图2中圆锥母线  $OC_s$  与  $OC_e$  将被转至  $XY$  平面内。应用上述同样的方法可确定母线  $OC_e$  的方位。如此,再转动某一确定角度  $W'$ , 例如仍为  $90^\circ$ , 使母线  $OD_s$  与  $OD_e$  转至  $XY$  平面,又通过双晶摇摆曲线确定母线  $OD_e$ 。

的方位。

令  $r_1, r_2, r_3$  分别表示上述测定的圆锥  $e$  三条母线的单位矢量。

$$r_1 = X_1 i + Y_1 j + Z_1 k$$

$$r_2 = X_2 i + Y_2 j + Z_2 k$$

$$r_3 = X_3 i + Y_3 j + Z_3 k$$

$r_0$  为圆锥  $e$  的轴  $OA_e$  的单位矢量,

$$r_0 = X_0 i + Y_0 j + Z_0 k$$

则:

$$r_1 \cdot r_0 = r_2 \cdot r_0 = r_3 \cdot r_0 = \cos \varphi_e \quad (1)$$

从而得到:

$$\left. \begin{aligned} (X_1 - X_2) \cdot X_0 + (Y_1 - Y_2) \cdot Y_0 + (Z_1 - Z_2) \cdot Z_0 &= 0 \\ (X_1 - X_3) \cdot X_0 + (Y_1 - Y_3) \cdot Y_0 + (Z_1 - Z_3) \cdot Z_0 &= 0 \end{aligned} \right\} \quad (2)$$

及  $X_0^2 + Y_0^2 + Z_0^2 = 1$

由(2)式可解得  $X_0, Y_0, Z_0$ , 再利用(1)式可解得  $\varphi_e$ , 从而求出  $\theta_e$ . 再应用 Bragg 公式  $2d \sin \theta = \lambda$ , 求出衍射圆锥  $e$  对应衍射晶面面间距  $d_e$ , 这样便确定了一个倒易矢量

$$d_e^* = \frac{1}{d_e} \cdot r_0 \quad (3)$$

应用同样的步骤再求出另外两个与第一个倒易矢量不共面的倒易矢量。设三个已求出的倒易矢量为:

$$d_{e1}^* = h_1 a^* + k_1 b^* + l_1 c^*$$

$$d_{e2}^* = h_2 a^* + k_2 b^* + l_2 c^*$$

$$d_{e3}^* = h_3 a^* + k_3 b^* + l_3 c^*$$

由于三个倒易矢量不共面, 行列式

$$\begin{vmatrix} h_1 & k_1 & l_1 \\ h_2 & k_2 & l_2 \\ h_3 & k_3 & l_3 \end{vmatrix} \neq 0$$

可以解出  $a^*, b^*, c^*$ , 并计算出倒易元胞体积

$$V^* = (a^* \times b^*) \cdot c^*$$

再利用  $a = b^* \times c^* / V^*, b = c^* \times a^* / V^*, c = a^* \times b^* / V^*$  便可求出  $a, b, c$ , 从而计算出晶胞参数  $a, b, c, \alpha, \beta, \gamma$  及其相对参考晶本的取向。

### 三、误差来源和减小误差的方法

#### 1. 主光束偏离仪器平面的影响

对于第一晶台, 主光束指来自光源经光阑限制的光束, 对于第二晶台, 主光束指第一晶体的衍射光束。现以第二晶台为例讨论主光束偏离仪器平面的影响。

假定第二晶台转轴严格与垂直仪器平面的  $Z$  轴重合, 主光束与仪器平面夹角为  $\psi$ 。图 3 画出了参考晶体的衍射圆锥  $s$ , 如果主光束在  $XY$  平面内, 随晶台绕  $Z$  轴转动, 主光束

将与圆锥母线  $OB_1$  重合. 现在主光束偏离了  $XY$  平面  $\psi$  角度, 主光束将与母线  $OB'_1$  重合, 从而引起参考晶体衍射峰位偏离了  $\Delta\theta_{s,A}$  角度. 依照许顺生与李润身给出的结果<sup>[9]</sup>

$$\sin \theta = \frac{\lambda}{2d \cos \phi}$$

$$\Delta\theta_{s,A} = \theta_s - \theta_{or} = \arcsin \frac{\lambda}{2d_s \cos \phi} - \arcsin \frac{\lambda}{2d_s} \quad (4)$$

式中  $\theta_s$  与  $\theta_{or}$  分别表示主光束与  $XY$  平面偏差  $\psi$  角与无偏差时测定的 Bragg 角. 由 (3) 式显然可见  $\Delta\theta_{s,A} > 0$ . 对于样品, 由于其衍射圆锥轴一般不在  $XY$  平面, 我们无法得到其 Bragg 角偏差的严格表达式. 但在实际情形, 样品晶体与参考晶体的晶胞参数与取向差异都很小, 样品反射圆锥轴与  $X$  轴偏离很小, 可近似认为其 Bragg 角偏差与 (3) 式得到的结果相当, 但其符号可正可负, 又因样品的 Bragg 角是以参考晶体为标准测定的, 所以其测量误差近似可认为

$$\Delta\theta_A = 2\Delta\theta_{s,A} = 2 \left( \arcsin \frac{\lambda}{2d_s \cos \phi} - \arcsin \frac{\lambda}{2d_s} \right) \quad (5)$$

以硅单晶(400)反射为例, 采用  $\text{CuK}\alpha_1$  辐射,  $\lambda = 1.5405$   $d_{400} = 1.35763$ , 假定  $\psi = 0.1^\circ$ , 则  $\Delta\theta_A \approx 0.002$  毫弧度.

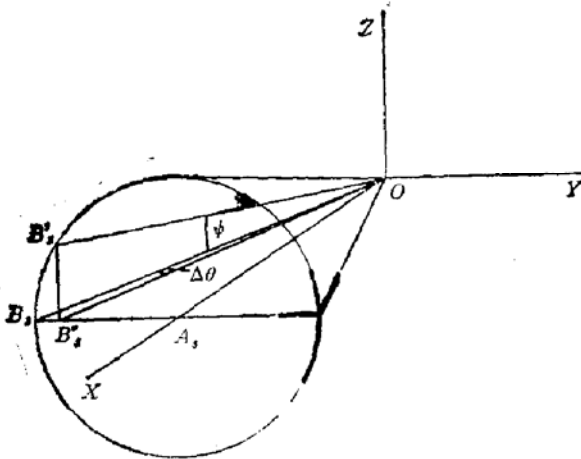


图 3 第二晶台主光束偏离仪器平面对测定 Bragg 角影响的图示,  $\psi$  为主光束与  $XY$  平面的夹角,  $\Delta\theta$  为引起测定 Bragg 角的误差

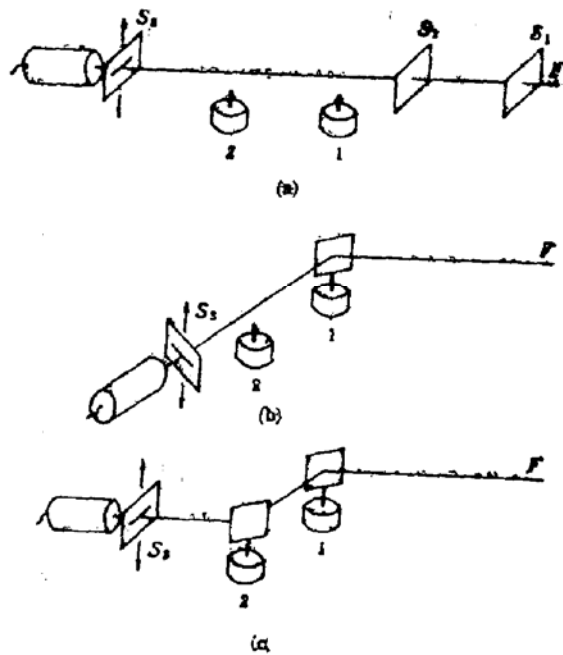


图 4 调节 X 射线束至  $XY$  平面的几何. 第一晶台主光束调节的几何 (a), 第二晶台主光束调节的几何 (b), 参考晶体衍射束调节的几何 (c)

为减小主光束偏离仪器平面引起的误差, 我们在探测器前装有可上下移动的水平狭缝, 如图 4 中  $S_2$  所示, 其零位与光源焦点, 光阑  $S_1$ 、 $S_2$  成一平行于仪器平面的直线. 第一晶台与第二晶台可使置于其上的晶体调整至空间的任意取向. 图 4(a)、(b)、(c) 分别表示了调节第一晶台主光束, 第二晶台主光束及参考晶体衍射束的几何. 通过调节光源  $F$ 、光阑  $S_1$ 、 $S_2$  的相对高度 (a), 调节第一晶体的取向 (b), 调节参考晶体的取向 (c), 同时

上下移动  $S_3$ , 使  $S_2$  在零位时接收到最大的 X 射线强度, 便使 X 射线处于仪器平面内.  $S_3$  的调节误差约 0.1mm, 光源至  $S_3$  的距离为 800mm, 所以第一晶台主光束对 XY 平面的最大偏角约为  $0.007^\circ$ ; 第一晶台至  $S_3$  的距离为 400mm, 所以第二晶台主光束对 XY 平面的最大偏角为  $0.015^\circ$ ; 第二晶台至  $S_3$  的距离为 200mm, 从而参考晶体衍射束对 XY 平面的最大偏角可为  $0.03^\circ$ . 可见, 在此情形通过设置光阑  $S_3$ , 主光束对 XY 平面的偏离可大大减小. 在图 1(b)所示的双束法中, 上述调节应对射向参考晶体的一束光进行.

## 2. 参考晶体衍射面法线偏离仪器平面的影响

这种情形示于图 5. 假定主光束严格在 XY 平面内, 参考晶体衍射面法线 (反射圆锥轴)  $OA_i$  不在 XY 平面内, 而是偏离了  $\phi$  角. 衍射圆锥的半锥角应为母线  $OB_i$  与其轴  $OA_i$  间的夹角, 由于上述偏离, 实际上测定的是  $OB'_i$  与  $OA_i$  之间的夹角.

$$\angle B_i O A_i = \varphi_i = \frac{\pi}{2} - \theta_i$$

设

$$\angle B'_i O A_i = \varphi'_i = \frac{\pi}{2} - \theta'_i$$

可以证明

$$\varphi'_i = \arctan(\sqrt{\tan^2 \varphi_i - \sin^2 \phi} / \cos \phi)$$

从而由此引起测定参考晶体 Bragg 角的误差

$$\begin{aligned} \Delta\theta_{SB} &= \theta'_i - \theta_i = \varphi_i - \varphi'_i \\ &= \varphi_i - \arctan(\sqrt{\tan^2 \varphi_i - \sin^2 \phi} / \cos \phi) \end{aligned} \quad (6)$$

显然  $\Delta\theta_{SB} > 0$ . 应用 1 中讨论同样的方法, 认为引起测定样品衍射峰位的误差应与  $\Delta\theta_{SB}$  相当, 其符号可正可负. 从而测定样品 Bragg 角的误差应为  $\Delta\theta_B = 2 \cdot \Delta\theta_{SB}$ . 仍以硅单晶(400)反射为例, 假定  $\phi = 0.1^\circ$ ,  $\Delta\theta_B \approx 0.0007$  毫弧度.

图 4 实际上已说明了参考晶体衍射面法线调节的方法. 通过调节使参考晶体的入射 X 射束(第二晶台主光束)和参考晶体衍射束位于 XY 平面时, 衍射面法线便处于仪器平面内. 由图 5 可以看出, 与入射 X 射线  $B'_i O$  对应的衍射线在 OH 方向, 设 OH 与 XY 平面的夹角为  $\Phi$ , 近似有: 衍射面法线与 XY 平面的夹角  $\phi = \Phi / (2 \cdot \sin \theta)$ , 而依图 4(c) 的方法是将衍射线 OH 调至 XY 平面. 所以, 只要  $\theta > 30^\circ$ , 总有  $\phi < \Phi$ , 如在 1 中就我们的实验装置所述,  $\Phi \leq 0.03^\circ$ , 从而  $\phi \leq 0.03^\circ$ . 可见  $\Delta\theta_B$  也是很小的.

## 3. 晶体绕反射圆锥轴转动 W 角偏差的影响

为测定样品的一个倒易点阵矢量必须测定其反射圆锥的三条母线的方位, 从而要将样品与参考晶体绕参考晶体反射圆锥轴转动两次, 转动角度依晶体对称性而定. 如果转动的角度不是准确的 W 而存在一误差  $\Delta W$ , 这将引起测量误差. 图 6 表示了这种偏差的影响. 这时假定主光束与参考晶体衍射面法线严格位于 XY 平面.

由于旋转轴为参考晶体反射圆锥轴, 所以这种偏差对参考晶体衍射峰位没有影响. 而样品的衍射面法线与旋转轴 OX 不重合, 这种偏差会使样品的衍射峰位变化. 图 6(a)中  $OA_i$  表示样品反射圆锥轴的正确位置, 这时衍射发生在入射线与母线  $B_i O$  重合的位置.

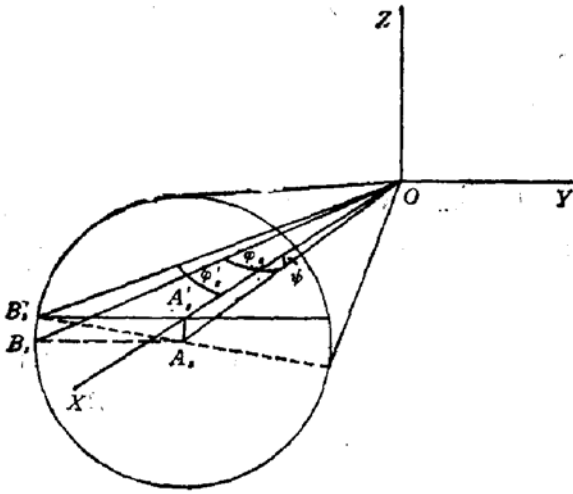


图 5 参考晶体衍射面法线偏离仪器平面对测定 Bragg 角的影响图示,  $OA_s$  为参考晶体衍射面法线,  $\psi$  为其与  $XY$  平面夹角,  $\varphi_s$  为反射圆锥半锥角的正确值,  $\varphi'_s$  为实际测量值

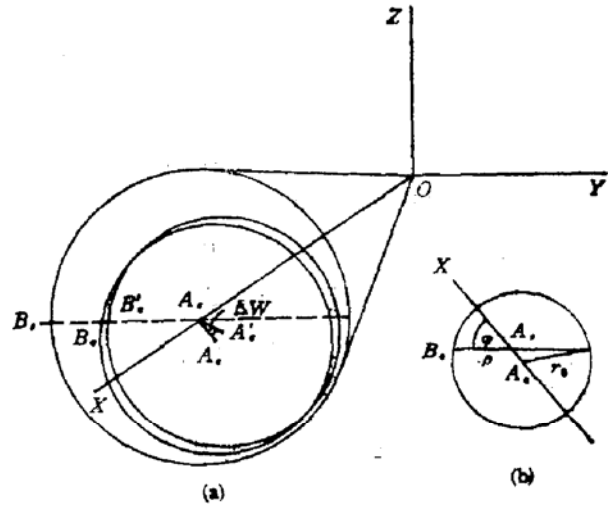


图 6 参考晶体与样品绕参考晶体衍射面法线转动误差  $\Delta W$  对 Bragg 角测量影响的图示,  $OA_s$  表示样品反射圆锥轴的正确位置,  $OA'_s$  表示因  $\Delta W$  造成反射圆锥的不正确位置,  $OB_s$  与  $OB'_s$  之间的夹角为引起的误差. (b) 为样品反射圆锥轴与  $OX$  轴的取向与测定误差大小关系的几何

$OA'_s$  表示转角  $W$  存在偏差  $\Delta W$  时反射圆锥轴的位置, 这时衍射发生在入射线与母线  $B'_sO$  重合的位置.  $\angle B_sOB'_s$  为  $\Delta W$  引起的测定样品 Bragg 角的误差. 显然, 对于同样的转角偏差  $\Delta W$ , 圆锥轴  $OA_s$  相对  $X$  轴的方位不同, 引起测定 Bragg 角的误差将不同. 可以证明, 当轴  $OA_s$  在  $XZ$  平面上即  $A_sA_s$  与  $XY$  平面呈  $90^\circ$  角时, 同样的  $\Delta W$  偏差引起 Bragg 角的测定误差最大.

图 6(b) 即图 6(a) 中圆心在  $A_s$  的小圆, 取  $A_sA_s$  方向为  $x$  轴,  $A_s$  为原点, 则其极坐标方程为:

$$r_0^2 = (\rho \cdot \cos \varphi + x_0)^2 + \rho^2 \sin^2 \varphi \tag{7}$$

$r_0$  为半径,  $x_0 = \overline{A_sA_s}$ . 由(7)式可得

$$\frac{d\rho}{d\varphi} = \frac{-\rho \cdot x_0 \cdot \sin \varphi}{\rho + x_0 \cdot \cos \varphi} \tag{8}$$

在图 6(a) 中, 设  $OA_s \cong OA'_s = L$ , 则

$$OB_s = R = L / \cos \varphi_s$$

$$A_sB_s = \rho_{B_s} = L \cdot \tan \varphi_s$$

$$\angle A_sOA_s = \psi_0 \cong x_0 / L$$

因  $x_0$  很小, 有  $\Delta \varphi \cong \Delta W$ .

考虑  $\Delta \varphi (\Delta W)$  引起  $\rho_{B_s}$  的变化  $\Delta \rho_{B_s}$ , 由(8)及上面各式得出:

$$\Delta \rho_{B_s} = \frac{-L \cdot \tan \varphi_s \cdot x_0 \cdot \sin \varphi}{L \cdot \tan \varphi_s + x_0 \cdot \cos \varphi} \cdot \Delta W$$

在图 6(a) 中,  $\Delta \rho_{B_s} = \overline{B_sB'_s}$ , 所以对应 Bragg 角的偏差为

$$\Delta \theta_c = \frac{-\Delta \rho_{B_s}}{R} = \frac{\sin \varphi_s \cdot \psi_0 \cdot \sin \varphi}{\tan \varphi_s + \psi_0 \cdot \cos \varphi} \cdot \Delta W \tag{9}$$

这便是因转角偏差  $\Delta W$  引起测量 Bragg 角的误差. 显然, 当  $\varphi = 90^\circ$  时, 有误差极大

值

$$(\Delta\theta_c)_{\max} = \cos\varphi_c \cdot b_0 \cdot \Delta W \quad (10)$$

仍以硅(400)反射为例,  $\varphi_c = 55.43^\circ$ , 设  $\phi_0 = 2^\circ$ , 应用(10)式, 当  $\Delta W = 0.1^\circ$  时,  $(\Delta\theta_c)_{\max} = 0.03$  毫弧度。可见这是误差的主要来源之一。

为减小  $\Delta W$  可通过同在  $XY$  平面的其他衍射的调节来校正  $W$ 。现以 GaAs 单晶为例说明调节的方法, 图 7 表示了 GaAs 单晶的取向。例如要测定(404)反射圆锥, 可选相继转角为  $90^\circ$ 。第一步将  $AA'$  线调节到仪器平面, 这时要通过调节晶体取向并使用光阑  $S_3$ , 使(404)与(333)反射束都在  $XY$  平面, 并由摇摆曲线测定样品反射圆锥一条母线的方位。下一步再将晶体绕 $\langle 404 \rangle$ 转  $90^\circ$ , 使  $BB'$  线在  $XY$  平面内, 这时要使(404)与(004)反射束都在  $XY$  平面内, 这样便使转角  $W$  有最小的误差。这里不妨称(333)与(004)等用来校正转角  $W$  的晶间为“校正晶面”, 那么转角  $W$  确定的原则便是要求能容易地找到“校正晶面”。设校正晶面法线与所要测定的反射圆锥轴夹角为  $\varphi$ , 校正晶面法线与  $XY$  平面偏差角度为  $\psi$ , 可以证明, 这时校正晶面与待测晶间两条法线确定的平面与  $XY$  平面的偏差角度

$$\Delta W = \psi / \sin \varphi \quad (11)$$

#### 4. 折射修正

对于近完美晶体, 点阵参数的测定必须考虑折射引起的偏差。这时 Bragg 定律不再严格成立, 实际测定的半衍射角  $\theta$  为:

$$\theta = \theta_0 + \Delta W_0 \quad (12)$$

$$\Delta W_0 = \frac{|\phi_0|}{2 \cdot \sin 2\theta_0} \cdot \left(1 + \frac{|\gamma_h|}{\gamma_0}\right) \quad (13)$$

$$\phi_0 = \frac{e^2 \lambda^2 F(0)}{m c^2 \pi V} \quad (14)$$

式中  $\theta_0$  为由 Bragg 定律确定的半衍射角,  $F(0)$  为一个单胞中的电子数,  $V$  为单胞体积,  $m, e$  分别为电子的静止质量与电荷,  $\lambda$  为 X 射线波长,  $\gamma_0, \gamma_h$  分别为入射波矢、反射波矢与晶体表面内法线夹角的余弦。

在实验中我们直接测定的是参考晶体与样品半衍射角的差  $\theta_s - \theta_r$ , 如果参考晶体与样品的折射修正项相差很小, 近似有

$$\theta_s - \theta_r = \theta_{s0} + \Delta W_{s0} - \theta_{r0} - \Delta W_{r0} \approx \theta_{s0} - \theta_{r0} \quad (15)$$

这样测定的结果可直接看做二者 Bragg 角之差, 而不需要进行折射修正。这要求参考晶体与样品的  $F(0)$  与  $V$  相近, 而且要避免极端掠入射的衍射, 因为当掠射角很小时, 二者的  $|\gamma_h|/\gamma_0$  项可能有很大差异。

除了上述几种误差来源外, 还有一种便是第二晶台绕其主轴的转角误差, 一般地这项误差与  $\Delta\theta_c$  构成了误差的主要部分。

### 四、GaSb<sub>x</sub>As<sub>1-x</sub>/GaAs 外延层晶胞参数的测定

样品为分子束外延生长的 GaSb<sub>x</sub>As<sub>1-x</sub>/GaAs 单晶, 衬底 GaAs 表面为(001), 外延

层中 Sb 含量很高, 外延层与衬底有较大的点阵参数差异. 实验中分别测定了倒易矢量  $d_{004}^*$ ,  $d_{104}^*$ ,  $d_{114}^*$ . 图 7 表示了  $d_{104}^*$  的测定几何. 在我们的实验中,  $\Delta\theta_A \leq 0.0003$  毫弧度,  $\Delta\theta_B \leq 0.0006$  毫弧度,  $\Delta\theta_C \leq 0.002$  毫弧度. 所有这些误差都大大小于第二晶台主轴转角误差(约为 0.3 毫弧度). 从而有误差  $\frac{\Delta d}{d} < 0.001$ . 结果为

$$\mathbf{a}^* = 0.164\mathbf{i}$$

$$\mathbf{b}^* = 0.001\mathbf{i} + 0.165\mathbf{j} - 0.001\mathbf{k}$$

$$\mathbf{c}^* = -0.001\mathbf{i} + 0.165\mathbf{k}$$

$$V^* = 0.00446$$

$$\mathbf{a} = 6.104\mathbf{i} - 0.037\mathbf{j} + 0.037\mathbf{k}$$

$$\mathbf{b} = 6.067\mathbf{j}$$

$$\mathbf{c} = 0.037\mathbf{j} + 6.067\mathbf{k}$$

$$a = 6.104, b = 6.067, c = 6.067$$

$$\alpha = 89.7^\circ, \beta = 89.7^\circ, \gamma = 90.3^\circ$$

晶胞体积  $V = 225$ . 图 8 表示了外延层晶胞与衬底的取向关系, 其中  $c$  轴为生长方向.

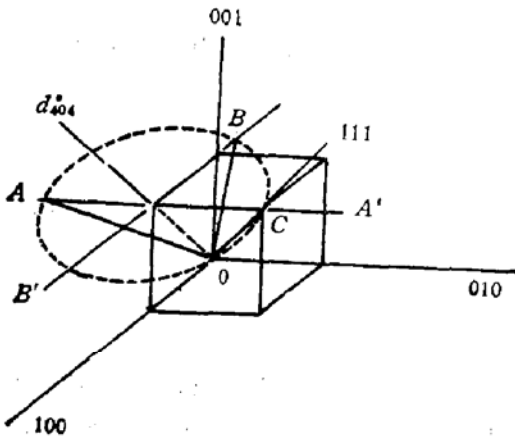


图 7  $\text{GaSb}_x\text{As}_{1-x}/\text{GaAs}$  样品  $d_{104}^*$  倒易矢量测定的几何, 要测定的反射圆锥母线为  $OA$ ,  $OB$ ,  $OC$ , 校正晶面分别选  $(333)$ ,  $(004)$

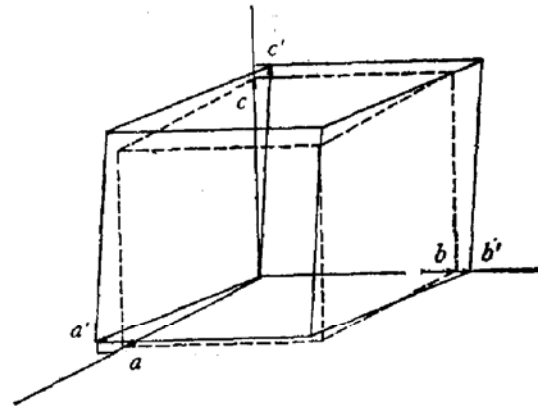


图 8  $\text{GaSb}_x\text{As}_{1-x}$  晶胞畸变及相对  $\text{GaAs}$  晶胞取向的示意图,  $a, b, c$  表示  $\text{GaAs}$  晶胞基矢,  $a', b', c'$  表示  $\text{GaSb}_x\text{As}_{1-x}$  晶胞基矢

结果表明,  $\text{GaSb}_x\text{As}_{1-x}$  外延层已不再为严格的立方结构, 产生的畸变也并非四方畸变. 其晶胞体积接近  $\text{GaSb}$  的晶胞体积 ( $V = 227$ ), 由于其晶胞仍接近立方结构, 可由其晶胞体积估算其平均点阵参数,

$$\bar{a} = \sqrt[3]{V} = 6.082 \text{ \AA}$$

依韦加定律

$$x = \frac{a_{\text{GaSbAs}} - a_{\text{GaAs}}}{a_{\text{GaSb}} - a_{\text{GaAs}}} \quad (16)$$

取  $a_{\text{GaAs}} = 5.6534 \text{ \AA}$ ,  $a_{\text{GaSb}} = 6.0961 \text{ \AA}$ , 得到  $x = 0.97$ .

$\text{GaSb}_x\text{As}_{1-x}$  晶胞的畸变表明, 在立方结构(001)衬底上生长 III-V 族化合物等立方结构外延层一定产生四方畸变的看法是不能认为当然成立的. 由失配产生的应力应当沿



着外延层与衬底的界面, 如果界面(衬底表面)不是严格平行于(001)晶面, 那么外延层受到的应力也将不平行于(001)晶面, 这可能是  $\text{GaSb}_x\text{As}_{1-x}$  晶胞产生上述畸变的原因。另外, 如果设想 As 原子在 GaSb 晶胞中替代 Sb 原子的占位是有序的, 而 As 原子的共价半径比 Sb 要小, 在这种情况下, 即使应力平行于(001)晶面, 晶胞也可能产生非四方畸变。本实验中没有对衬底的取向做精确测定, 因此目前不能给出进一步的说明。

本文的主要目的是介绍一种测定单晶晶胞参数的双晶衍射方法。测定中以参考单晶为标准, 其测量精度不会超过参考单晶, 因此参考单晶的选择以及其晶胞参数的可靠性是极为重要的。测定的结果是在测量状态下样品晶胞参数的实际结果, 例如对于外延单晶, 测定的结果是在受到衬底的应力作用下, 以及产生错配位错对应力的缓解状态下外延层的晶胞参数。因此可以由测定结果进一步计算出错配位错密度。对此本文不再进一步叙述。

感谢李爱珍教授提供了样品并进行了有益的讨论。

### 参 考 文 献

- [1] M. M. Tashima, L. W. Cook and G. E. Stillman, *J. Cryst. Growth*, **54**, 132(1981).
- [2] Y. Yamauchi, N. Susa and H. Kanbe, *J. Cryst. Growth*, **56**, 402(1982).
- [3] S. Komiya, S. Yamazaki, Y. Kishi, I. Umebu and T. Kotani, *J. Cryst. Growth*, **61**, 362(1983).
- [4] P. J. Wright, P. J. Parbrook and B. Cockayne, *J. Cryst. Growth*, **94**, 441(1989).
- [5] 王玉田, 李成基, 任庆余, 半导体学报 **10**, 637(1989).
- [6] W. J. Bartels and W. Nijman, *J. Cryst. Growth*, **44**, 518(1978).
- [7] J. Hornstra and W. J. Bartels, *J. Cryst. Growth*, **44**, 513(1978).
- [8] M. Fatemi, *J. Cryst. Growth*, **96**, 316(1989).
- [9] Xu Shunsheng and Li Runshen, *J. Appl. Cryst.*, **21**, 213(1988).

## Measurement of Unit Cell Parameters in Single Crystal by Double-Crystal Diffraction

Li Runshen and Zhu Nanchang

(Shanghai Institute of Metallurgy, Academia Sinica, Shanghai)

### Abstract

A double-crystal diffraction technique has been developed for measuring the unit cell parameters in single crystal wafers. It is based on comparing the sample to the standard crystal with the previously characterized unit cell parameters. The information obtained includes  $a, b, c, \alpha, \beta, \gamma$  of the sample as well as its orientation relative to the standard crystal. A detailed discussion about the measurement error and the improvement of precision has been given. The experiments show that the unit cell of the  $\text{GaSb}_x\text{As}_{1-x}$  ( $x \approx 0.97$ ) epitaxial layer on substrate GaAs is never cubic.

**Key words** Unit cell parameters, Double-crystal diffraction, X-ray diffraction