





**UNIVERSIDAD AUTONOMA DE SAN LUIS POTOSÍ**  
**FACULTAD DE CIENCIAS**



**OBTENCION DE PARAMETROS DE RED  
DE PELÍCULAS EPITAXIALES  
DE Ge/GaAs (11n)**

**TESIS**

**QUE PARA OBTENER EL GRADO DE**

**MAESTRO EN**

**CIENCIAS APLICADAS**

**PRESENTA:**

**ANDREA NAVARRO QUEZADA**

**ASESORES DE TESIS:**

**DR. ANGEL GABRIEL RODRIGUEZ VAZQUEZ  
DR. MIGUEL ANGEL VIDAL BORBOLLA**

**SAN LUIS POTOSÍ, S. L. P. MAYO 2005**



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE SAN LUIS POTOSÍ  
FACULTAD DE CIENCIAS



OBTENCION DE PARAMETROS DE RED  
DE PELÍCULAS EPITAXIALES  
DE Ge/GaAs (11n)

---

Ing. Andrea Navarro Quezada

**SINODALES:**

---

Dr. Ángel Gabriel Rodríguez Vázquez (Asesor)

---

Dr. Miguel Ángel Vidal Borbolla (Asesor)

---

Dr. Francisco Gabriel De Anda Salazar

---

Dr. Raúl Eduardo Balderas Navarro

SAN LUIS POTOSÍ, S.L.P. MAYO 2005

*A mis amigas del alma.*

*Aura*

*Yucana*

*Ana*

## Agradecimientos

Quisiera agradecerles a mis padres Rocío Quezada y Hugo Navarro por darme vida y brindarme todo el apoyo y los regaños necesarios para estar donde estoy ahora.

A mi hermana Aura por echarme porras y darme buenos consejos desde el viejo continente, además por ser mi ejemplo a seguir.

A mi perrita Peppi por alegrarme aún en mis días más estresantes.

Agradezco a mis asesores Dr. Ángel Gabriel Rodríguez y Dr. Miguel Ángel Vidal por todos los buenos consejos, su ayuda para llevar a cabo este proyecto de tesis en el tiempo programado y principalmente por brindarme su amistad. Al Dr. Ángel también por las innumerables horas de paciencia que me tuvo en su cubículo haciéndole preguntas. También por tomarse el tiempo de enseñarme a descifrar el diagrama de un circuito complicado y por darme la oportunidad de convertirme en asistente de técnico de Philips.

Debo agradecer al Dr. Raúl Balderas por las porras, la oblea de GaAs(001) y por contarme los meses que me faltaban para terminar. Al Dr. Francisco de Anda por aceptar la tarea de revisar mi trabajo de tesis.

A mis compañeros de laboratorio: Víctor Hugo Compeán y Macrina Calixto por su compañía y por amenizar los largos ratos de espera durante los crecimientos. A Irving Paul Vargas por su ayuda en el laboratorio y rayos X.

A mi amiga del alma Yucana por darme ánimos y escuchar mis quejas y desilusiones durante todo este tiempo.

Y por último, más no por eso el menos importante, debo decir que este trabajo no hubiera sido posible sin el apoyo moral y el cariño, en los tiempos más difíciles, de mi mejor y más querido amigo Gerardo Hernández, alias Oso. Gracias Amor.

# ÍNDICE

<b>Resumen</b>	<b>3</b>
<b>Capítulo 1. Introducción</b>	<b>4</b>
1.1 Antecedentes .....	4
1.2 Influencia de la dirección de crecimiento .....	5
1.3 Objetivo del trabajo .....	5
<b>Capítulo 2. Sistema de crecimiento y caracterización</b>	<b>7</b>
2.1 Introducción .....	7
2.2 RF-Sputtering .....	7
2.3 Crecimientos .....	10
2.4 Difractor de rayos X de alta resolución .....	11
2.4.1 Introducción .....	11
2.4.2 Descripción .....	12
2.4.3 Mediciones .....	14
1. Curvas de rotación .....	14
2. Mapeos en espacio recíproco .....	16
<b>Capítulo 3. Obtención de parámetros</b>	<b>19</b>
3.1 Introducción .....	19
3.2 Teoría elástica .....	19
3.3 Fórmulas generales .....	22
3.4 Parámetros de red a partir de mapeos en el espacio recíproco .....	30
<b>Capítulo 4. Análisis y discusión de resultados</b>	<b>32</b>
4.1 Introducción .....	32
4.2 Planos medidos .....	32
4.3 Curvas de rotación .....	33
4.4 Parámetros de red .....	41
a) Teoría elástica .....	41

b) Fórmulas generales y mapeos .....	43
4.5 Información de los mapeos .....	50
<b>Capítulo 5. Conclusiones</b>	<b>56</b>
<b>Apéndice 1. Fórmulas de Macrander</b>	<b>58</b>
<b>Apéndice 2. Análisis de las curvas de rotación.</b>	<b>60</b>
<b>Referencias Bibliográficas</b>	<b>63</b>

## Resumen

Se presenta el crecimiento de películas epitaxiales de Ge/GaAs en seis diferentes direcciones cristalográficas: [001] y [111] de alta simetría y [110], [112], [113] y [114] de baja simetría. Los crecimientos fueron realizados por la técnica de RF-sputtering con magnetrón y las películas fueron caracterizadas por difracción de rayos X de alta resolución (HRXRD). Las curvas de rotación obtenidas de HRXRD dan prueba del crecimiento de películas de buena calidad estructural en las seis direcciones trabajadas.

Se hizo uso sistemático de las mediciones de HRXRD para obtener los parámetros de red en la dirección de crecimiento y en el plano de las películas crecidas. La obtención de parámetros para la dirección [001] se hizo por medio de las fórmulas de Macrander y en este trabajo se proponen fórmulas generales para la obtención de parámetros de red para cualquier película crecida en una dirección de crecimiento  $[11n]$ . Los resultados de estas fórmulas generales son comparados y validados con la obtención de parámetros de red a partir de mapeos en espacio recíproco, obtenidos también de HRXRD. El análisis de mapeos para algunas muestras crecidas nos indica el crecimiento pseudo mórfico de películas de Ge/GaAs en todas las direcciones a diferentes tiempos.

Así como también se presenta una comparación de los resultados con resultados obtenidos a partir de la teoría elástica y se encuentra que es coincidente en un alto grado, debido al bajo desacople de esta heteroestructura.



# Capítulo 1

## Introducción

### 1.1 Antecedentes

En los últimos años las películas de Ge sobre GaAs han sido ampliamente estudiadas debido a sus importantes aplicaciones tecnológicas <sup>[1-5]</sup>.

Ambos materiales por separado tienen una vasta lista de aplicaciones: el GaAs se utiliza en emisores coherentes para almacenamiento y comunicación óptica, y dispositivos de alta velocidad operados en microondas, mientras que al Ge se le ha utilizado óptimamente en guías de onda debido a su alto índice de refracción ( $n=4$ ) <sup>[2]</sup>, que le facilita el confinamiento de la luz por reflexión total interna, así como en el campo de la microelectrónica debido a la alta movilidad intrínseca de huecos y su fuerte absorción en la región de 1-1.5  $\mu\text{m}$  <sup>[5]</sup>. Las heteroestructuras de Ge/GaAs, por otra parte, también han sido utilizadas en celdas solares <sup>[5]</sup>.

El Ge y el GaAs tienen estructuras cristalinas muy parecidas, diamante y zincblenda respectivamente, con casi los mismos parámetros de red  $a_0$  <sup>[6]</sup>:  $a_{0\text{Ge}}=5.6577 \text{ \AA}$  y  $a_{0\text{GaAs}}=5.6535 \text{ \AA}$ . Así mismo, el coeficiente de expansión térmica de ambos materiales es casi el mismo. Desafortunadamente, el Ga y el As son dopantes para el Ge que pueden incrementar la absorción en las guías de onda debido a absorción de portadores libres si se presenta ínter difusión.

El bajo desacople reticular entre ambos materiales, de alrededor del 0.1 %, es lo que ha hecho a estas heteroestructuras tan populares y fáciles de aplicar, debido a que el bajo desacople aísla los efectos de mosaicidad y cambios en composición.

Este bajo desacople ayuda al crecimiento de películas de alta calidad cristalina de Ge/GaAs a temperaturas por arriba de 400°C.

Existen numerosas técnicas de crecimiento para esta heteroestructura desde deposición por vapor <sup>[2]</sup> hasta epitaxia de haces moleculares (MBE) <sup>[7]</sup>. En este trabajo se utilizó la técnica de crecimiento por RF-sputtering, que como ha sido reportado, es un método que permite el crecimiento de películas de Ge/GaAs(001) de alta calidad estructural <sup>[4]</sup>.

## 1.2 Influencia de la dirección de crecimiento

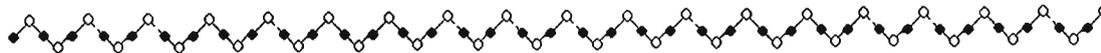
A pesar de que ya se han crecidos otro tipo de heteroestructuras como lo son capas de InGaAs/GaAs en substratos de diferentes orientaciones cristalográficas (112), (113), (631), etc., las heteroestructuras de Ge/GaAs estudiadas han sido mayormente crecidas en las direcciones de alta simetría [001] y [111]<sup>[1-5,7]</sup>. Sin embargo, el crecimiento de películas de Ge/GaAs en otra dirección cristalográfica con buena calidad estructural no ha sido reportado aún. La influencia de la dirección de crecimiento en sus propiedades ópticas y estructurales tampoco ha sido estudiada.

En un trabajo reciente sobre la influencia de la dirección de crecimiento en las propiedades físicas de aleaciones metaestables de  $(\text{GaAs})_{1-x}(\text{Ge}_2)_x$ <sup>[8]</sup> se reportó que las propiedades ópticas de estas aleaciones no se alteran debido a su dirección de crecimiento, ya que dependen únicamente de su orden a corto-alcance, mientras que las propiedades estructurales si, dado que éstas últimas dependen del orden a largo-alcance. Este trabajo reportó la evidencia de que el acomodo atómico está mayoritariamente gobernado por la dirección de crecimiento.

Una de las propiedades estructurales más importantes de los materiales es el espesor crítico ( $h_c$ ), que es el espesor al que comienza a relajar la película debido a la formación de dislocaciones. El espesor crítico de películas epitaxiales de Ge/GaAs(001) ha sido reportado con varios valores entre 1.2 a 1.6  $\mu\text{m}$ <sup>[1-4]</sup>, y en un trabajo reciente, alrededor de 1.8  $\mu\text{m}$  para películas crecidas por RF-sputtering, donde la determinación del espesor se obtuvo sistemáticamente por medio de rayos X de alta resolución (HRXRD)<sup>[9]</sup>. La influencia de la dirección de crecimiento en el espesor crítico ha sido calculada teóricamente para GaAs y Si<sup>[10]</sup>, donde se establece que la anisotropía elástica y los factores geométricos de la orientación afectan el valor del espesor crítico. De manera que para direcciones diferentes a la [001] el espesor crítico será menor, excepto para la dirección [111], para la cual será mayor. Dado que para cada dirección de crecimiento las dislocaciones tendrán una dirección de desplazamiento diferente.

### 1.3 Objetivo de la tesis

Es por esto que se consideró importante estudiar la influencia de la dirección de crecimiento en las propiedades estructurales de películas epitaxiales de Ge/GaAs, donde decidimos orientar nuestro trabajo a la obtención de parámetros de red de películas epitaxiales y pseudo mórnicas de Ge/GaAs para cualquier dirección de crecimiento  $[11n]$ , pues hasta el momento únicamente se conocen métodos de obtención de parámetros para redes cúbicas crecidas en la dirección  $[001]$  <sup>[11-14]</sup>.



## Capítulo 2

### Sistema de crecimiento y caracterización

#### 2.1. Introducción

En este capítulo se describirán tanto el sistema de crecimiento, un sistema de RF-sputtering con magnetrón, así como el sistema de caracterización, un difractómetro de rayos X de alta resolución, utilizados en la elaboración de este trabajo. Se explican también los dos tipos de mediciones que se pueden realizar con el difractómetro y sus aplicaciones.

#### 2.2. RF-sputtering con magnetrón

Las películas utilizadas en este trabajo se crecieron en un sistema de pulverización con magnetrón o *sputtering*.

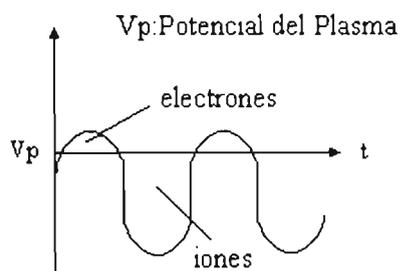
El método de *sputtering*, también conocido como erosión catódica, se basa en el principio de bombardeo de blancos (superficies a pulverizar) por partículas energéticas (iones, átomos neutros, neutrones o electrones), que producen el desprendimiento de átomos del blanco y la deposición de los mismos sobre un sustrato <sup>[15]</sup>.

El sistema de pulverización consta de un cátodo frío, donde se encuentra el blanco (de aquí viene su nombre *erosión catódica*), y un ánodo, donde se encuentra el sustrato. Se le llama cátodo frío, debido a que tiene un sistema de enfriamiento que evita el calentamiento del blanco durante el proceso de crecimiento debido a la acumulación de energía.

Los iones que se utilizan para realizar el bombardeo del blanco provienen de un plasma, en este caso de argón (Ar), ya que éstos no reaccionan químicamente con el blanco y además pueden ser acelerados fácilmente por un campo eléctrico dc o rf. En nuestro caso, se utilizó un campo rf (de radio frecuencia) dado que el blanco utilizado (Ge) es semiconductor, y éste tiene un lento reacomodo de cargas en su superficie, que si aplicáramos un voltaje dc presentaría una acumulación de carga positiva superficial, la cual ya no atraería a los iones de Ar<sup>+</sup> y por lo tanto cesaría el bombardeo.

Esto se puede entender de la siguiente manera: Si se aplica un voltaje  $V$  antes de iniciar el plasma, ambas caras del blanco estarán a un voltaje  $-V$  [15]. Al encenderse el plasma, el blanco se encuentra polarizado negativamente y es bombardeado por los iones positivos ( $Ar^+$ ). Con el tiempo el blanco semiconductor se carga positivamente debido a la pérdida de electrones en su superficie, causado por la neutralización de los iones positivos. Esto haría decaer el potencial de la superficie de manera que terminara cayendo hasta cero, lo cual extinguiría el plasma y por tanto la pulverización.

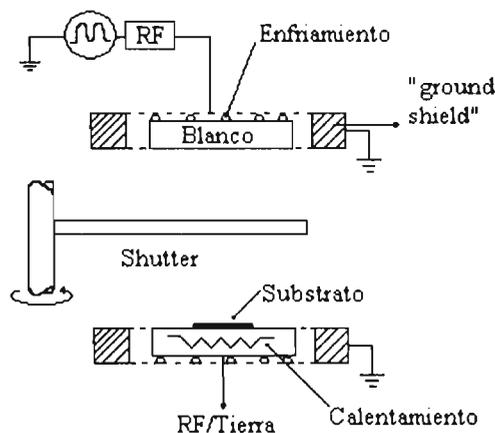
La aplicación de un voltaje rf ayuda a que el blanco cambie de polarización cada medio ciclo de cátodo a ánodo, evitando así la acumulación de carga positiva. La frecuencia es tal que no se permite la acumulación de carga iónica durante el ciclo en que un electrodo es cátodo ( $\sim 10$  a  $20$  MHz) [15]. Sin embargo, esto implica la pulverización del blanco solamente medio ciclo. No obstante, para ayudar a realizar la pulverización durante el mayor tiempo posible (durante el ciclo) se utiliza una caja de ajuste de impedancias. Esta caja evita que el blanco pierda su polarización, esto es, induce al electrodo blanco a mantener una polarización negativa. El comportamiento del potencial en el blanco queda entonces de la siguiente manera:



**Fig.2.1.** Potencial del blanco.

El comportamiento de este potencial se debe a que los iones de Ar son más grandes y pesados que los electrones que se desprenden del blanco, y por tanto más lentos. Esto nos dice que la corriente de electrones es más grande que la de iones, por lo tanto, para hacer que las dos corrientes sean iguales, se corre el potencial de forma que los electrones reciban menos impulso que los iones.

En la pulverización con magnetrón un campo magnético se superpone en el cátodo y la corriente. Los electrones muestran un movimiento cicloidal originado por el campo. El campo magnético está orientado de tal manera que las trayectorias de los electrones formen una espira cerrada, lo cual incrementa las colisiones entre electrones y moléculas del gas de pulverización (o plasma). Esto permite disminuir la presión del gas e incrementar la densidad del plasma, incrementando así también la densidad de corriente. Debido a la baja presión del gas las partículas pulverizadas atraviesan el espacio de descarga sin colisiones, generando así una mayor deposición sobre el sustrato.



**Fig. 2.2** Esquema de un sistema de RF-sputtering.

En la figura 2.2 podemos observar el sistema básico de un sistema de RF-sputtering, donde podemos ver que el blanco tiene a los lados un "ground shield", el cual sirve para confinar los choques de iones únicamente al blanco y no al resto del material que sujeta al blanco. Esto se hace con el fin de evitar la contaminación de la muestra por deposición de electrones del material de los lados del blanco. El shutter o compuerta se utiliza para controlar la deposición de átomos sobre el sustrato. A la hora del crecimiento el shutter debe permanecer abierto. El sistema de calentamiento consta de un calentador de grafito cubierto de nitruro de boro con el cual se alcanzan temperaturas de hasta 700°C.

El sustrato se coloca sobre un plato de molibdeno. En nuestro caso los sustratos de GaAs fueron adheridos al plato por medio de In, con el fin de asegurar la muestra a un punto fijo del plato.

### 2.3 Crecimientos

Se realizaron alrededor de 150 crecimientos en las 6 direcciones simultáneamente con flujos de Ar de entre 13.8-15 sccm, equivalentes a una presión de  $2 \times 10^{-2}$  mbar. Teniendo una potencia en el blanco de Ge (99.99999%) de 50 Watts, temperatura de crecimiento desde 450°C-580°C y temperatura de desoxidación desde 540°C-640°C por 2 minutos. Los substratos provenían de obleas de GaAs con diferentes orientaciones Epi-ready, sin dopaje, con resistividad  $> 1 \times 10^7$  ohmxcm y de dimensiones 50.8mm x 400 µm. La presión inicial en la cámara de crecimiento era de entre  $10^6$  y  $6.5 \times 10^7$  antes de cada crecimiento.

Se crecieron 5 series con el fin de encontrar una serie de buena calidad en todas las direcciones. La tabla 2.1 muestra las diferentes series con sus correspondientes temperaturas.

Serie	Temp. Desoxidación (°C)	Temp. Crecimiento (°C)	Direcciones	Tiempos (min)
A	560	470	[001][110][112][113][114]	10,30,40,100
B	610	520	[001][110][112][113][114]	10,30,60,90
C	610	560	[001][110][112][113][114]	30,40,90
X*	640	550	[001][110][112][113][114]	30,40,60,80,90,100
Z	<b>640</b>	<b>580</b>	<b>[001][110][111][112][113][114]</b>	<b>15,30,60,90</b>

\*Serie policristalina.

**Tabla 2.1** Crecimientos realizados.

La serie que se analizó en este trabajo es la serie Z, que está resaltada de la tabla con negritas, debido a que presentó las películas con mejor calidad cristalina y sin irregularidades.

## 2.3 Difractometro de Rayos X de alta resolución (HRXRD).

### 2.3.1 Introducción

La difracción de rayos X de alta resolución es una técnica no destructiva que permite determinar con gran precisión la orientación, tamaño y forma de la celda unitaria deformada de una película crecida sobre un sustrato.

La determinación de todos estos parámetros se basa principalmente en la Ley de difracción de Bragg  $2d\sin\theta=n\lambda$ , la cual se obtiene a partir de la representación de un cristal que está formado por un conjunto de planos paralelos, que están separados una distancia  $d$  entre sí, y de la incidencia de un haz de longitud  $\lambda$ , el cual es difractado por estos planos (ver Fig. 2.3a). Esta ley nos dice que un haz es difractado cuando la diferencia en trayectorias ( $2d\sin\theta$ ) entre los rayos difractados de planos adyacentes, es igual a un número entero de longitudes de onda.

En el espacio recíproco cada plano se representa por un punto, así una serie de planos se verán como una serie de puntos separados una distancia  $1/d$  entre sí, y los cuales se representan por un vector normal a los planos en el espacio real (Fig 2.3.b.). Tomemos un círculo de radio  $1/\lambda$  centrado en R, el cual pasa por uno de los puntos de la red recíproca P. Cuando un segundo punto Q de la red recíproca es tocado por este círculo, entonces la distancia entre P y Q será  $n/d$  y las distancias RP y RQ serán  $1/\lambda$  cada una. Comparando ambas figuras vemos que el ángulo PRQ es igual a  $2\theta$ , de manera que los planos reflejantes son paralelos a la bisectriz del ángulo, el haz incidente es paralelo a RP y el ángulo difractado es paralelo a RQ<sup>[16]</sup>. Entonces para este triángulo tenemos que:

$$n/d = PQ = 2RP\sin(2\theta/2) = 2\sin\theta/\lambda$$

lo cual es equivalente a la Ley de Bragg en el espacio real.

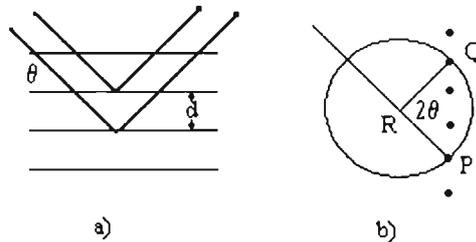


Fig. 2.3. Representación de la Ley de Bragg en:  
a) espacio real y, b) espacio recíproco.

### 2.3.2 Descripción

El difractómetro PHILIPS MRD de alta resolución, con el cual se trabajó, consta de lo siguiente:

1. Portamuestras o goniómetro, que controla la resolución angular.
2. Fuente de rayos X.
3. Monocromador tipo Bartels, que controla la divergencia angular.
4. Detector.

A continuación se describirán cada una de estas partes:

1. *Portamuestras o goniómetro*: El goniómetro, sobre el cual están las unidades omega y 2theta, es un plato base en el que se encuentra un sujetador, donde se coloca la muestra. Este sujetador puede realizar movimientos sobre omega, que le permite rotar sobre el eje del difractómetro, y además de que puede moverse en z, lo que permite hacer coincidir a la muestra con el eje del difractómetro. También puede rotar la muestra sobre un eje horizontal (psi) para que los planos reflectantes se alineen verticalmente y puede rotarla sobre un eje normal (phi) para escoger una dirección en la superficie horizontal. Puede acomodarse también en las direcciones x y y. En 2theta se mueve únicamente el detector, dejando a la muestra en el sujetador fija.

Los rangos de movimientos de los motores de cada una de estas diferentes unidades se presentan en la tabla 2.2.

Movimiento	Resolución	
	Paso Mínimo	Rango
$\omega$	0.00025°	De -180° a 180°
2 $\theta$	0.0005°	De -150° a 150°
$\phi$	0.1°	De -180° a 180°
$\psi$	0.001°	De -15° a 15°
$\omega-2\theta$	0.00025°	De -180° a 180°
X	1 mm	De -75mm a 75mm
Y	1 mm	De -75mm a 75mm

**Tabla 2.2** Rango de movimientos de las diferentes unidades.

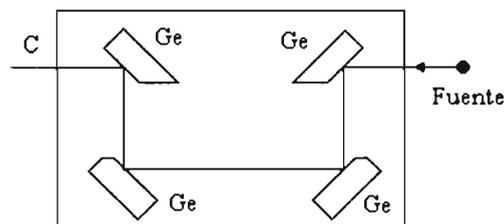
2. *Fuente de rayos X*: La fuente de rayos X tiene una potencia de 2200 Watts y 55 mA. Consta de un tubo de rayos X LFF (Long Fine Focus) con un ánodo de cobre, que emite con una longitud de onda de 1.540597 Å. Para obtener las mediciones se utilizaron valores de 35kV y 30 mA en la fuente.

3. *Monocromador tipo Bartels*: Los rayos X que salen de la fuente, anteriormente descrita, son colimados hacia un monocromador de tipo Bartels, el cual consiste de cuatro cristales de Ge (110) de alta calidad cristalina y que se pueden acomodar de cuatro maneras diferentes, las cuales se enuncian en la tabla 2.3. El monocromador a su vez, es el encargado de colimar el haz de rayos X con la menor divergencia posible.

Modo	Divergencia aproximada (arcseg)	Intensidad relativa
4 cristales (440)	5	0.08
4 cristales (220)	12	1
2 cristales (440)	600	0.3
2 cristales (220)	250	3

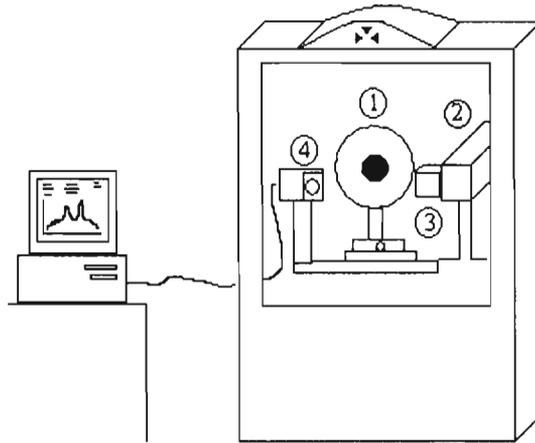
**Tabla 2.3.** Características de los 4 modos de difracción de un monocromador Bartels.

La configuración de cristales con la cual se trabajó es la de los cuatro cristales en la reflexión (220).



**Fig. 2.4.** Esquema del Monocromador Bartels con 4 cristales de Ge(220).

4. *Detector*: El detector utilizado en este equipo es de gas Ar y está unido a la unidad  $2\theta$  del goniómetro. Tiene un contador máximo de 500 000 cuentas.



**Fig.2.5.** Esquema del difractómetro de Rayos X: 1) Goniómetro, 2) Tubo de Rayos X, 3) Monocromador Bartels, y 4) Detector.

### 2.3.3. Mediciones

Con este equipo se pueden realizar diferentes mediciones: las curvas de rotación y los mapeos o mediciones en espacio recíproco.

1. Las curvas de rotación (rocking curves), en las cuales podemos distinguir picos de difracción de cada material generados por la interferencia constructiva de los haces difractados, se obtienen utilizando el difractómetro en la óptica básica de HRXRD. Este modo ofrece muy alta resolución y se utiliza para medir las curvas de rotación de películas epitaxiales las cuales difieren en parámetro de red con el substrato por una cantidad muy pequeña.

La obtención de las curvas de rotación involucra hacer un solo escaneo el cual colecta toda la intensidad disponible de los puntos de la red recíproca. Para lograr esto, se necesita mover todo el volumen de muestreo (el volumen en espacio recíproco sobre el cual se puede detectar un haz difractado) de tal manera que intercepte todos los puntos de la red recíproca conforme se mueve por la red recíproca. Este tipo de escaneo se realiza en Omega o  $\Omega/2\theta$ , donde el volumen de muestreo del difractor se mueve aproximadamente paralelo a los planos de reflexión y paralelo a la normal del plano de reflexión respectivamente.

Hay dos tipos de mediciones: simétrica y asimétrica.

- a) **Medición simétrica:** es aquella en la cual el ángulo de incidencia de los rayos X al plano es el mismo que el ángulo de salida de los rayos difractados (respecto a la superficie de la muestra). De este tipo de mediciones se puede obtener la distancia entre los planos paralelos a la superficie de la muestra, o ya sea la constante de red perpendicular al plano, para películas crecidas en direcciones normales a la superficie. Ejemplo de estos son: el plano (004) para la dirección [001], (220) para la [110], etc.

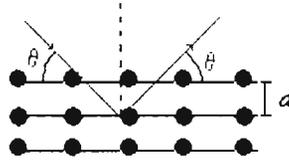


Fig.2.4. Plano de reflexión simétrico.

- b) **Medición asimétrica:** es la medición en la cual existe un ángulo  $\tau$  entre el plano de la superficie y el plano que se quiere medir, el cual no es paralelo a la superficie. En este caso el ángulo de entrada de los rayos X difiere del ángulo de salida con respecto a la superficie del cristal. Ejemplo de estos son: los planos (115) y (-1-15) para la dirección [001], (404) y (044) para la [112], etc.

El vector de la red recíproca de estos planos tiene una componente paralela a la superficie, de tal manera que a partir de estas mediciones se puede determinar tanto la constante de red paralela, como la perpendicular de la muestra, como se explica en el capítulo 3.

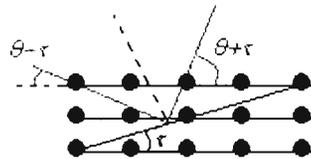


Fig.2.5. Plano de reflexión asimétrico (azul).

2. Los mapeos o mediciones en espacio recíproco se obtienen cambiando la óptica del difractómetro al modo de *triple eje*. Este modo se utiliza para realizar mediciones de dos dimensiones en el espacio recíproco. Las mediciones de este tipo se realizan con un escaneo en  $\Omega/2\theta$  con un corrimiento de  $\Omega$  entre cada escaneo, de modo que se produzcan áreas de espacio recíproco. Si el volumen de muestreo es pequeño a comparación con los puntos de la red recíproca, entonces podemos determinar la forma detallada de cada punto de la red recíproca. Este tipo de medición proporciona información sobre la relación en orientación entre sets de planos de la red con diferentes valores de distancia  $d$ .

Para obtener estos mapas el ángulo de aceptación del detector se reduce a unos cuantos segundos de arco por medio de introducir un cristal monocromático entre la muestra y el contador. Este cristal adicional se conoce como cristal analizador. Este arreglo proporciona una resolución de 12 segundos con una intensidad relativamente alta y es útil para distinguir el ensanchamiento entre picos debido a defectos y aquel causado por cambios en la composición. Esto se puede hacer, ya que los puntos en el espacio recíproco muestran cambios en su ancho y forma, lo que nos ayuda a determinar si la película tiene defectos, o si los cambios en su forma son debido a espesor.

La tabla 2.4 muestra las causas de ensanchamiento de puntos en el espacio recíproco y la dirección de ensanchamiento.

<b>Causa del ensanchamiento del punto en espacio recíproco</b>	<b>Dirección de ensanchamiento</b>
Espesor de la película	Perpendicular a la película
Cambios en parámetros de red	Radial desde el origen del espacio recíproco
Cambio en orientación (curvatura, pendientes)	Circunferencial alrededor del origen del espacio recíproco
Discontinuidades paralelas a la interfaz (fronteras de grano o formación de islas)	Paralela a la película

**Tabla 2.4.** Causas de ensanchamiento de los puntos en espacio recíproco.

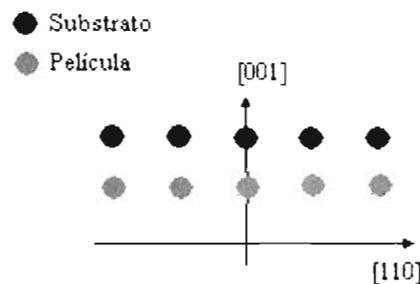
Los datos presentes en esta tabla son utilizados más adelante en el análisis de mapeos (Capítulo 4).

Para determinar la calidad estructural de capas epitaxiales necesitamos conocer cómo cambia la red recíproca con cambios estructurales.

Consideremos dos casos extremos: una película epitaxial completamente tensada y una completamente relajada.

Si la película está completamente tensada, la celda unitaria de la película se distorsiona elásticamente de tal manera que la sección de la celda unitaria paralela a la interfase coincide exactamente con la del sustrato. Si el parámetro de red en bulto de la película es mayor que la del sustrato entonces la celda unitaria de la película perpendicular a la interfase se expandirá para compensar una contracción paralela a la interfase. Si el parámetro de red en bulto es menor, entonces habrá expansión paralela a la interfase y contracción perpendicular a la misma.

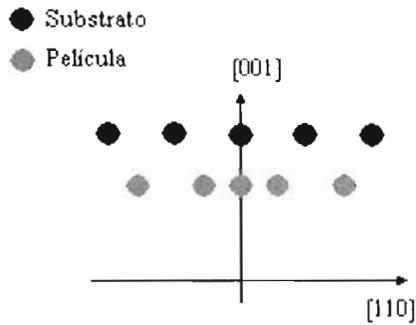
En la figura 2.6 se muestra la red recíproca para el sustrato y una película epitaxial completamente tensada. La película tiene la misma simetría que el sustrato en bulto, pero un parámetro de red más grande. Si el parámetro de red de la película fuera menor al del sustrato aparecería por arriba del punto del sustrato.



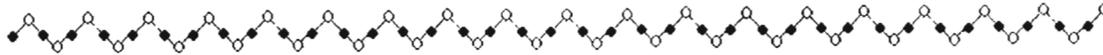
**Figura 2.6** Puntos en espacio recíproco para una película completamente tensada.

Cuando una capa epitaxial está completamente relajada tiene la misma estructura que tendría en bulto. Si la película tiene una constante de red mayor a la del sustrato esto implica que existirá incoherencia entre los dos parámetros de red paralelos a la interfase y deben existir defectos, normalmente conocidos como dislocaciones debido a desacople (mismatch dislocations).

La figura 2.7 muestra los puntos en espacio recíproco de una película completamente relajada. En la práctica una película está normalmente parcialmente relajada, aún cuando su espesor sea mucho mayor al espesor crítico. Ocasionalmente se presenta inclinación entre sustrato y película mientras la película se va relajando. La representación de las redes en espacio recíproco revela el estado exacto de relajación y la presencia de inclinación entre el sustrato y una película parcialmente relajada.



**Figura 2.7** Puntos en espacio recíproco para una película completamente relajada.



## Capítulo 3

### Obtención de parámetros de red de la película

#### 3.1 Introducción

Existen varios métodos para la obtención de parámetros de red de películas epitaxiales crecidas en la dirección  $[001]$  a partir de las separaciones angulares experimentales <sup>[11-14]</sup>, dentro de los cuales se encuentran el de la teoría elástica <sup>[12]</sup> y las fórmulas de Macrander <sup>[11]</sup>. Ambas consideran que la red de la película cambia de cúbica a tetragonal al crecer sobre el sustrato cúbico. Esto implica un esfuerzo y una deformación igual en las dos componentes paralelas al plano. Mientras la teoría elástica trabaja con la razón entre deformaciones, las fórmulas de Macrander se ayudan de la ley de difracción de Bragg y mediciones de rayos X para la obtención de parámetros, tal como se explica en el Apéndice 1[A1].

La obtención de parámetros para las otras direcciones trabajadas presenta un problema más complejo, ya que no podemos asegurar el cambio de red cúbica a tetragonal debido a la baja simetría de las direcciones. A continuación se describirá el procedimiento utilizado para obtener fórmulas generales para las direcciones  $[11n]$ .

Se presentará también el método de obtención de parámetros a partir de las mediciones de espacio recíproco (mapeos) obtenidas por HRXRD para todas las direcciones crecidas.

#### 3.2 Teoría elástica

La teoría elástica nos dice que <sup>[12]</sup>:

$$a_{\perp} = a_0(1 + \varepsilon_{\perp}) \quad (1) \qquad a_{\parallel} = a_0(1 + \varepsilon_{\parallel}) \quad (2)$$

donde  $a_{\perp}$  y  $a_{\parallel}$  son las constantes de red perpendicular y paralela, respectivamente de la película crecida cuya constante de red en bulto es  $a_0$  y está sometida a una deformación tetragonal, y  $\varepsilon_{\perp}$  y  $\varepsilon_{\parallel}$  son las deformaciones a las que está sometida la película.

Para las direcciones de alta simetría como lo son la [001] y la [111] la razón entre deformaciones es ya bien conocida, ya que las componentes de los tensores de estrés y deformación son bastantes simples. Sin embargo las direcciones de baja simetría muestran componentes tensoriales mucho más complicadas.

En un trabajo E. Anastassakis <sup>[16]</sup> supone que la deformación de la red es de cúbica a tetragonal para cualquier dirección de crecimiento, en donde se considera una deformación bisotrópica, esto es que la deformación en ambos vectores normales al plano  $x'_1, x'_2$  es la misma, por lo que en ese trabajo muestra que estas dos deformaciones para cualquier dirección de crecimiento, en la que se conozcan sus cosenos directores  $l_3, m_3, n_3$ , estará dada por:

$$\varepsilon_{\perp} = -(\varepsilon_{\parallel} / \Delta)[2C_{12}C_{44}^2 + (CC_{44} / 2)(C_{11} + 3C_{12})X(1 - T_{33}) + C^2(2C_{11} + 4C_{12} - C_{44})(l_3m_3n_3)^2] \quad (3)$$

donde

$$B = \frac{C_{11} + 2C_{12}}{3}, \quad (4)$$

$$C \equiv C_{11} - C_{12} - 2C_{44}, \quad (5)$$

$$\Delta = C_{11}C_{44}^2 + (CC_{44} / 2)(C_{11} + C_{12})(1 - T_{33}) + C^2(C_{11} + 2C_{12} + C_{44})(l_3m_3n_3)^2, \quad (6)$$

y  $B$  es el módulo de bulto,  $C_{11}, C_{12}, C_{44}$  son las constantes elásticas de la película y  $T_{33}$  es una componente del tensor de transformación  $T$  que nos lleva el origen del sistema a una base generada por el vector de la dirección de crecimiento ( $x'_3$ ) y sus dos vectores ortogonales en el plano ( $x'_1, x'_2$ ).

Este tensor de transformación  $T$  cumple con la siguiente relación:

$$C'_{ij} = C_{ij} + C(T_{ij} - T_{ij}^0) \quad (7)$$

donde  $T_{ij}^0 = 1$  para  $i=j < 3$  y cero para cualquier otro valor, y donde sabemos que

$$\sigma'_i = C'_{ij} \varepsilon'_j.$$

A partir de este trabajo pudimos verificar la razón entre deformaciones para las direcciones [112] y [110] y obtener las de las direcciones [113] y [114]. La siguiente tabla (Tabla 3.1) nos muestra la razón entre deformaciones para todas las direcciones trabajadas.

Dirección de crecimiento	$\varepsilon_{\perp} / \varepsilon_{\parallel}$
[001]	$-2C_{12} / C_{11}$
[110]	$-\left( \frac{C_{11} + 3C_{12} - 2C_{44}}{C_{11} + C_{12} + 2C_{44}} \right)$
[111]	$-2 \left( \frac{C_{11} + 2C_{12} - 2C_{44}}{C_{11} + C_{12} + 4C_{44}} \right)$
[112]	$-\left[ \frac{3(C_{11} - C_{12} + C_{44})(C_{11} + 3C_{12} - 2C_{44}) + C^2}{3(C_{11} - C_{12} + C_{44})(C_{11} + C_{12} + 2C_{44}) - C^2} \right]$
[113]	$-\left[ \frac{18(C_{11} - C_{12})(C_{11} + 2C_{12}) - 4C_{44}(C_{44} - 42C_{12} + \frac{17}{2}C_{11})}{9(C_{11} - C_{12})(C_{11} + 2C_{12}) + C_{44}(4C_{44} - 34C_{12} + 10C_{11})} \right]^*$
[114]	$-\left[ \frac{16(C_{11} - C_{12})(C_{11} + 2C_{12}) - C_{44}(31C_{11} - 259C_{12} + 2C_{44})}{8(C_{11} - C_{12})(C_{11} + 2C_{12}) + C_{44}(145C_{11} - 31C_{12} + 2C_{44})} \right]^*$

\* Razones obtenidas en este trabajo.

**Tabla 3.1** Razón entre deformaciones elásticas  $\varepsilon_{\perp} / \varepsilon_{\parallel}$ .

Conociendo esta razón entre deformaciones, a partir de los valores de las constantes elásticas del Ge a temperatura ambiente (300 K)  $C_{11} = 12.87$ ,  $C_{12} = 4.77$  y  $C_{44} = 6.67$  en  $10^{11}$  N/m<sup>2</sup>, es posible calcular el valor del parámetro de red perpendicular  $a_{\perp}$  que debería tener nuestra película de Ge crecida pseudo mórficamente sobre un sustrato de GaAs en cualquiera de las direcciones de crecimiento mencionadas en la tabla 3.1. Esto se hace a partir de combinar las ecuaciones (1) y (2):

$$a_{\perp} = a_{0Ge} - \left( \frac{\varepsilon_{\perp}}{\varepsilon_{\parallel}} \right) (a_{0Ge} - a_{0GaAs}) \quad (8)$$

Obteniendo este valor podemos comparar con los parámetros de red calculados por medio de cualquiera de los dos métodos mencionados a continuación y verificar si se tienen crecimientos pseudo mórficos.

Utilizando teoría elástica y la separación angular entre el pico del sustrato y la película en una reflexión simétrica es posible obtener el parámetro red perpendicular a partir de <sup>[18]</sup>:

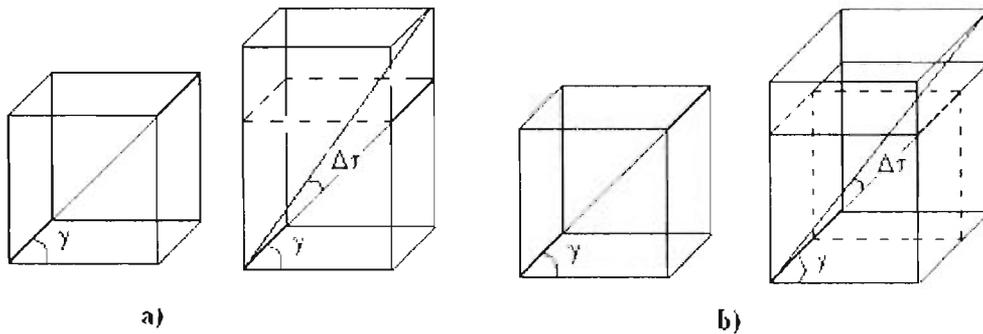
$$a_{\perp} = a_0 \frac{\sin \theta_s}{\sin(\theta_s + \Delta\theta)} \quad (9)$$

donde  $a_0$  es la constante de red del sustrato,  $\theta_s$  es el ángulo de Bragg del sustrato y  $\Delta\theta$  es la separación angular entre los picos de difracción. La deformación en la dirección de crecimiento ( $\varepsilon_{\perp}$ ) se obtiene a partir de (1). Entonces conociendo la razón entre deformaciones (tabla 3.1) obtenemos  $\varepsilon_{\parallel}$  y de ahí sustituimos este valor en (2) para obtener el parámetro paralelo o en el plano  $a_{\parallel}$ .

### 3.3 Fórmulas generales

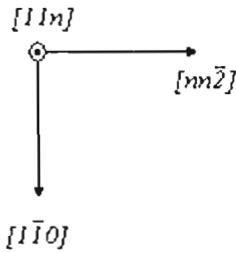
Para resolver el problema de las direcciones (110), (111), (112), (113) y (114) se propuso un cambio de red de cúbica a ortorrómbica ( $a \neq b \neq c$  y  $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ ) y se consideró que el esfuerzo, así como la deformación, en las dos componentes paralelas al plano, serían de diferente magnitud (Fig.3.1).

Aunque no podemos asegurar que los ángulos  $\alpha$ ,  $\beta$ , y  $\gamma$  permanecen inalterados durante la deformación, tenemos que recordar que estamos haciendo una aproximación, en la cual estamos suponiendo que éstos cambian muy poco, de manera que se pueden suponer constantes.



**Fig.3.1.** Deformación de cúbica a. a) tetragonal, y b) ortorrómbica.

Partiendo de una dirección de crecimiento  $[11n]$ , donde vamos a considerar primero que  $n$  es un entero impar, tenemos que sus vectores ortogonales estarán dados por:



**Fig.3.2.** Vectores en el plano  $(11n)$ .

$$\begin{aligned} \hat{x}_1 &= \frac{1}{\sqrt{2}} \langle 110 \rangle \\ \hat{x}_2 &= \frac{1}{\sqrt{2}\sqrt{n^2+2}} \langle nn2 \rangle \\ \hat{x}_3 &= \frac{1}{\sqrt{n^2+2}} \langle 11n \rangle \end{aligned} \quad (10)$$

En el espacio real vamos a definir los vectores de la red del sustrato y la película como (ver Fig.3.2.):

$$\begin{aligned} a_1 &= \frac{\sqrt{2}}{2} a_0 \hat{x}_1 & \bar{a}_{1l} &= a_{1l} \hat{x}_1 \\ a_2 &= \sqrt{2}\sqrt{n^2+2} a_0 \hat{x}_2 & \bar{a}_{2l} &= a_{1l2} \hat{x}_2 \\ a_3 &= \sqrt{n^2+2} a_0 \hat{x}_3 & \bar{a}_{3l} &= a_{\perp} \hat{x}_3 \end{aligned} \quad \begin{matrix} \text{(a)} \\ \text{(b)} \end{matrix} \quad (11)$$

respectivamente. Donde tenemos que

$$|\bar{a}_{1l}| = a_{1l} = \frac{\sqrt{2}}{2} a_0, |\bar{a}_{2l}| = a_{1l2} = \frac{\sqrt{n^2+2}}{\sqrt{2}} a_0 \quad (12)$$

para un crecimiento pseudo mórfico.

Ahora en el espacio recíproco los vectores de la red estarán definidos por:

$$\begin{aligned} \bar{A}_1 &= \frac{\hat{x}_1}{\sqrt{2}a_0} & \bar{A}_{1l} &= \frac{\hat{x}_1}{a_{1l}} \\ \bar{A}_2 &= \frac{\hat{x}_2}{\sqrt{2}(\sqrt{n^2+2})a_0} & \bar{A}_{2l} &= \frac{\hat{x}_2}{a_{1l2}} \\ \bar{A}_3 &= \frac{\hat{x}_3}{(\sqrt{n^2+2})a_0} & \bar{A}_{3l} &= \frac{\hat{x}_3}{a_{\perp}} \end{aligned} \quad \begin{matrix} \text{(a)} \\ \text{(b)} \end{matrix} \quad (13)$$

Hacemos una rotación de ejes en el espacio recíproco, de manera que el vector de la dirección de crecimiento  $[11n]$  coincida con el eje del vector unitario  $\langle 001 \rangle$ , tal que tengamos una nueva base formada por los vectores  $\langle 11n \rangle, \langle 1\bar{1}0 \rangle$  y  $\langle nn\bar{2} \rangle$ .

Entonces podemos definir una distancia a un punto del espacio recíproco, dado por un vector  $\vec{H}$  como:

$$\vec{H} = h' \vec{A}_{1s,l} + k' \vec{A}_{2s,l} + l' \vec{A}_{3s,l} \quad (14)$$

donde los índices primos indican unos nuevos índices debido a la rotación de ejes. Estos nuevos índices serán los que describirán un plano en el nuevo sistema de coordenadas con el eje  $\langle 11n \rangle$  a lo largo del eje  $\langle 001 \rangle$ .

A partir del vector  $\vec{H}$  encontramos la relación de transformación entre los índices de Miller primos y los no primos. De donde se obtiene un resultado interesante:

$$\begin{bmatrix} h' \\ k' \\ l' \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1 & -1 & 0 \\ n & n & -2 \\ 1 & 1 & n \end{bmatrix} \begin{bmatrix} h \\ k \\ l \end{bmatrix} \quad (15)$$

Luego, para obtener la proyección del vector  $\vec{H}$  sobre el vector  $\vec{A}_3$  (que es el vector  $\langle 11n \rangle$ ) vamos a utilizar el producto punto entre estos dos vectores, de modo tal que:

$$\vec{H}_{s,l} \cdot \vec{A}_{3s,l} = |\vec{H}_{s,l}| |\vec{A}_{3s,l}| \cos \gamma'_{s,l} \quad (16)$$

con los subíndices  $s,l$  indicando sustrato y película respectivamente, y  $\cos \gamma'_{l'} = \cos(\gamma'_{s'} + \Delta\tau)$ , donde  $\Delta\tau$  es el cambio del ángulo  $\gamma$  cuando la red cúbica se deforma. El ángulo  $\gamma'$  es aquel que se forma entre un plano inclinado y la dirección de crecimiento. El cambio  $\Delta\tau$  se obtiene a partir de las mediciones de curvas de rotación de dos planos asimétricos complementarios para cada dirección, tal como se explica en el Apéndice 2 [A2].

Así obtenemos un ángulo  $\gamma'_{s'}$  para el sustrato y uno  $\gamma'_{l'}$  para la película dados en función de un coseno por:

$$\cos \gamma'_s = \frac{2l'}{\sqrt{(n^2 + 2)h'^2 + k'^2 + 2l'^2}} \quad \text{(a)} \quad \cos(\gamma'_s + \Delta\tau) = \frac{l'}{a_{\perp} \sqrt{\frac{h'^2}{a_{||1}^2} + \frac{k'^2}{a_{||2}^2} + \frac{l'^2}{a_{\perp}^2}}} \quad \text{(b)} \quad (17)$$

A partir de los cuales podemos obtener el seno:

$$\sin \gamma'_s = \frac{\sqrt{(n^2 + 2)h'^2 + k'^2}}{\sqrt{(n^2 + 2)h'^2 + k'^2 + 2l'^2}} \quad \text{(a)} \quad \sin(\gamma'_s + \Delta\tau) = \frac{\sqrt{a_{||2}^2 h'^2 + a_{||1}^2 k'^2}}{a_{||1} a_{||2} \sqrt{\frac{h'^2}{a_{||1}^2} + \frac{k'^2}{a_{||2}^2} + \frac{l'^2}{a_{\perp}^2}}} \quad \text{(b)} \quad (18)$$

De la cristalografía sabemos que el inverso de la magnitud del vector  $\vec{H}$  será la distancia a un plano en el espacio real, así que esta distancia será:

$$d_s = \frac{1}{|\vec{H}|} = \frac{\sqrt{2} \sqrt{n^2 + 2} * a_0}{\sqrt{(n^2 + 2)h'^2 + k'^2 + 2l'^2}} \quad (19)$$

para el substrato. De igual manera para la película,

$$d_l = \frac{1}{\sqrt{\frac{h'^2}{a_{||1}^2} + \frac{k'^2}{a_{||2}^2} + \frac{l'^2}{a_{\perp}^2}}} \quad (20)$$

Recordando el resultado de la Ley de difracción de Bragg  $\lambda = 2d \sin \theta$ , tenemos que debido a que la longitud de onda de difracción (en este caso de Rayos X) será la misma tanto para película como para substrato, entonces obtenemos:

$$\frac{\sqrt{2} \sqrt{n^2 + 2} * a_0}{\sqrt{(n^2 + 2)h'^2 + k'^2 + 2l'^2}} \sin \theta'_s = \frac{1}{\sqrt{\frac{h'^2}{a_{||1}^2} + \frac{k'^2}{a_{||2}^2} + \frac{l'^2}{a_{\perp}^2}}} \sin \theta'_l \quad (21)$$

donde  $\theta'_s$  y  $\theta'_l$  son los ángulos de difracción del substrato y película respectivamente utilizando los índices primos, y donde  $\theta'_l = \theta'_s + \Delta\theta$ . Y  $\Delta\theta$  es la separación entre los picos de película y substrato en la curva de rotación de una medición simétrica por rayos X.

Con ayuda de las ecuaciones (17a) y (17b) vemos que esta igualdad se puede reescribir en función de los ángulos  $\gamma'$ , de donde haciendo los despejes adecuados, encontramos una ecuación para la obtención del parámetro de red perpendicular  $a_{\perp}$ :

$$a_{\perp} = \sqrt{n^2 + 2} \frac{a_0 \sin \theta'_s \cos \gamma'_s}{\sin(\theta'_s + \Delta\theta) \cos(\gamma'_s + \Delta\tau)} \quad (22)$$

De igual manera podemos reescribir la ec. (21) en función de los senos y realizar los despejes necesarios. Lo que nos queda, es una ecuación en función de ambos parámetros paralelos  $a_{\parallel 1}$  y  $a_{\parallel 2}$ . Entonces, de la relación que existe entre estos dos parámetros en el substrato (de (12)) y la cual sabemos debe ser la misma para los parámetros de la película, y además debe ser mantenida durante la deformación

$$a_{\parallel 2} = \sqrt{n^2 + 2} a_{\parallel 1} \quad (23)$$

vamos a obtener las expresiones correspondientes para cada uno de los parámetros paralelos de nuestra película.

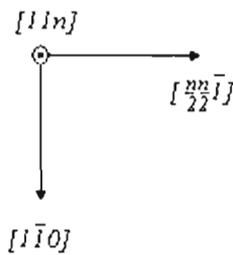
Así tenemos que

$$a_{\parallel 1 [1\bar{1}0]} = \frac{\sqrt{2} a_0 \sin \theta'_s \sin \gamma'_s}{2 \sin(\theta'_s + \Delta\theta) \sin(\gamma'_s + \Delta\tau)} \quad (24a)$$

$$a_{\parallel 2 [m\bar{2}]} = \frac{\sqrt{n^2 + 2} a_0 \sin \theta'_s \sin \gamma'_s}{\sqrt{2} \sin(\theta'_s + \Delta\theta) \sin(\gamma'_s + \Delta\tau)} \quad (24b)$$

para cualquier dirección de crecimiento  $[1\bar{1}n]$  con  $n$  impar.

En el caso en el que  $n$  es par sólo se presentan unos pequeños cambios en los vectores ortogonales, que ahora son:



$$\begin{aligned}
 \hat{x}_1 &= \frac{1}{\sqrt{2}} \langle 110 \rangle \\
 \hat{x}_2 &= \frac{\sqrt{2}}{\sqrt{n^2 + 2}} \left\langle \frac{n}{2} \frac{n}{2} \bar{1} \right\rangle \\
 \hat{x}_3 &= \frac{1}{\sqrt{n^2 + 2}} \langle 11n \rangle
 \end{aligned} \tag{25}$$

**Fig.3.4.** Vectores en el plano  $(11n)$  con  $n$  par.

Este cambio produce cambios en la matriz de transformación de los índices de Miller, de manera que nos queda:

$$\begin{bmatrix} h' \\ k' \\ l' \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1 & -1 & 0 \\ n/2 & n/2 & -1 \\ 1 & 1 & n \end{bmatrix} \begin{bmatrix} h \\ k \\ l \end{bmatrix} \tag{26}$$

con  $n$  par.

Sin embargo, las ecuaciones (22), (23) y (24) quedan inalteradas a pesar de este pequeño cambio para cualquier  $n$  par o cero.

Las ecuaciones (22) y (24) son consistentes con los resultados calculados por separado para cada una de las direcciones utilizadas en este trabajo, es por esto, que pudimos ampliarlos para cualquier dirección de crecimiento  $[11n]$ .

Las tablas 3.2 a 3.4 presentan las ecuaciones obtenidas para cada una de las direcciones estudiadas, así como los átomos que están en cada plano de crecimiento <sup>[8]</sup>.

Recordemos que las fórmulas que aparecen para la dirección  $[001]$  son las expresiones utilizadas por Macrander, que se explican en el apéndice 1 [A1].

Las expresiones obtenidas para las demás direcciones  $[110]$  a  $[114]$ , consideran la existencia de dos parámetros de red paralelos a la interfase entre película y substrato ( $a_{11}$  y  $a_{12}$ ), de manera que ya no se tiene una base cuadrada, sino rectangular, tal como se puede apreciar de los dibujos de los átomos en cada plano.

Dirección	[100]	[110]
$a_{\perp}$	$a_{\perp} = a_0 \frac{\sin \theta_s \cos \gamma_s}{\sin(\theta_s + \Delta\theta) \cos(\gamma_s + \Delta\tau)}$	$a_{\perp} = \frac{\sqrt{2}}{2} a_0 \frac{\sin \theta'_s \cos \gamma'_s}{\sin(\theta'_s + \Delta\theta) \cos(\gamma'_s + \Delta\tau)}$
$a_{//1}$	$a_{//1} = a_0 \frac{\sin \theta_s \sin \gamma_s}{\sin(\theta_s + \Delta\theta) \sin(\gamma_s + \Delta\tau)}$	$a_{//1[001]} = a_0 \frac{\sin \theta'_s \sin \gamma'_s}{\sin(\theta'_s + \Delta\theta) \sin(\gamma'_s + \Delta\tau)}$
$a_{//2}$	$a_{//1} = a_{//2}$	$a_{//2[1\bar{1}0]} = \frac{\sqrt{2}}{2} a_{//1[001]}$
Átomos en el plano		

Tabla 3.2 Fórmulas para las direcciones [001] y [110].

Dirección	[111]	[112]
$a_{\perp}$	$a_{\perp} = \sqrt{3}a_0 \frac{\sin \theta'_s \cos \gamma'_s}{\sin(\theta'_s + \Delta\theta) \cos(\gamma'_s + \Delta\tau)}$	$a_{\perp} = \sqrt{6}a_0 \frac{\sin \theta'_s \cos \gamma'_s}{\sin(\theta'_s + \Delta\theta) \cos(\gamma'_s + \Delta\tau)}$
$a_{//1}$	$a_{//1[1\bar{1}0]} = \frac{\sqrt{2}}{2} a_0 \frac{\sin \theta'_s \sin \gamma'_s}{\sin(\theta'_s + \Delta\theta) \sin(\gamma'_s + \Delta\tau)}$	$a_{//1[1\bar{1}0]} = \frac{\sqrt{2}}{2} a_0 \frac{\sin \theta'_s \sin \gamma'_s}{\sin(\theta'_s + \Delta\theta) \sin(\gamma'_s + \Delta\tau)}$
$a_{//2}$	$a_{//2[11\bar{2}]} = \sqrt{3}a_{//1[1\bar{1}0]}$	$a_{//2[1\bar{1}1]} = \sqrt{6}a_{//1[1\bar{1}0]}$
Átomos en el plano		

Tabla 3.3 Fórmulas generales para las direcciones [111] y [112].

Dirección	[113]	[114]
$a_{\perp}$	$a_{\perp} = \sqrt{11}a_0 \frac{\sin \theta'_s \cos \gamma'_s}{\sin(\theta'_s + \Delta\theta) \cos(\gamma'_s + \Delta\tau)}$	$a_{\perp} = 3\sqrt{2}a_0 \frac{\sin \theta'_s \cos \gamma'_s}{\sin(\theta'_s + \Delta\theta) \cos(\gamma'_s + \Delta\tau)}$
$a_{//1}$	$a_{//1 110} = \frac{\sqrt{2}}{2} a_0 \frac{\sin \theta'_s \sin \gamma'_s}{\sin(\theta'_s + \Delta\theta) \sin(\gamma'_s + \Delta\tau)}$	$a_{//1 \bar{1}01} = \frac{\sqrt{2}}{2} a_0 \frac{\sin \theta'_s \sin \gamma'_s}{\sin(\theta'_s + \Delta\theta) \sin(\gamma'_s + \Delta\tau)}$
$a_{//2}$	$a_{//2 332} = \sqrt{11}a_{//1 \bar{1}01}$	$a_{//2 22\bar{1}} = 3\sqrt{2}a_{//1 110}$
Átomos en el plano		

Tabla 3.3 Fórmulas generales para las direcciones [113] y [114].

### 3.4 Parámetros de red a partir de mapeos en el espacio recíproco

El desajuste de red entre sustrato y película también puede calcularse a partir de los mapeos en espacio recíproco. Para esto se necesita el mapeo de una muestra en una dirección asimétrica. Determinando teóricamente las coordenadas que deberían de tener los puntos para sustrato y película en el espacio recíproco, e igualándolas a las coordenadas obtenidas del mapeo experimental se obtiene de manera directa los parámetros de red paralelos y perpendiculares tanto para sustrato como para película.

Para entender este procedimiento pongamos como ejemplo un mapeo en espacio recíproco (graficado en unidades de espacio recíproco) de la dirección asimétrica (224) para una muestra de Ge/GaAs(001) (Fig. 3.5).

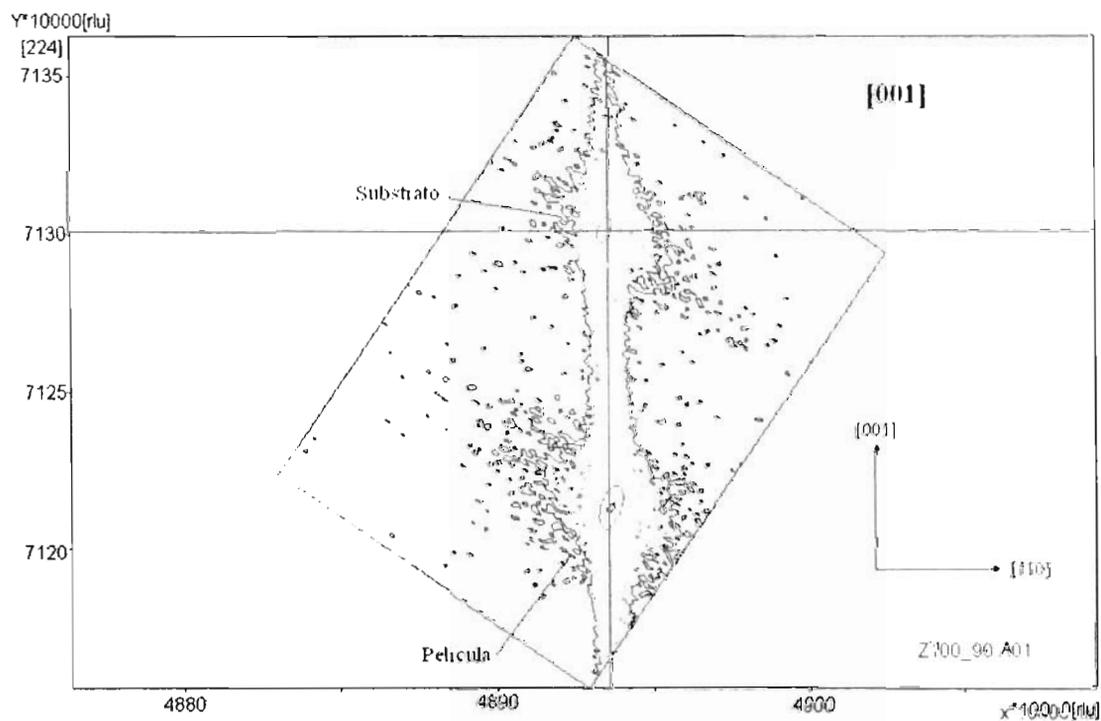
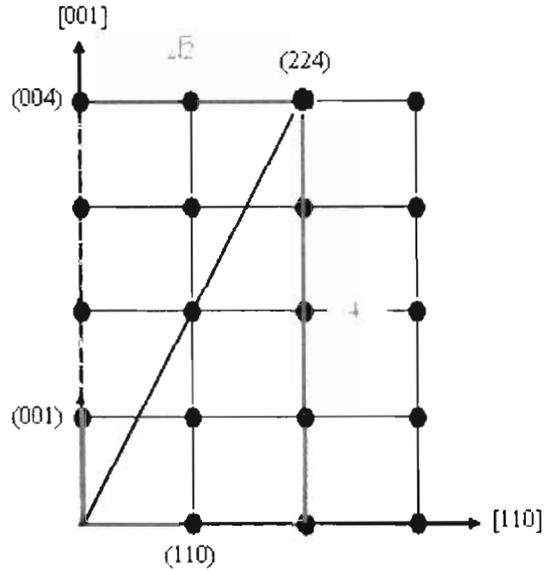


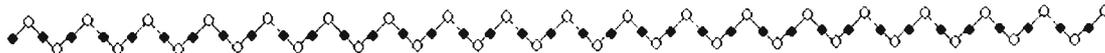
Fig 3.5. Mapeo en espacio recíproco del plano 224.

El punto en espacio recíproco en 224 para el sustrato tendrá coordenadas  $2\sqrt{2}/a_s, 4/a_s$ . De igual manera para la película las coordenadas serán  $2\sqrt{2}/a_u, 4/a_u$ . Esto se puede ver más claramente de la siguiente representación en espacio recíproco (Fig. 3.6).



**Figura 3.6** Espacio recíproco definido por los vectores  $[001]$  y  $[110]$ .

Vamos a encontrar que las coordenadas del punto del sustrato en el plano  $(224)$  deberán ser  $(0.500296652, 0.707526311)$ , ya que conocemos  $a_s$ , que es el parámetro del sustrato. Entonces las dimensiones de la celda unitaria tetragonal de la película pueden ser calculadas directamente de las separaciones horizontal y vertical de los dos puntos del espacio recíproco.



## Capítulo 4

### Análisis y discusión de resultados

#### 4.1 Introducción

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos por medio de las fórmulas generales, descrito en el capítulo 3, y se hace la comparación con los parámetros ideales pseudo mórficos obtenidos de la teoría elástica y del trabajo de Anastassakis, así como también se comparan con los obtenidos por medio de los mapeos para algunas muestras.

Con el fin de ilustrar este último método, se presenta un breve análisis de tres mapeos.

#### 4.2 Planos medidos

Es importante recordar que un plano simétrico es aquel que es paralelo al plano de crecimiento, mientras que un plano asimétrico es aquel que forma un ángulo  $\gamma$  con el plano de la dirección de crecimiento.

A partir de esto, obtuvimos rocking curves (RC) de planos simétricos para casi todas las direcciones, excepto la [114], para la cual se obtuvo la RC del plano asimétrico (004) para el análisis de calidad estructural. Esto se debió a que el plano simétrico (114) es un plano *no permitido* para el Ge, y el siguiente plano el (228) ya no es medible en el difractómetro.

Un plano *no permitido* se refiere a aquel plano que no produce una difracción (la combinación de los índices de Miller del plano hacen que el factor de estructura sea cero). Esto se obtiene a partir del factor geométrico de cada material, ya sea de tipo zinc-blenda (GaAs) o de tipo diamante (Ge). El factor geométrico de los materiales tipo diamante nos establece que únicamente los planos con todos sus índices pares, o todos impares y cuya suma de índices no sea  $2(2n+1)$ , nos producirán una difracción. Para los materiales tipo zinc-blenda son permitidos todos aquellos planos cuyos índices sean todos pares o todos impares<sup>[19]</sup>. Así que, como podemos ver el plano (114) aparte de no tener todos los índices pares o impares, la suma de índices es igual a 6.

Los planos asimétricos que se midieron para cada dirección se obtuvieron de la representación en espacio recíproco del Software del difractómetro PHILIPS con el que se midieron. Este software genera el espacio recíproco con dos vectores, uno normal a la muestra (normalmente el vector de dirección de crecimiento), y el otro en el plano de la muestra, y nos indica qué planos pueden ser medidos. Este procedimiento se siguió excepto para las direcciones [113] y [114], ya que para ambas no había planos medibles en su representación del espacio recíproco, por lo que se tomaron otros planos definidos en otra base, que requiere de los tres vectores ortogonales para su representación.

Dirección	Par de planos asimétricos	Par de planos asimétricos primos	$\theta'_s$	$\gamma'$
[110]	(6 2 0) (2 6 0)	(0 4 8) (0 -4 8)	59.5369	26.565
[111]	(5 1 3) (1 5 3)	(4 0 9) (-4 0 9)	53.684	28.5608
[112]	(4 0 4) (0 4 4)	(4 0 12) (-4 0 12)	50.4385	30
[113]	(3 1 5) (1 3 5)	(2 2 19) (2 -2 19)	53.7346	14.4583
[114]	(4 0 4) (0 4 4)	(4 4 20) (4 -4 20)	50.4399	33.5573

**Tabla 4.1** Planos asimétricos, planos asimétricos primos y sus ángulos para cada dirección de crecimiento.

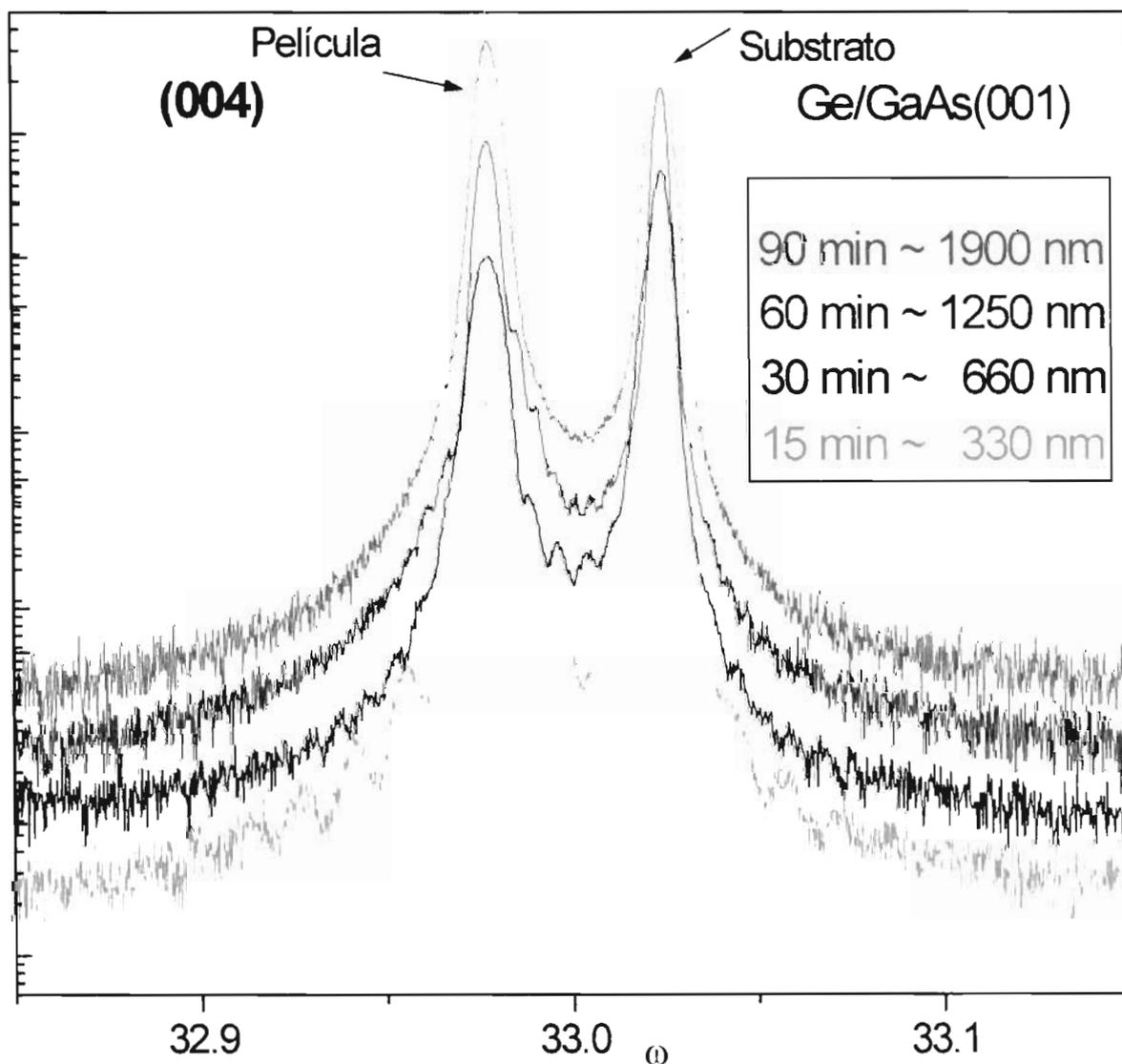
Es importante recordar que los índices de los planos asimétricos primos se obtuvieron con las matrices de transformación (15) y (25) del capítulo anterior. Los ángulos se obtuvieron de la Ley de Bragg y la ecuación (17a) respectivamente.

### 4.3 Curvas de rotación

Las figuras 4.1- 4.6 de la siguiente página muestran las curvas de rotación en planos simétricos (excepto la [114]). De las curvas de rotación es importante notar que para todas las direcciones a los dos tiempos más pequeños, lo que implica películas más delgadas, se observa un patrón de interferencia hacia los lados y entre los picos de substrato y película. Este patrón de interferencia, conocido como franjas de “Interferencia Pendellösung”, es característico de monocristales y cristales de alta calidad cristalina. Esto, debido a que en

un cristal “casi” perfecto la superficie de la película y la interfase entre película y sustrato son paralelas, de manera que se genera interferencia constructiva de dos o más frentes de onda.

En las películas más gruesas (1250 y 1900 nm) las franjas desaparecen, no porque disminuya la calidad cristalina de éstas, sino porque, como se mencionó anteriormente, esas franjas se generan en la interfase, la cual estará más alejada entre mayor sea el espesor de la película.



**Figura 4.2** Curvas de rotación en el plano (004) para las muestras crecidas en la dirección de crecimiento [001].

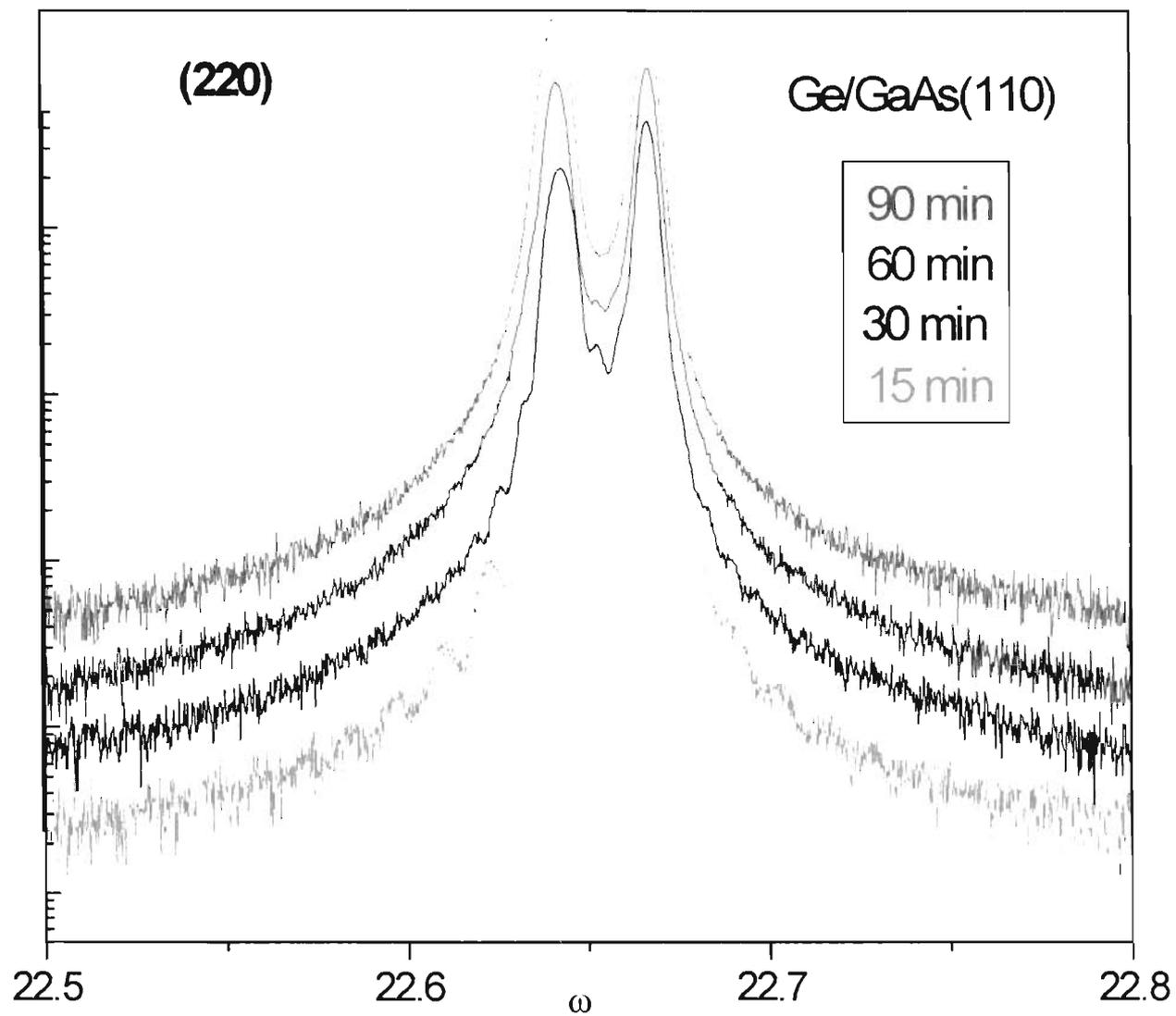
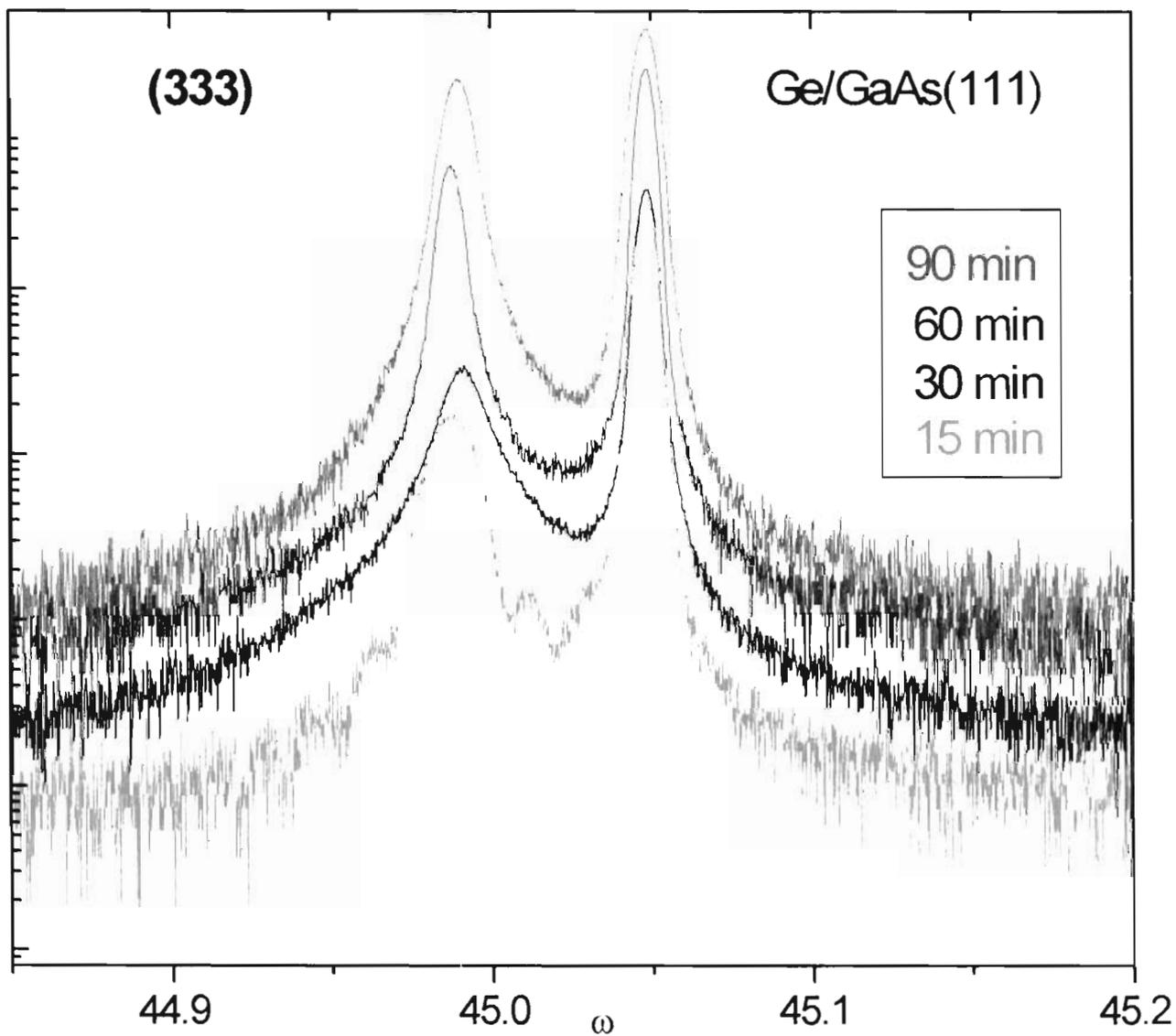
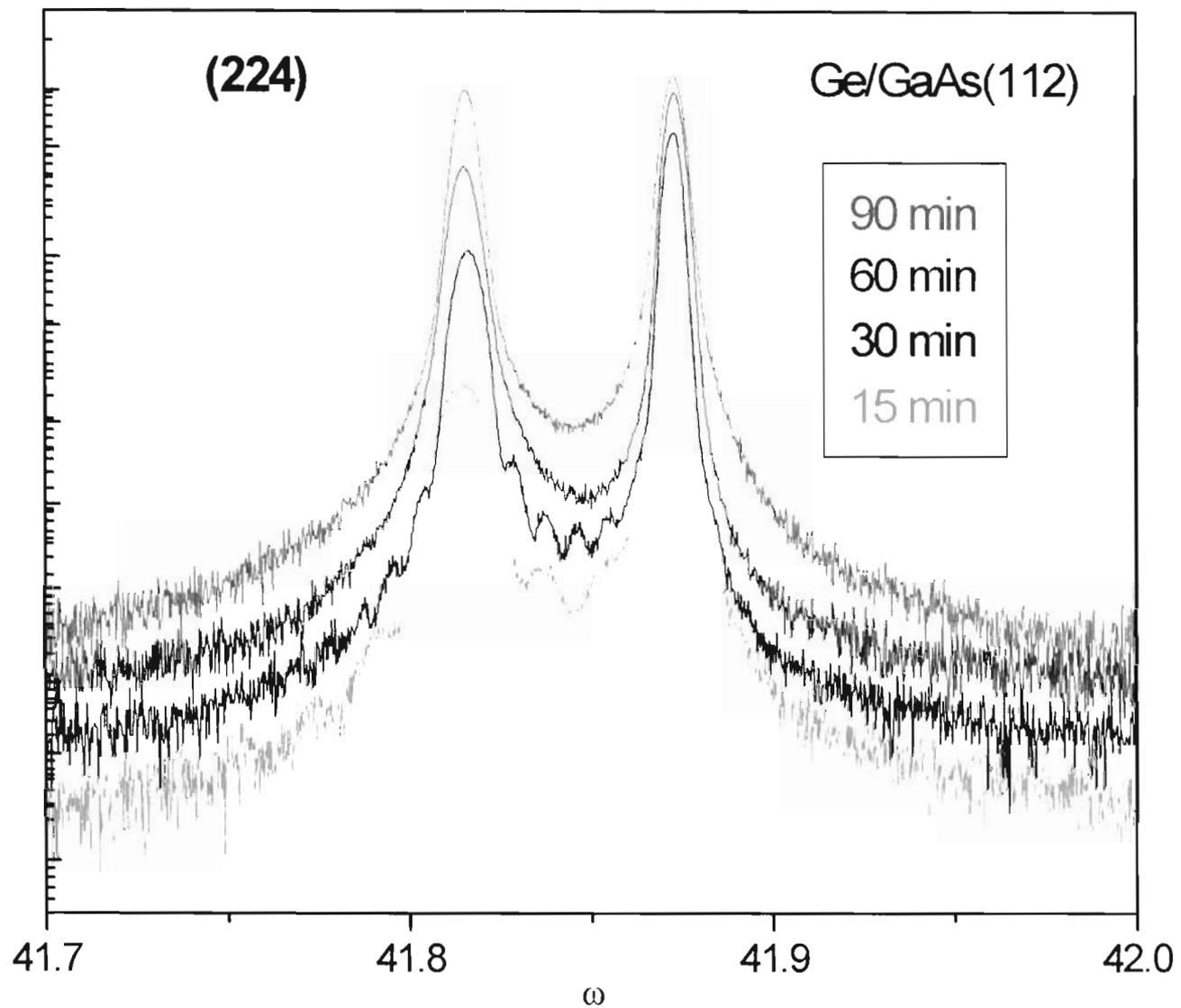


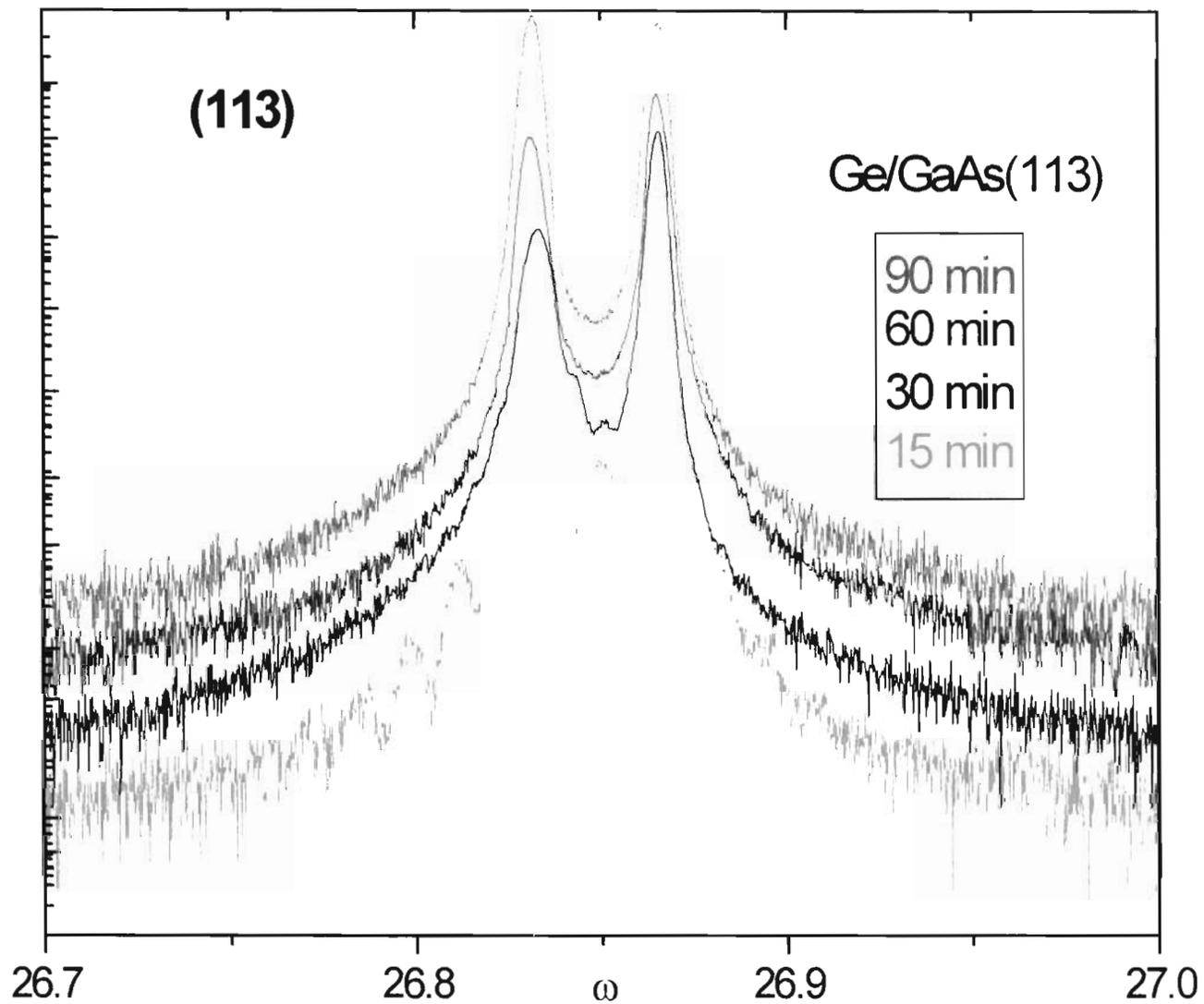
Figura 4.2 Curvas de rotación en el plano (220) para las muestras crecidas en la dirección de crecimiento [110].



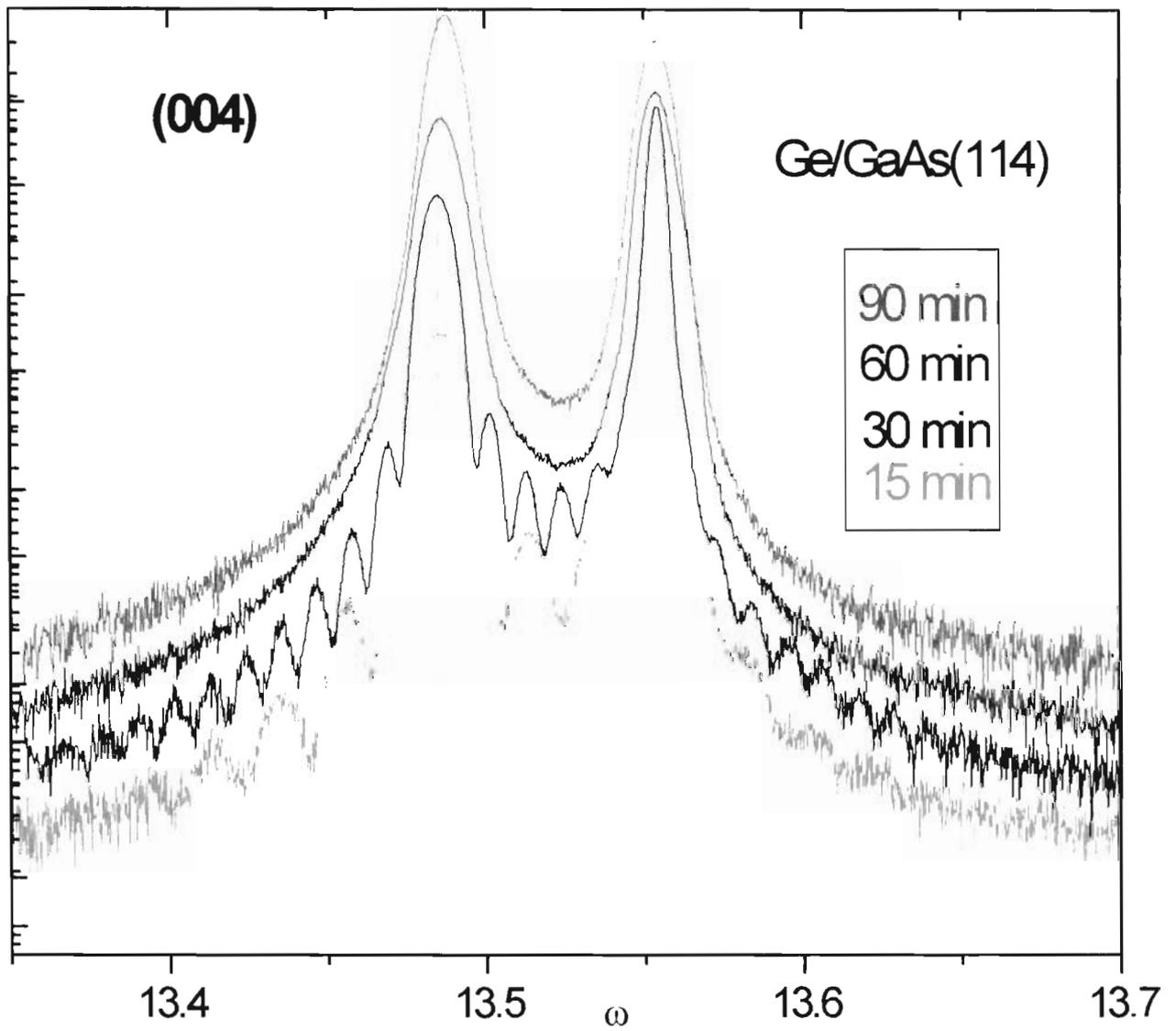
**Figura 4.3** Curvas de rotación en plano (333) de las muestras crecidas en la dirección de crecimiento [111].



**Figura 4.4** Curvas de rotación en plano (224) de las muestras crecidas en la dirección de crecimiento [112].



**Figura 4.5** Curvas de rotación en plano (113) de las muestras crecidas en la dirección de crecimiento [113].



**Figura 4.6** Curvas de rotación en plano (004) de las muestras crecidas en la dirección de crecimiento [114].

Las líneas punteadas en naranja para cada dirección, indican la ubicación de una película pseudo mórfica de Ge crecida sobre un sustrato de GaAs, obtenidas de la teoría elástica y para la dirección [114], obtenidas experimentalmente. Como podemos observar en la mayoría de los crecimientos la línea punteada corresponde con el máximo del pico de la película para todos los tiempos, lo cual nos indica crecimientos pseudo mórficos. En algunos casos existe un corrimiento del máximo de la película a la izquierda, lo cual puede indicar la impurificación de Ge con átomos de Ga<sup>141</sup>. Un corrimiento del pico de la película hacia la derecha nos indicaría posible relajación o impurificación con As. Los parámetros de red, así como los mapeos, nos proporcionan información que permite determinar si se trata de un fenómeno de relajación o de impurificación sustitucional.

Como se observa de las figuras 4.1- 4.6, la curva de rotación correspondiente a 60 minutos (1250 nm) todavía presenta ligeras franjas de interferencia entre los picos de sustrato y de película. Esto indica que las películas siguen manteniendo su calidad estructural a ese espesor, de aquí que podemos asegurar que a 90 minutos (1900nm) la falta de franjas de interferencia es producto del espesor y no a la falta de calidad estructural de la película.

Esto lo podemos corroborar a partir del ancho medio de los picos (FWHM). Ya que se obtuvo, a partir de ajustes gaussianos a los picos, que tanto para sustrato como para película, el valor de FWHM se encuentra entre  $0.015^\circ$ - $0.004^\circ$ . Teóricamente se predice que películas de espesor de 330 nm producen un ensanchamiento del pico de  $0.01594^\circ$ , mientras que para un espesor de 1900 nm el ensanchamiento en el pico es igual al del pico del sustrato, alrededor de  $0.004^\circ$ , que es la resolución mínima del difractómetro, con la configuración del monocromador utilizada. Estos valores teóricos son coincidentes con los valores del ancho medio experimental, por lo que aseguramos que el ensanchamiento del pico de la película se debe únicamente a efectos de espesor y no contiene efectos debido a la presencia de dislocaciones. La ausencia de dislocaciones en las películas nos asegura la calidad estructural.

De las figuras observamos que en efecto en las curvas de rotación de 90 minutos (1900 nm) el ancho medio del pico de la película, para todas las direcciones, es muy similar al del sustrato.

Es interesante analizar las curvas de rotación de la dirección [111] (Fig.4.3), donde vemos que el pico de la película de los tiempos 15 y 60 minutos (330 nm y 1250 nm, respectivamente), muestran un marcado corrimiento hacia la izquierda. Este corrimiento, como se menciona antes, se atribuye a la difusión de átomos de Ga en la película <sup>[4]</sup>. Esto puede corroborarse en los parámetros de red obtenidos para estas películas, donde las mediciones de los planos asimétricos complementarios cancelan este efecto de corrimiento, y vemos que los valores obtenidos son los de una red tensada de Ge/GaAs. El pico de la película de 30 minutos (660 nm), por otro lado, si bien aparece su máximo en la posición indicada, no presenta suficiente intensidad. Además de que es la única película cuya curva de rotación a este tiempo no presenta franjas de interferencia. El análisis del mapeo de esta muestra, como veremos más adelante (Fig.4.10) nos explica la causa: la falta de franjas y de intensidad se debe a falta de calidad estructural, posiblemente causado por la temperatura de crecimiento que recibió esa muestra en particular.

Se debe destacar la gran presencia de franjas bien distinguibles en la curva de rotación de la dirección [114] para 30 minutos (Fig. 4.6). De esta misma figura se observa un ligero corrimiento del pico de la película de 90 minutos (1900 nm) hacia la derecha. Si bien se podría pensar en la relajación, vemos de los parámetros de red obtenidos de los datos experimentales y de los mapeos, que la explicación más probable es que el corrimiento se produce por la difusión de As en la película Ge.

#### **4.4 Parámetros de red**

##### **a) Teoría elástica**

Utilizando los resultados obtenidos del trabajo de E. Anastassakis<sup>[17]</sup>, donde consideramos una deformación de la película de cúbica a tetragonal para *todas* las direcciones, y de las constantes elásticas para el Ge se calcularon los valores numéricos de las razones entre deformaciones de la tabla 3.1.

Con estos resultados utilizamos la ecuación (7) del Capítulo 3 para la obtención del parámetro de red ideal de Ge crecido pseudo mórficamente sobre GaAs en las distintas direcciones, las cuales se presentan en la tabla 4.2. De la Ley de Bragg para película y sustrato en el plano simétrico medido, es posible encontrar la posición del Ge pseudo mórfico en ese plano, así como la separación angular ideal  $\Delta\theta$ .

Dirección	$\varepsilon_{\perp} / \varepsilon_{\parallel}$	$a_{\perp}$ Ge pseudo (Å) +/- $5 \times 10^{-5}$	Posición del pico en plano simétrico	$\Delta\theta_{ideal}$
[001]	-0.7413	5.6608	32.977°	0.048°
[110]	-0.4467	5.6596	22.6413°	0.0258°
[111]	-0.3695	5.6592	44.9912°	0.0576°
[112]	-0.4763	5.6597	41.8167°	0.057°
[113]	-0.5868	5.6601	26.8311°	0.0341°
[114]	-0.6456	5.6604	- -	- -

**Tabla 4.2** Datos principales del crecimiento de Ge/GaAs pseudo mórfico.

Utilizando la fórmula (8) del capítulo 3, la cual hace uso de la separación angular entre el pico de sustrato y película de una medición en un plano simétrico, junto con las fórmulas (1) y (2), se pueden obtener los parámetros de red abajo enlistados para casi todas las direcciones de crecimiento excepto la [114]. Recordemos que para la dirección [114] no fue posible medir ningún plano simétrico, tal como se menciona en el apartado 4.2 de este mismo capítulo.

Dirección	Tiempo	$\Delta\theta$	$a_{\perp}$ (+/- $10^{-4}$ )	$a_{\parallel}$ (+/- $5 \times 10^{-4}$ )
[001]	15	0.04775	5.6608	5.6535
	30	0.04725	5.6607	5.6536
	60	0.047	5.6606	5.6537
	90	0.04575	5.6605	5.6538
[110]	15	0.02575	5.6596	5.6534
	30	0.02375	5.6592	5.6543
	60	0.025	5.6594	5.6538
	90	0.025	5.6594	5.6538
[111]	15	0.0605	5.6594	5.6531*
	30	0.057	5.6591	5.6538
	60	0.061	5.6595	5.6530*
	90	0.05875	5.6593	5.6534

[112]	15	0.05875	5.6599	5.6531*
	30	0.05675	5.6597	5.6535
	60	0.058	5.6598	5.6533*
	90	0.05725	5.6598	5.6534
[113]	15	0.034	5.6601	5.6535
	30	0.0325	5.6598	5.6541
	60	0.034	5.6601	5.6535
	90	0.034	5.6601	5.6535

\*Los valores en rojo dan un valor más chico al de la constante de red de sustrato, debido posiblemente a la difusión de Ga, lo que causa un corrimiento del pico de la película a la izquierda. Quedan dentro de la incertidumbre por utilizar teoría elástica.

**Tabla 4.3** Parámetros de red a partir de la teoría elástica.

#### b) Fórmulas generales y mapeos

Haciendo el análisis de las curvas de rotación en planos asimétricos (Apéndice 2) de todas las películas, se obtuvieron los siguientes parámetros de red a partir de las fórmulas de Macrander para la dirección [001] y las fórmulas generales para las demás direcciones.

Estos resultados se muestran en las tablas de la 4.4 a la 4.9 junto con los parámetros de red obtenidos de los mapeos en espacio recíproco para las muestras de 30 y 90 minutos.

Muestra [001]	Tiempo	Planos RC	$a_{\perp}$ (Å) +/-10 <sup>-4</sup>	$a_{\parallel}$ (Å) +/-10 <sup>-4</sup>	Plano mapeo	$a_{\perp}$ (Å)	$a_{\parallel}$ (Å)
Z100_15	15	(224)( $\bar{2}\bar{2}4$ )	5.6609	5.6535	--	--	--
Z100_30	30	(224)( $\bar{2}\bar{2}4$ )	5.6605	5.6535	(224)	5.6605	5.6535
Z100_60	60	(224)( $\bar{2}\bar{2}4$ )	5.6606	5.6536	--	--	--
Z100_90	90	(224)( $\bar{2}\bar{2}4$ )	5.6607	5.6535	(224)	5.6606	5.6535

**Tabla 4.4** Resultados para la dirección de crecimiento [001].

Muestra [110]	Tiempo	Planos RC	$a_{\perp}$ (A) +/-10 <sup>-4</sup>	$a_{//1\bar{1}0}$ (A) +/-10 <sup>-4</sup>	$a_{//001}$ (A) +/-10 <sup>-4</sup>	Plano mapeo	$a_{\perp}$ (A)	$a_{//}$ (A)
Z110_15	15	(620)(260)	5.6595	5.6535	5.6535	--	--	--
			4.0019	3.9976	5.6535			
Z110_30	30	(620)(260)	5.6592	5.6535	5.6535	(620)	5.6592	5.6537
			4.0016	3.9976	5.6535			
Z110_60	60	(620)(260)	5.6592	5.6535	5.6535	--	--	--
			4.0017	3.9976	5.6535			
Z110_90	90	(620)(260)	5.6592	5.6535	5.6535	(620)	5.6594	5.6537
			4.0017	3.9976	5.6535			

**Tabla 4.5** Resultados en la dirección de crecimiento [110].

Muestra [111]	Tiempo	Planos RC	$a_{\perp}$ (A) +/- 2x10 <sup>-4</sup>	$a_{//1\bar{1}0}$ (A) +/-10 <sup>-4</sup>	$a_{//11\bar{2}}$ (A) +/-10 <sup>-4</sup>	Plano mapeo	$a_{\perp}$ (A)	$a_{//}$ (A)
Z111_15	15	(513)(153)	5.6592	5.6536	5.6536	--	--	--
			9.0802	3.9977	6.9242			
Z111_30	30	(513)(153)	5.6591	5.6537	5.6537	(513)	5.6592	5.6538
			9.08019	3.9978	6.9244			
Z111_60	60	(513)(153)	5.6586	5.6536	5.6536	--	--	--
			9.0801	3.9977	6.9243			
Z111_90	90	(513)(153)	5.6592	5.6536	5.6536	(513)	5.6593	5.6535
			9.0802	3.9977	6.9242			

**Tabla 4.6** Resultados para la dirección de crecimiento [111].

Muestra [112]	Tiempo	Planos RC	$a_{\perp}$ (A) +/-10 <sup>-4</sup>	$a_{\parallel[1\bar{1}0]}$ (A) +/-10 <sup>-4</sup>	$a_{\parallel[11\bar{1}]}$ (A) +/-10 <sup>-4</sup>	Plano mapeo	$a_{\perp}$ (A)	$a_{\parallel}$ (A)
Z112_15	15	(404)(044)	5.6598	5.6544	5.6544	(404)	5.6599	5.6535
			13.8638	3.9982	9.7936			
Z112_30	30	(404)(044)	5.6597	5.6535	5.6535	(404)	5.6596	5.6537
			13.8637	3.9976	9.7921			
Z112_60	60	(404)(044)	5.6598	5.6535	5.6535	--	--	--
			13.8638	3.9976	9.7920			
Z112_90	90	(404)(044)	5.6596	5.6535	5.6535	(404)	5.6598	5.6535
			13.8636	3.9976	9.7921			

**Tabla 4.7** Resultados para la dirección de crecimiento [112].

\*Es importante notar que para esta dirección se hizo un mapeo para la muestra de 15 minutos Z112\_15, ya que los parámetros obtenidos de las RC (curvas de rotación) nos predecían que la película ya tenía un cierto grado de relajación, que no se podía ver en la medición simétrica. Por esta razón se incluyó un mapeo para verificar sus parámetros de red.

Muestra [113]	Tiempo	Planos RC	$a_{\perp}$ (A) +/-10 <sup>-4</sup>	$a_{\parallel[1\bar{1}0]}$ (A) +/-10 <sup>-4</sup>	$a_{\parallel[33\bar{2}]}$ (A) +/-10 <sup>-4</sup>	Plano mapeo	$a_{\perp}$ (A)	$a_{\parallel}$ (A)
Z113_15	15	(315)(135)	5.6601	5.6535	5.6535	--	--	--
			18.7726	3.9976	13.2584			
Z113_30	30	(315)(135)	5.6597	5.6537	5.6537	(315)	5.6597	5.6538
			18.7710	3.9978	13.2592			
Z113_60	60	(315)(135)	5.6600	5.6540	5.6540	--	--	--
			18.7721	3.9980	13.2600			
Z113_90	90	(315)(135)	5.6599	5.6536	5.6536	(315)	5.6599	5.6537
			13.8636	3.9977	13.2589			

**Tabla 4.8** Resultados para la dirección de crecimiento [113].

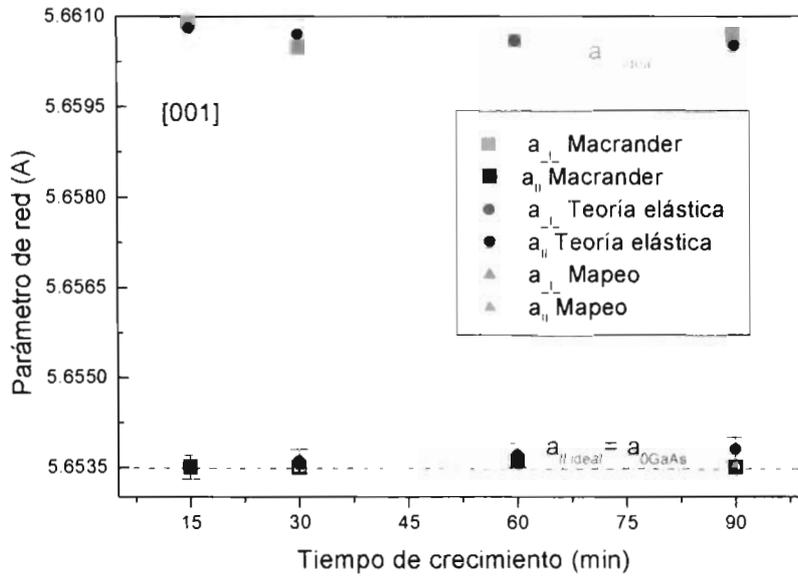
Muestra [114]	Tiempo	Planos RC	$a_{\perp}$ (A) +/-10 <sup>-4</sup>	$a_{\parallel 110} \parallel$ (A) +/-10 <sup>-4</sup>	$a_{\parallel 22\bar{1}} \parallel$ (A) +/-10 <sup>-4</sup>	Plano mapeo	$a_{\perp}$ (A)	$a_{\parallel}$ (A)
Z114_15	15	(404)(044)	5.6601	5.6535	5.6535	--	--	--
			24.0139	3.9976	16.9604			
Z114_30	30	(404)(044)	5.6600	5.6535	5.6535	(044)	5.6599	5.6535
			24.0136	3.9976	16.9605			
Z114_60	60	(404)(044)	5.6600	5.6535	5.6535	--	--	--
			24.0136	3.9976	16.9605			
Z114_90	90	(404)(044)	5.6599	5.6535	5.6535	(404)	5.6601	5.6535
			24.0126	3.9976	16.9604			

**Tabla 4.9** Resultados para la dirección de crecimiento [114].

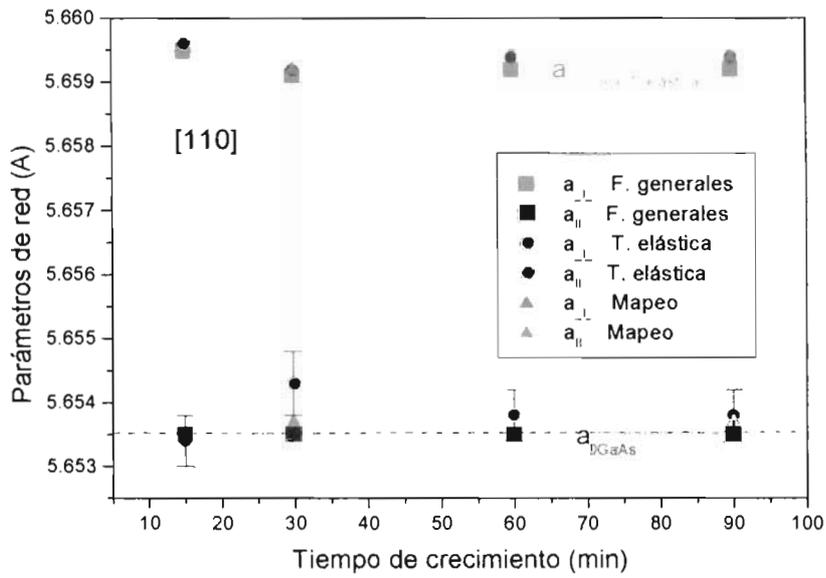
Desde la tabla 4.5 de la dirección [110], notamos que debajo de cada parámetro de red obtenido, viene un número en paréntesis en color azul. Este valor es el obtenido directamente de las fórmulas generales (fórmulas (22) y (24) del capítulo 3) e indica, en cada caso, la longitud de un átomo a otro igual en la misma posición, en esa dirección particular.

Recordemos que para la obtención de las fórmulas generales se consideró una rotación de ejes, de manera que ahora nuestra red está orientada a lo largo de cada dirección de crecimiento [11*n*]. Así pues, estos valores en azul son los parámetros de la red ortorrómbica, y los parámetros en negro son su equivalencia en una red tetragonal.

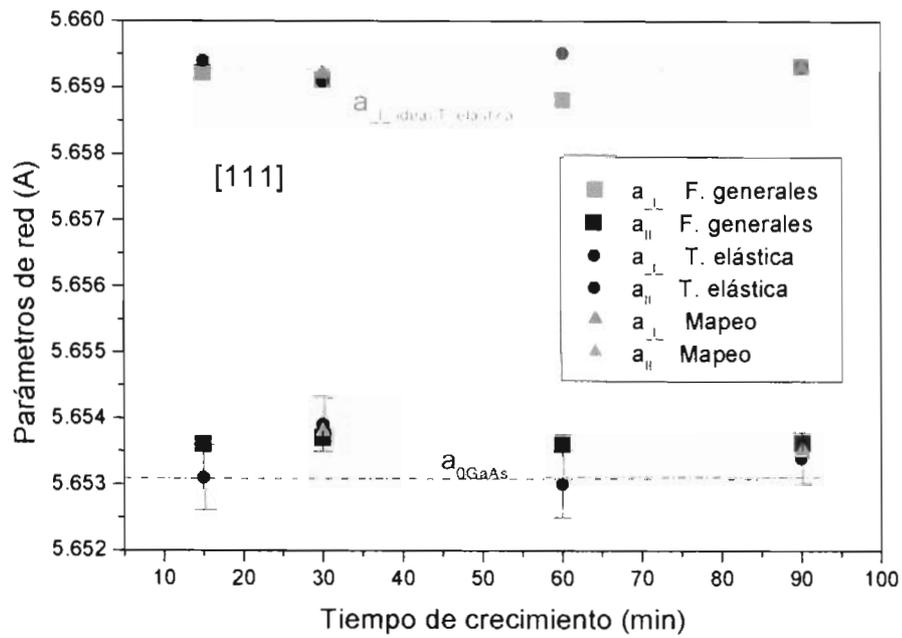
Las gráficas 4.1 a 4.6 muestran los parámetros de red obtenidos por los 3 diferentes métodos para su comparación.



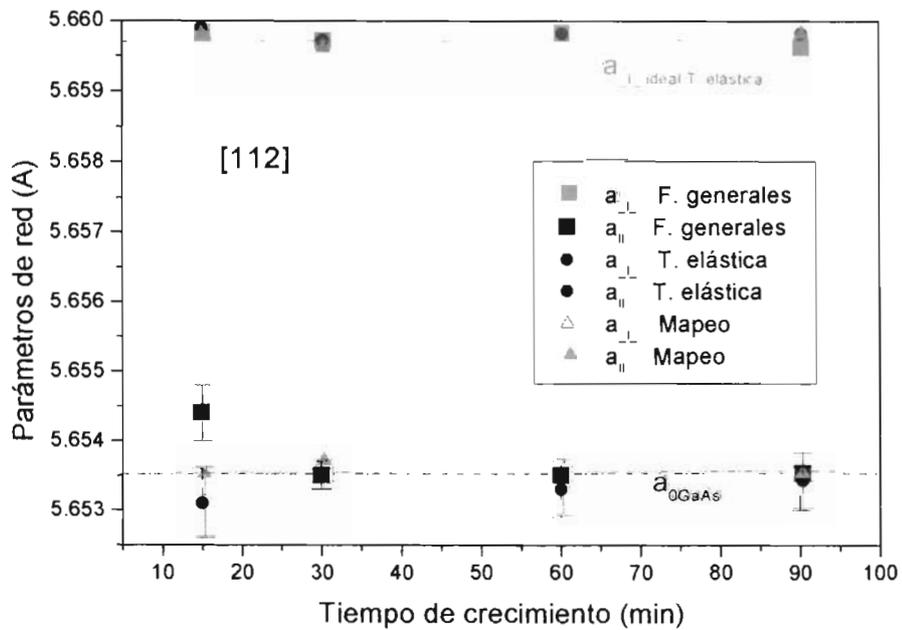
Gráfica 4.1 Parámetros de red para la dirección [001].



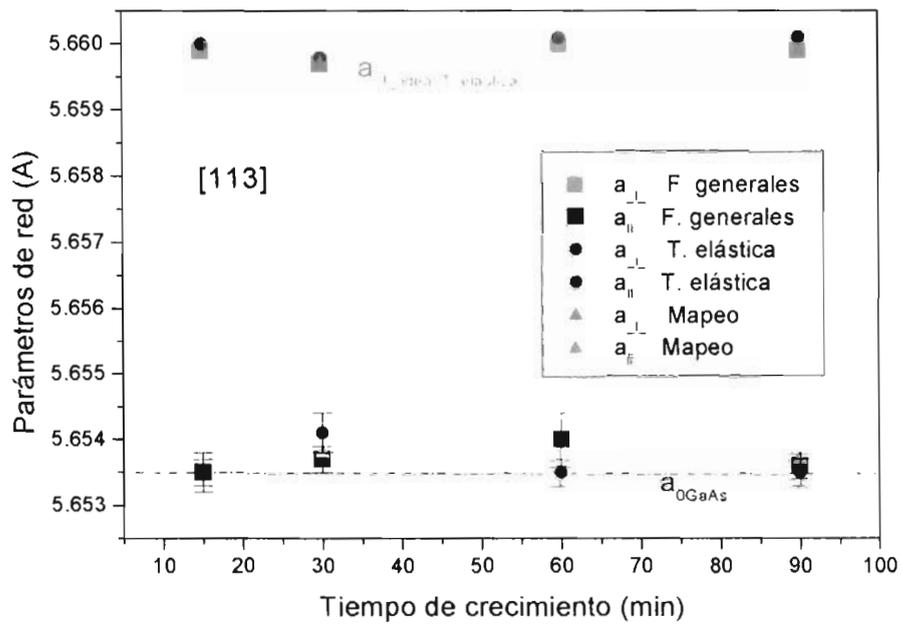
Gráfica 4.2 Parámetros de red para la dirección [110].



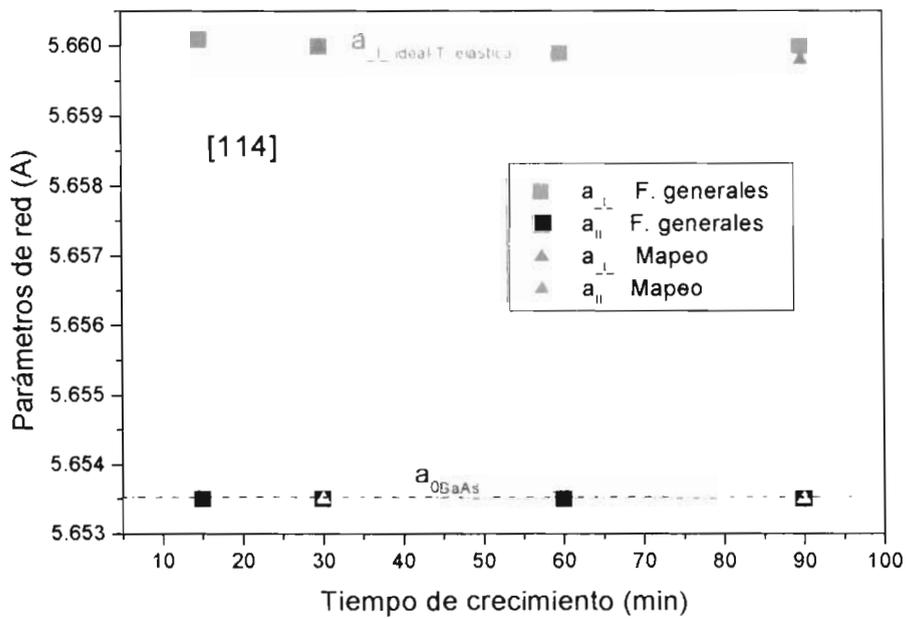
Gráfica 4.3 Parámetros de red para la dirección [111].



Gráfica 4.4 Parámetros de red para la dirección [112].



Gráfica 4.5 Parámetros de red para la dirección [113].



Gráfica 4.6 Parámetros de red para la dirección [114].

Como podemos observar de las gráficas, los parámetros de red obtenidos de las fórmulas generales coinciden en un alto grado con los valores obtenidos de los mapeos. El error en el cálculo de los parámetros es del tamaño del punto de la gráfica ( $\pm 10^{-4}$ ) para casi todos los métodos, menos para el  $a_{//}$  obtenido de la teoría elástica (círculo color azul fuerte), donde el error es mayor ( $\pm 4 \times 10^{-4}$ ).

Mientras que los parámetros a partir de la teoría elástica, si bien son consistentes en gran parte con el valor perpendicular, los cuales se obtuvieron de la separación angular de las mediciones simétricas, los paralelos no coinciden, ya que éstos se calculan de las razones de deformaciones y las cuales no podemos asegurar que sean aplicables a nuestro sistema (nótese en las barras de error). Al menos no en todas las direcciones, pues como podemos ver de la gráfica 4.1, en la dirección de alta simetría [001] los tres métodos coinciden bien.

#### **4.5 Información de los mapeos**

Se muestran en las figuras 4.8 y 4.9 los mapeos de dos muestras crecidas en diferentes direcciones a 15 y 90 minutos para su análisis.

La figura 4.8 presenta el mapeo de una película crecida en la dirección [113] por 15 minutos. La línea que une el punto del sustrato (redondo de donde parte la línea) con el punto de la película (el más alargado) nos indica que tenemos una película tensada, ya que se encuentran en la misma coordenada en  $x$ . Si hubiera relajación, o la película hubiera crecido con un cierto grado de inclinación, entonces el punto de la película se encontraría a la izquierda o la derecha de la línea.

De este mapeo de una película de bajo espesor es importante notar el ensanchamiento del punto de la película en la dirección normal al plano. Este ensanchamiento se observa cuando una película presenta un espesor muy pequeño, debajo de los 1000 nm generalmente, y el ensanchamiento aumenta con la disminución de la película (ver tabla 2.3, Capítulo 2). Conforme aumenta su espesor el punto se debe hacer más redondo como veremos a continuación con una película de 90 minutos, ya que el ensanchamiento disminuye.

Para encontrar la posición teórica del sustrato en el espacio recíproco en el plano (315) para la dirección [113] es necesario considerar la posición del plano con respecto a los 3 vectores ortogonales que describen nuestro sistema en esa dirección. Necesitamos

expresar el vector  $\langle 315 \rangle$  en términos de los otros tres, así que del álgebra vectorial obtenemos

$$\langle 315 \rangle = \frac{1}{11} \langle 33\bar{2} \rangle + \langle 110 \rangle + \frac{19}{11} \langle 113 \rangle \quad (1)$$

Juntando los dos vectores en el plano de crecimiento  $\langle 33\bar{2} \rangle$  y  $\langle 1\bar{1}0 \rangle$  encontramos un tercer vector, que junto con el  $\langle 113 \rangle$ , proporcionará las coordenadas de los puntos en el espacio recíproco en el plano (315), las cuales serán  $(0.2612714, 1.013304)$  en unidades de espacio recíproco (rlu), tal como se puede apreciar de la figura 4.8.

El mapeo de la figura 4.9 es de la muestra Z112\_90 de 90 minutos crecida en la dirección [112]. Nuevamente se aprecia que la película está tensada, ya que coincide en la misma línea del sustrato en la coordenada X. Ambos puntos están redondos, lo cual indica buena calidad cristalina. El hecho de que el punto de la película sea más redondo también nos indica que la película tiene un espesor más grande, a diferencia del mapeo anterior, donde se alargaba notablemente.

El cálculo teórico de la posición del punto del sustrato en este plano, se hizo a partir de representar el espacio recíproco con los vectores base [001] y [110].

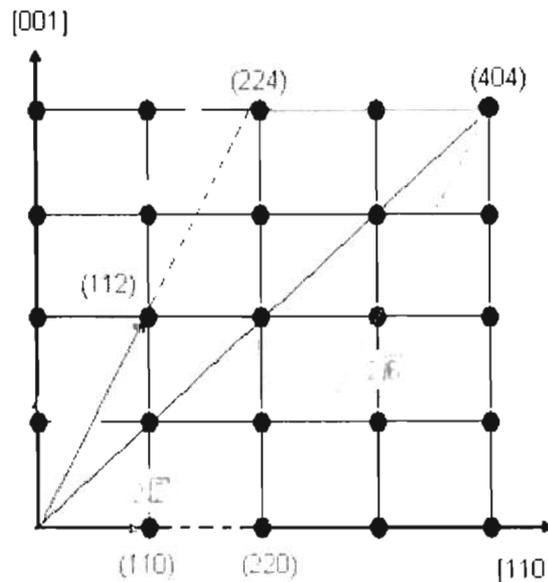


Figura 4.7 Representación del espacio recíproco en [001] y [110].

En esta base se localiza al vector [112] que es la dirección de crecimiento y el vector sobre el plano de crecimiento [1-10], equivalente al [110] (Fig. 4.7).

La base en la dirección de crecimiento [112] se muestra con los vectores en rojo y magenta. Podemos ver entonces que el punto del sustrato (marcado en azul) debe tener coordenadas  $2\sqrt{2}/a_s, 2\sqrt{6}a_s$  o lo que es lo mismo en  $(0.5002966, 0.86653922)$  en rlu, lo que coincide con la figura 4.9.

La figura 4.10 presenta el mapeo en el plano (513) de la muestra de 30 minutos Z111\_30 crecida en la dirección de alta simetría [111]. Las coordenadas de los puntos de sustrato y película se obtienen de manera similar a los de la dirección [112], con el cambio de la base del espacio recíproco ahora en los vectores  $\langle 111 \rangle$  y  $\langle 110 \rangle$ .

El punto del sustrato es muy redondo, lo cual nos indica buena calidad, mientras que el punto de la película se ensancha ligeramente perpendicular debido a su espesor. Podemos observar que la línea que une al sustrato con la película no coincide en posición, esto puede significar dos cosas:

- 1) relajación parcial de la red de la película, o
- 2) que la película haya crecido con cierto ángulo de inclinación.

Los parámetros de red para esta muestra (Tabla 4.3) indican que la muestra presenta una relajación de 0.2 %, ya que su parámetro paralelo no coincide completamente con el del sustrato en bulto.

Notamos también un ensanchamiento del punto de la película en la dirección paralela al plano, lo cual indica la presencia de discontinuidades paralelas a la interfase y relajación de la película.

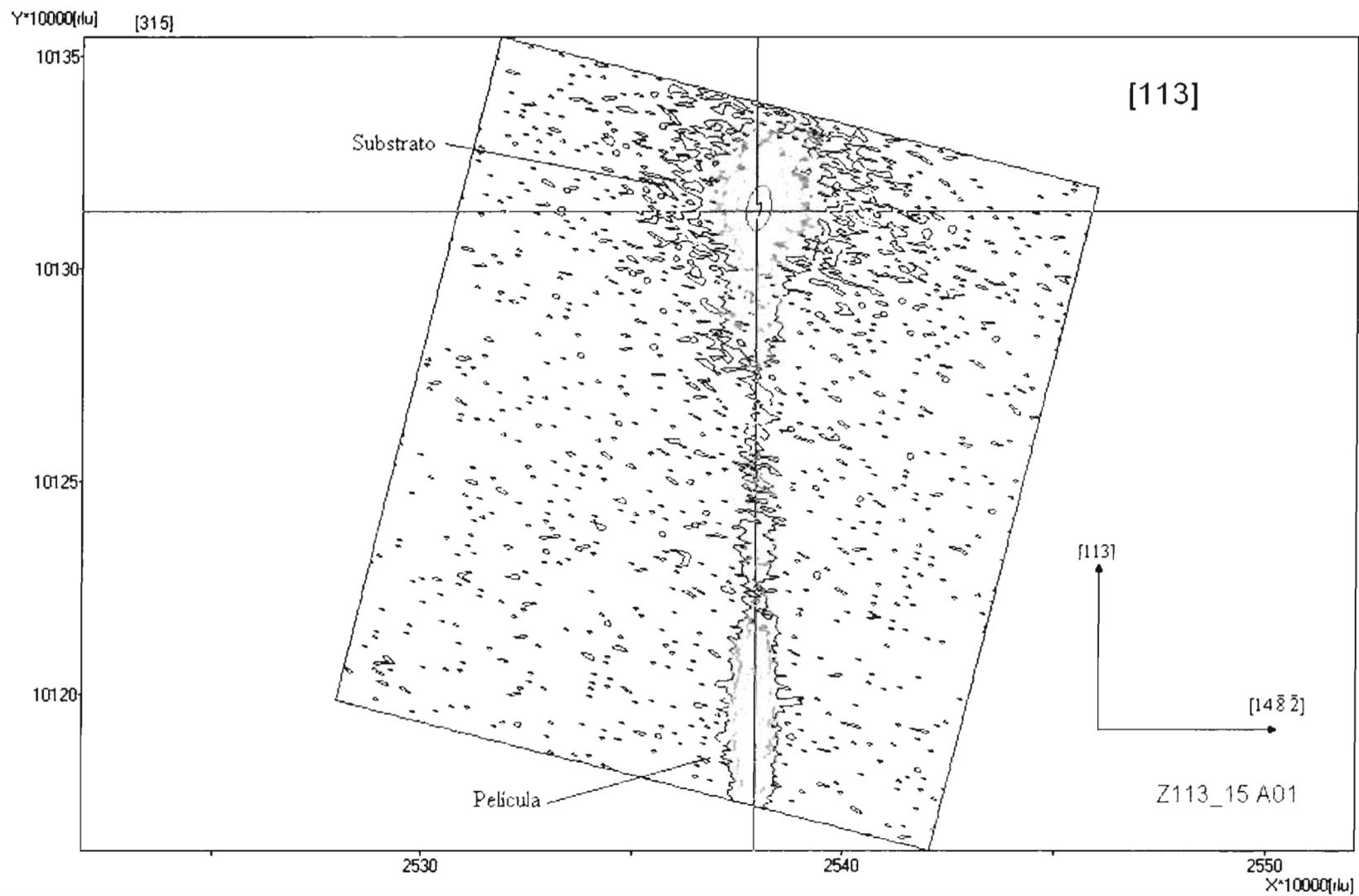


Figura 4.8 Mapeo en espacio recíproco en el plano (315) de una película crecida en la dirección [113].

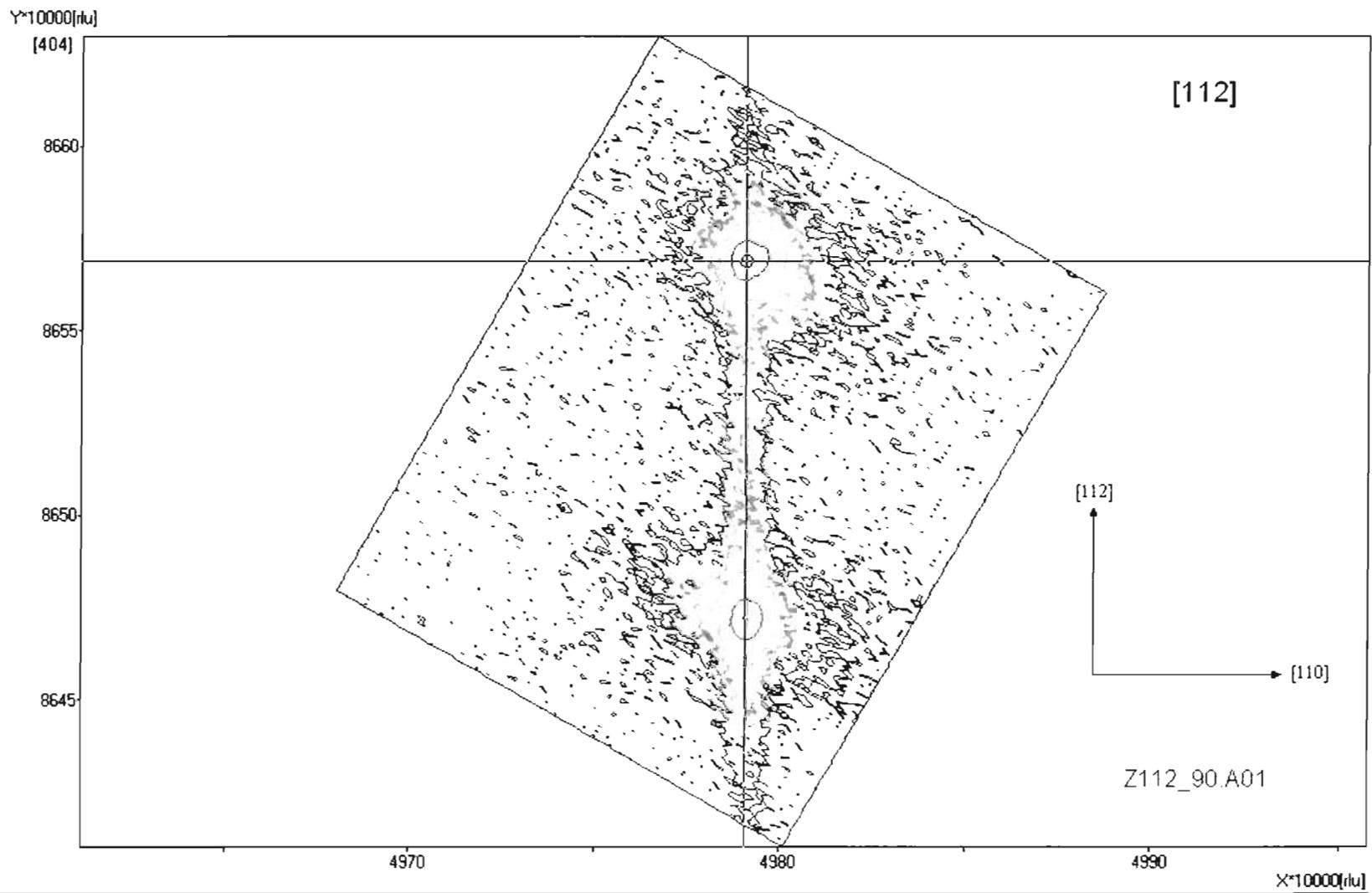


Figura 4.9 Mapeo en espacio recíproco en el plano (404) de una película crecida en la dirección [112].

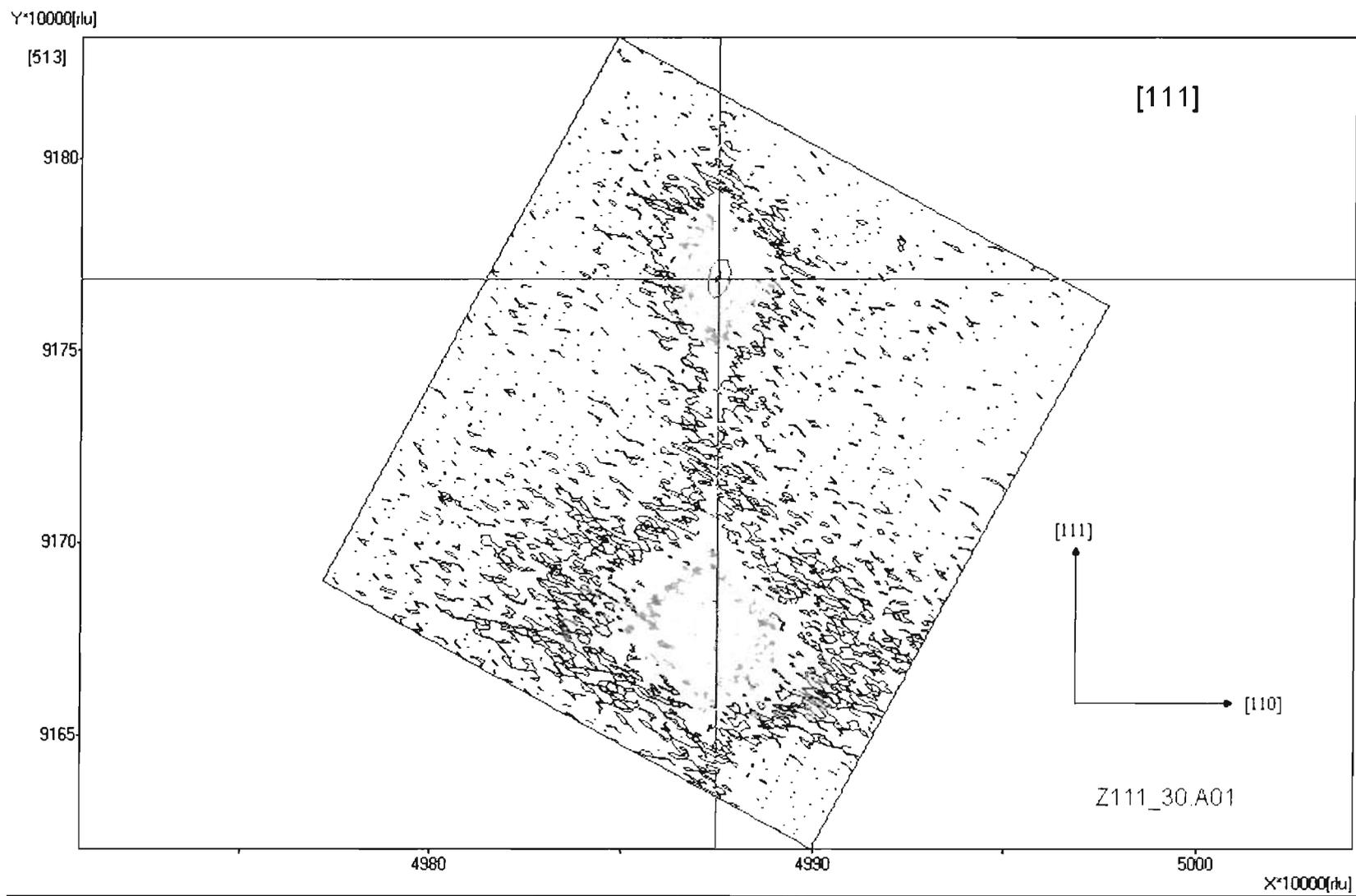


Figura 4.10 Mapeo en espacio recíproco en el plano (404) de una película crecida en la dirección [112].



## Capítulo 5

### Conclusiones

De la realización de este trabajo se desprenden las siguientes conclusiones:

1. Se logró el crecimiento epitaxial y pseudo mórfico de películas de Ge/GaAs en seis diferentes direcciones cristalográficas, dos de alta simetría y cuatro de baja simetría, tal como se puede evidenciar de las curvas de rotación obtenidas por HRXRD (Fig.4.1, Capítulo 4).
2. La presencia de franjas de interferencia “Pendellösung” en las mismas curvas de rotación para las películas más delgadas nos indica crecimientos de buena calidad estructural en las seis direcciones crecidas, lo cual era uno de los principales objetivos de esta tesis.
3. Se desarrollaron fórmulas generales para la obtención de los parámetros de red de películas cúbicas crecidas en substratos de cualquier orientación  $[11n]$ , que era el principal objetivo de la tesis.
4. De la comparación entre los resultados de los parámetros de red tanto de los mapeos como de las fórmulas generales (tablas 4.4 – 4.9), se observa un muy buen acuerdo, mostrando la utilidad de las fórmulas propuestas. Por otro lado, aún cuando la obtención del parámetro en el plano  $a_{11}$  a partir de la teoría elástica es más sencilla, tiene una incertidumbre mucho mayor.
5. El método de obtención de parámetros a partir de los mapeos tiene como ventaja la medición de únicamente un plano asimétrico para la obtención directa de los parámetros de red. Además que este método nos brinda información directa sobre la relajación de la estructura.

No obstante, el resultado obtenido de las fórmulas generales y las de Macrander, las cuales requieren de la medición de dos planos asimétricos, es muy acertado y el empleo de los dos planos asimétricos eliminan cualquier efecto por crecimientos inclinados, mientras que en los mapeos la inclinación se manifiesta

en un corrimiento del punto de la película hacia la derecha o izquierda de la coordenada central del sustrato, lo que podría verse reflejado como relajación de la película y a su vez en los parámetros de red.

6. Es importante destacar que la aplicación de las fórmulas generales, desarrolladas en este trabajo de tesis, es un medio confiable para la obtención de parámetros de red y deformaciones de películas epitaxiales crecidas en cualquier dirección  $[11n]$  sobre un sustrato cúbico. Esto lo podemos ver de la coincidencia de resultados con los obtenidos por mapeos.

Otro punto a favor es que además las fórmulas generales son aplicables a cualquier heteroestructura epitaxial cúbica.

7. Si bien esperábamos encontrar el valor de espesor crítico para estas películas, no fue posible debido a diversos factores durante el crecimiento. Lo que podemos concluir es que este valor debe ser muy parecido para todas las direcciones, pues hasta 1900 nm no se encontró ninguna muestra relajada en las seis direcciones. El hecho de que se hayan logrado crecer películas tensadas a un valor mayor al del espesor crítico, de los anteriormente reportados para estas películas <sup>[1-4,9]</sup>, se debe probablemente a la temperatura de crecimiento. Pues en un trabajo reciente se encontró que el espesor crítico aumenta conforme disminuye la temperatura de crecimiento <sup>[21]</sup>.

## Apéndice 1

### Fórmulas de Macrander

Consideremos un cristal cúbico, cuya dirección de crecimiento es [001], a la cual le crecemos una película de tipo cúbico, que sufrirá una deformación de red cúbica a tetragonal. El ángulo formado entre cualquier plano (hkl) y el plano de la dirección de crecimiento (001), va a estar dado por el producto punto entre los vectores que unen a cada uno de estos planos y está definido para una red cúbica por <sup>[20]</sup>:

$$\cos \gamma_s = \frac{l}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (1)$$

Para una red tetragonal (la película) este ángulo estará dado por:

$$\cos \gamma_l = \cos(\gamma_s + \Delta\tau) = \frac{a_{||}l}{\sqrt{a_{\perp}^2(h^2 + k^2) + a_{||}^2l^2}} \quad (2)$$

donde  $\Delta\tau$  es el cambio en ángulo que sufre el ángulo  $\gamma$  de la película cuando cambia de cúbica a tetragonal.

De la propiedad trigonométrica  $\sin^2 a + \cos^2 a = 1$  podemos obtener el seno del ángulo de manera directa:

$$\sin \gamma_s = \frac{\sqrt{h^2 + k^2}}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (3)$$

$$\sin \gamma_l = \frac{a_{\perp}\sqrt{h^2 + k^2}}{\sqrt{a_{\perp}^2(h^2 + k^2) + a_{||}^2l^2}} \quad (4)$$

A partir de la definición de distancia entre planos para una red cúbica y una tetragonal [20]:

$$d_s = \frac{a_s}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (5)$$

$$d_l = \frac{a_{\perp}a_{||}}{\sqrt{a_{\perp}^2(h^2 + k^2) + a_{||}^2l^2}} \quad (6)$$

Iguales en la ecuación de la Ley de Bragg  $\lambda = 2d\sin\theta$  que debe cumplirse tanto para el sustrato como para la película con exactamente la misma longitud de onda  $\lambda$ , así que obtenemos la relación:

$$\frac{d_s}{d_l} = \frac{\sin \theta_l}{\sin \theta_s} \quad (7)$$

Elevando al cuadrado esta relación (7) y sustituyendo (1) y (2) en las expresiones de las distancias (5) y (6) obtenemos después de un álgebra elemental:

$$a_{\perp} = a_s \frac{\cos \gamma_s}{\cos(\gamma_s + \Delta\tau)} \frac{\sin \theta_s}{\sin(\theta_s + \Delta\theta)} \quad (8)$$

De igual manera, pero ahora sustituyendo las ecuaciones (3) y (4) en las (5) y (6), obtenemos:

$$a_{\parallel} = a_s \frac{\sin \gamma_s}{\sin(\gamma_s + \Delta\tau)} \frac{\sin \theta_s}{\sin(\theta_s + \Delta\theta)} \quad (9)$$

Ambas ecuaciones son utilizadas por Macrander<sup>[11]</sup>.

Estas expresiones requieren de la separación angular entre picos de sustrato y película en las curvas de rotación de las mediciones de rayos X de dos planos asimétricos complementarios para la obtención de  $\Delta\tau$  y  $\Delta\theta$ , tal como se explica en el Apéndice 2.

## Apéndice 2

### Análisis de curvas de rotación

La medición de planos asimétricos complementarios<sup>(1)</sup> para cada dirección de crecimiento es un requerimiento necesario tanto para las fórmulas de Macrander, descritas en el apéndice anterior, como para las fórmulas obtenidas en este trabajo (Cap.3).

La obtención de estos planos asimétricos para cada dirección de crecimiento se describe en el capítulo 4 “Análisis y discusión de resultados”.

Este apéndice tiene como fin explicar y mostrar cómo se obtienen  $\Delta\tau$  y  $\Delta\theta$  a partir de las curvas de rotación. Para esto consideremos las curvas de rotación mostradas en la figura A2.1, las cuales se obtuvieron para una muestra crecida en la dirección [112].

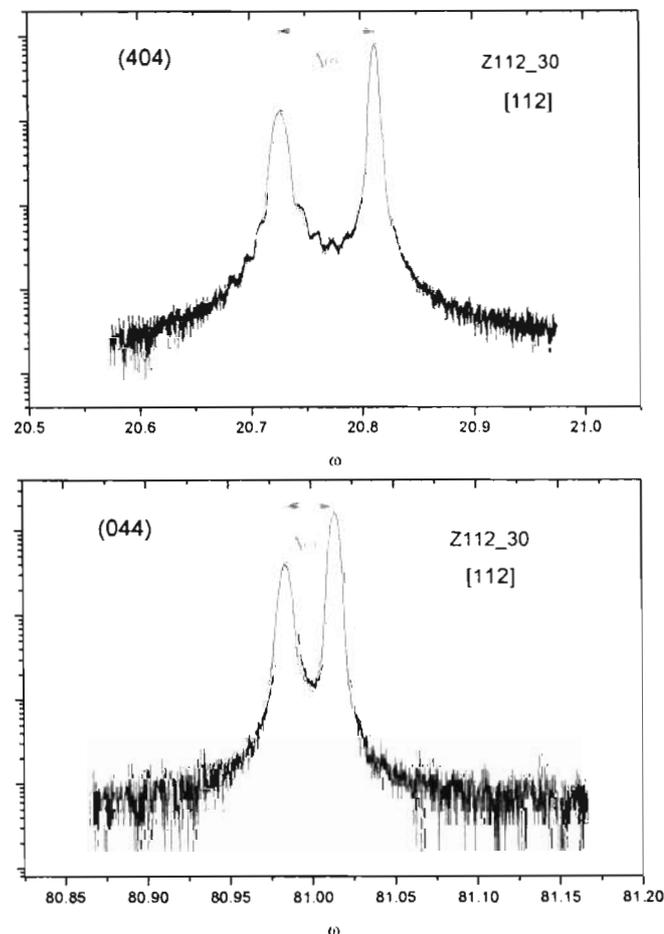
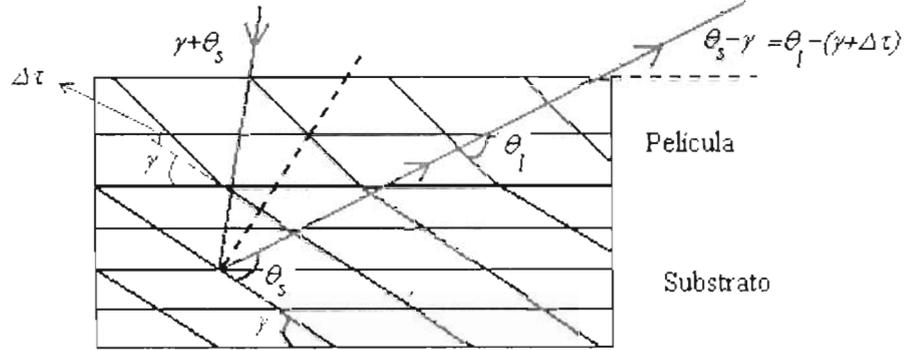


Fig.A21. Curvas de rotación de los planos asimétricos (404) y (044)

La incidencia del haz de rayos X sobre la muestra en el plano (404) es como se presenta en la siguiente figura (A2.2):



**Fig.A2.2.** Haz de luz sobre muestra en el plano (404) con salida rasante.

En la figura podemos ver los planos (404) en rojo, como cambian de inclinación al pasar del sustrato a la película, debido al cambio de red cúbica a tetragonal. Así podemos ver que  $\Delta\tau$  es el cambio en el ángulo  $\gamma$ , que es el ángulo que se forma entre el plano medido y el plano de la dirección de crecimiento.

Entonces, de las curvas de rotación podemos ver que:

$$\Delta\omega^+ = \omega_L - \omega_S \quad (1)$$

es la separación angular entre el pico de la película y el del sustrato. De la figura A2.2 vemos que el ángulo  $\omega_L$  estará dado por  $\theta_L - (\gamma + \Delta\tau)$ , donde  $\theta_L$  es el ángulo de Bragg para la película. De igual manera  $\omega_S$  va a estar dado por  $\theta_S - \gamma$ .

Así que sustituyendo estas expresiones en (1) obtenemos.

$$\Delta\omega^+ = \theta_L - \theta_S - \Delta\tau \quad (2)$$

Para el plano (044) vamos a tener ahora un ángulo de incidencia de los rayos X muy pequeño (se conoce como "incidencia rasante")  $\theta_S - \gamma$  y un ángulo de salida muy grande  $\theta_S + \gamma$ . Así que la separación angular entre picos será:

$$\Delta\omega^- = \theta_L + \Delta\tau - \theta_S \quad (3)$$

Combinando ambas ecuaciones (2) y (3) y podemos despejar y así conocer  $\Delta\tau$ :

$$\Delta\tau = \frac{\Delta\omega^- - \Delta\omega^+}{2} \quad (4)$$

Sabiendo que  $\Delta\theta_S = \theta_L - \theta_S$ , si sustituimos esta expresión en (2) y (3) y sumamos ambas ecuaciones tendremos:

$$\Delta\theta_S = \frac{\Delta\omega^- + \Delta\omega^+}{2} \quad (5)$$

Conociendo estas dos diferencias angulares y sustituyéndolas en las fórmulas correspondientes podemos obtener los parámetros de red de las películas crecidas.

<sup>(1)</sup> Complementarios: Aquellos planos que además de formar el mismo ángulo con el plano de la dirección de crecimiento, deben poder ser representados por una combinación lineal de los tres vectores que definen el espacio base.

## Referencias Bibliográficas

- [1] K.M.Lui, K.P. Chik, J.B. Xu, Appl. Phys. Lett., **70**, 865 (1997).
- [2] M. Dubbey, K.A. Jones, W.Y. Han, L.C. West, C.W. Roberts, J.P. Dunkel, L. Peticolas, J.C. Bean, J. Appl. Phys, **79**, 7157 (1996).
- [3] A. Leycuras, M.G. Lee, Appl. Phys. Lett, **65**, 2296 (1994).
- [4] B. Salazar-Hernández, M.A. Vidal, H. Navarro-Contreras, C. Vázquez-López, Thin Solid Films **352**, 269 (1999).
- [5] R. Venkatsubramaniam, M.L. Timmons, S. Bothra, J.M. Borrego, J. Cryst. Growth **112** (1991).
- [6] Landolt-Börnstein
- [7] J. Faltas, Appl. Phys. Lett., **65**, 1680 (1994).
- [8] A.G. Rodríguez, H. Navarro-Contreras and M.A. Vidal, Phys. Review B, **63**, 115328-1 (2001).
- [9] A- Navarro-Quezada, A.G. Rodríguez, M.A. Vidal, G. Hernández-Sosa, H. Navarro-Contreras, Superficies y Vacío, **16(4)**, 42-44 (2003).
- [10] H.G. Golson and D.J. Dunstan, J. Appl. Phys., **81** (1997).
- [11] A.T. Macrander, G.P. Schartz, J. Appl. Phys., **64(12)** 6733 (1988).
- [12] W.J. Bartles, W.J. Niman, J. Crys. Growth, **44**, 518 (1978).
- [13] R.Zaus, *Doctoral Thesis*, University of Munich (1992).
- [14] H.J. Herzog, E. Kasper, J. Crys. Growth **197**, 783 (1999).
- [15] B. Chapman, *Glow discharge processes* (John Wiley & Sons, 1980)
- [16] M. Shuster, N. Herres, *An introduction to High Resolution X-Ray Diffractometry*.
- [17] E. Anastassakis, J. Appl. Phys., **68(9)**, 4561 (1990)
- [18] B.R. Bennett and J.A del Alamo, J. Appl. Phys. **73**, 8304 (1993).
- [19] C. Kittel, *Introduction to Solid State Physics* (1971).
- [20] C. Hammond, *The basics of crystallography and diffraction* (Oxford Science Publications, 1998)
- [21] G. L. Price, Phys. Rev. Lett. **66** (4) (1991).