

# РЕНТГЕНОВСКАЯ ДИФРАКЦИОННАЯ ТОПОГРАФИЯ (ОБЗОР)

В.В.Лидер

*Института кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ  
«Кристаллография и фотоника» РАН,  
Москва 119333, Ленинский пр-т, 59.*

В обзоре описаны различные рентгенотопографические методы визуализации дефектов кристаллической решетки, рассмотрены вопросы формирования дифракционного контраста, а также приведены примеры использования рентгеновской топографии для изучения структурных дефектов различных кристаллических объектов.

**Ключевые слова:** кристаллы, структурные дефекты, рентгеновские лучи, дифракция, топография, дифракционный контраст, пространственное разрешение.

PACS numbers: **61.10.Nz**, 61.72.–y, 61.72.J–, 61.44.Br, 87.59.-e

## Содержание

1. Введение.
2. Структурные дефекты в кристаллах. Точечные дефекты.
  - 2.1. Линейные дефекты.
  - 2.2. Планарные дефекты.
  - 2.3. Объемные дефекты.
3. Распространение рентгеновских волн в кристалле.
4. Формирование дифракционного контраста.
5. Однокристалльные рентгенотопографические методы.
  - 5.1. Метод Берга-Барретта.
  - 5.2. Метод Ланга.
  - 5.3. Секционная топография.
  - 5.4. Метод рентгеновского муара.
  - 5.5. Метод синхротронного белого пучка.
  - 5.6. Метод стробоскопической топографии.
6. Трехмерное изображение дефектной структуры.
  - 6.1. Стереоскопическая топография.
  - 6.2. Топо-томография.
  - 6.3. Пошаговая секционная топография.
7. Пространственное разрешение.
8. Двухкристальная рентгеновская топография.
  - 8.1. Плосковолновая топография.
  - 8.2. Картирование деформационных полей.
  - 8.3. Визуализация кривой качания.
9. Обработка дифрагированного пучка.

- 9.1. Ретикулография.
- 9.2. Трехкристальная топография.
- 9.3. Увеличитель изображения.
- 10. Объекты исследования.
  - 10.1. Структурные дефекты в монокристаллах.
  - 10.2. Примеры кристаллических материалов (кремний, карбид кремния, алмаз, лед, квазикристаллы, кристаллы белка).
- 11. Заключение.
- Список литературы.

## 1. Введение

Высокие технологии, используемые в науке и производстве, требуют создания новых, либо совершенствования (в частности, структурного) известных материалов. В обоих случаях необходимо иметь неразрушающие методы характеристики структуры и контроля качества материалов, обладающие высокой чувствительностью к неоднородностям кристаллической решетки. Поскольку физические свойства кристаллов, используемых в науке и технике, напрямую зависят от степени их структурного совершенства, рентгеновские дифракционные методики, позволяющие исследовать их дефектность, могут оказаться незаменимыми. К таким методикам принадлежит рентгеновская топография.

Все рентгеновские дифракционные методики основаны на конструктивной интерференции рентгеновских лучей (РЛ), отраженных от системы кристаллографических плоскостей при выполнении условия Брэгга:

$$2d\sin\theta = m\lambda, \quad (1)$$

где  $d$  – межплоскостное расстояние,  $\lambda$  – длина волны,  $\theta$  – угол Брэгга,  $m$  – порядок отражения.

Рентгеновская дифракционная топография является общим термином для семьи методов рентгеновской дифракции, которые способны предоставить информацию о природе и распределении структурных дефектов в монокристаллических материалах. Полное название «дифракционная топография» немного более информативно, указывая на то, что эта техника является дифракционной топографией внутренних плоскостей, то есть локальных изменений межплоскостных расстояний и поворотов этих плоскостей, а не топографией внешней поверхности.

Преимущества рентгеновской топографии перед обычной оптической микроскопией – возможность изучать дефекты структуры непрозрачных для видимого света кристаллов, высокая чувствительность, позволяющая регистрировать малые относительные изменения межплоскостных расстояний (до  $10^{-6}$ ) и наклонов плоскостей (до 0,1 угл. с.). Рентгеновская топография существенно уступает просвечивающей электронной микроскопии в разрешении, но является неразрушающим методом исследования и контроля, превосходит ее в отображении всего кристалла и применима для изучения структуры относительно толстых кристаллов – толщиной от  $\sim 1$  мм до 10 мм.

В рентгеновской топографии коллимированный лентообразный пучок рентгеновского излучения падает на монокристаллический образец под заданным углом Брэгга, и соответствующий дифрагированный пучок проецируется на

рентгеновскую пленку высокого разрешения или двухкоординатный детектор. Таким образом, полученное двумерное пятно дифракции представляет собой рентгеновскую топограмму, и она отображает локальное изменение интенсивности дифракции в зависимости от мощности рассеянных на дефекте РЛ. На локальную дифракцию влияют искаженные области вокруг дефекта, приводящие к различиям в интенсивности между этими областями и окружающей более совершенной матрицей. Это изменение интенсивности приводит к возникновению контраста, зависящего от особенности локального искажения кристаллической решетки, производимого дефектом данного типа [1]. Несмотря на сложность механизма формирования дифракционного контраста дефектов, топограммы достаточно наглядны и позволяют получать о дефектах разнообразную информацию качественного, а иногда и количественного характера.

В основе рентгеновской топографии лежат две геометрические схемы дифракции РЛ – отражения (Брэгга) и прохождения (Лауэ). В первом случае падающий и отраженный лучи находятся по одну сторону кристалла, во втором – по обе стороны.

В настоящее время рентгеновская топография стала высокоэффективным средством исследования и неразрушающего контроля реальной структуры материалов и активно применяется в физическом материаловедении.

Востребованность рентгеновской топографии вызвала появление большого количества обзоров и монографий (например, [2 – 15] и [16, 17], соответственно). Однако часть из этих обзоров – «возрастные» [2, 3, 5, 7], часть посвящена конкретной узкой области применения рентгеновской топографии [4, 6, 8, 9 – 12, 14].

Цель настоящего обзора – попытка по возможности полного описания современного состояния рентгеновской топографии.

## 2. Структурные дефекты в кристаллах.

Говоря о кристаллах как об атомно-молекулярных структурах, обладающих ближним и дальним порядком, следует принимать во внимание, что локальные нарушения этого порядка, то есть дефекты кристаллической структуры, практически неизбежны. При этом именно реальная структура кристалла во многом определяет его конечные свойства и возможности практического применения.

С точки зрения размерности различают четыре типа дефектов: точечные, имеющие малые, не превышающие нескольких атомных диаметров размеры в трех измерениях; линейные, имеющие малые размеры в двух измерениях и значительную протяженность в третьем; планарные, протяженные в двух направлениях и малые в третьем; объемные, имеющие значительные размеры во всех трех направлениях.

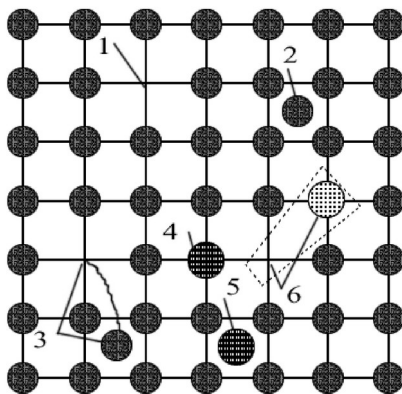
### 2.1. Точечные дефекты

К точечным дефектам относятся (рис.1):

- дефекты по Шоттки,
- дефекты по Френкелю,
- атомы примеси в положении замещения,
- атомы примеси в междоузлии.

*Дефект по Шоттки* представляет собой вакансию в кристаллической решетке, *дефект по Френкелю* – пару «вакансия – междоузельный атом».

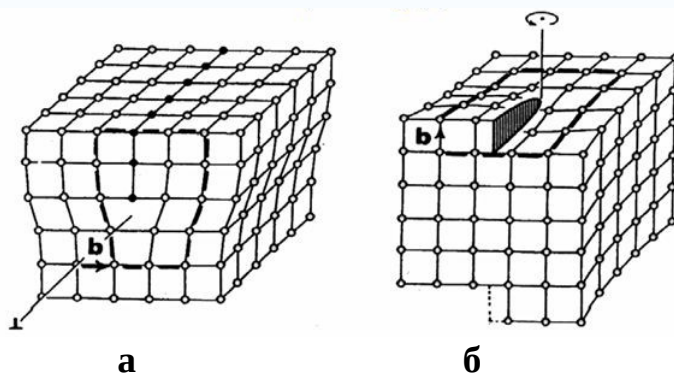
Этот тип дефектов присущ всем кристаллам без исключения, различие состоит лишь в величине колебаний состава и степени их влияния на конечные свойства кристалла. Неоднородности состава, в том числе примесные неоднородности, могут оказывать различное негативное действие при производстве промышленных изделий.



**Рис.1.** Типы точечных дефектов: 1 – вакансия; 2 – межузельный атом; 3 – дефект по Френкелю; 4 – примесный атом замещения; 5 – примесный атом внедрения; 6 – атом замещения бóльшей валентности.

## 2.2. Дислокации.

Дислокациями называются линейные дефекты, которые могут быть краевого, винтового или смешанного типа [18]. Дислокации образуются за счет механических напряжений, существующих в кристалле, и обусловлены градиентом температуры или большой концентрацией примесных атомов. Мерой искажения служит так называемый вектор Бюргерса  $\mathbf{b}$ . Он получается, если обойти замкнутый контур в идеальном кристалле, переходя от узла к узлу решетки, а затем этот же путь повторить в реальном кристалле, заключив дислокацию внутрь контура. В реальном кристалле контур окажется незамкнутым; для его замыкания требуется достроить контур вектором, величина и направление которого дает вектор Бюргерса (рис.2). Направление дислокационной линии дается вектором  $\mathbf{l}$ ;  $\mathbf{b}$  и  $\mathbf{l}$  перпендикулярны для краевых дислокаций, они параллельны для винтовых дислокаций, и они находятся под углом в смешанных дислокациях.



**Рис.2.** Краевая (а) и винтовая (б) дислокации.

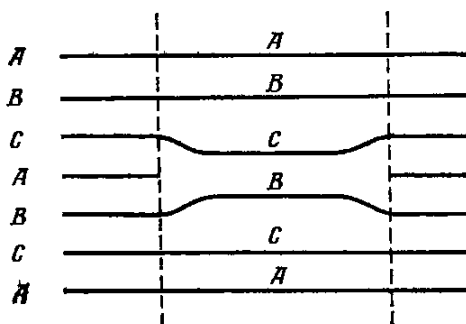
Краевые дислокации возникают за счет внедрения или вычитания одной или нескольких кристаллических полуплоскостей. Кристалл с винтовой дислокацией уже

не состоит из параллельных атомных плоскостей, скорее его можно рассматривать состоящим из одной атомной плоскости, закрученной в виде геликоида или винтовой лестницы без ступенек (рис.2).

Дислокации – эффективные стоки для нативных точечных дефектов, очищающие области кристалла, прилегающие к ним. Генерация дислокаций и их движение приводит к релаксации напряжения при охлаждении кристалла после роста. Наоборот, дислокации и их скопления создают свои собственные поля напряжений. Напряжения убывают обратно пропорционально расстоянию от ядра дислокации. Дальние поля напряжений дислокаций и их скоплений могут привести к появлению заметных макроскопических разориентаций кристаллической решетки. Разориентация особенно высока, если в кристалле образуется структура субзерен, разделенная малоугловыми границами. Сильная локальная концентрация напряжений вблизи дислокационных конфигураций, формирующихся при предшествующей пластической деформации, может стать причиной зарождения трещины.

### 2.3. Дефекты упаковки.

Дислокации, которые имеют вектор Бюргерса, равный периоду кристаллической решетки, называются полными. Наряду с ними существуют частичные дислокации, которыми являются дефекты упаковки атомов. Дефект упаковки возникает при расщеплении дислокации на две частичные, у которых вектор Бюргерса не равен периоду трансляции решетки. Дефект упаковки – это отклонение от нормальной для данного кристалла последовательности в расположении атомных слоев [19].



**Рис.3.** Дефект упаковки вычитания в ГЦК-решетке.

К настоящему времени хорошо известно, что дефект упаковки является одним из наиболее распространенных планарных дефектов кристаллической решетки и его наличие может в значительной степени влиять на процессы пластической деформации, упрочнения, разрушения, рекристаллизацию, характер фазовых превращений.

Схематически упаковка атомных слоев в совершенной гранцентрированной кубической (ГЦК) решетке описывается как  $ABC \rightarrow ABCABC\dots$ , тогда структуру дефекта упаковки можно представить последовательностью  $ABC/BC\ ABC\dots$  ( $A, B, C$  – расположение атомных слоев) (рис.3). Границы дефектов упаковки считаются частичными дислокациями типа Шокли. Частичная дислокация Шокли является скользящей, ее плоскость скольжения совпадает с плоскостью дефекта упаковки. Существуют также частичные дислокации, у которых вектор Бюргерса не лежит в плоскости дефекта упаковки. Наиболее важными из них являются дислокации, возникающие при схлопывании скопления вакансий (рис. 3) или образовании

скопления (кластера) межузельных атомов. Такая дислокация не способна скользить и поэтому называется *сидячей*, или *дислокацией Франка*. При этом возникает нарушение правильного чередования плотноупакованных слоев, которое по существу является дефектом упаковки. Дислокация Франка краевая. Поскольку вектор  $\mathbf{b}$  не лежит в плоскости дефекта упаковки, то дислокация Франка не может двигаться скольжением, а перемещается переползанием, что требует развитых диффузионных процессов.

С понятием дефектов упаковки и частичных дислокаций связано представление еще об одном классе дефектов дислокационного типа – дислокационных петлях. Подобно дефектам упаковки, дислокационные петли относятся к двухмерному или поверхностному классу. Характерная особенность дислокационных петель состоит в том, что они представляют собой замкнутую дислокационную линию. Подобно дефектам упаковки, дислокационные петли образуются либо из плоского скопления вакансий, либо из плоского скопления межузельных атомов. Соответственно их называют петлями вакансионного, либо межузельного типа. Тогда приток вакансии к петлям первого типа расширяют их размеры, а второго – сокращают. Уход вакансии от петель первого типа ведет к их сужению, а от петель межузельного типа – к росту.

## 2.4. Объемные дефекты.

Объемные дефекты – нарушения структуры, включающие трехмерные нарушения сплошности материала, существующие в виде пор, трещин, скопления точечных дефектов, частиц другой фазы. Двойники и блоки также можно рассматривать как объемные несовершенства кристаллов. Структурные объемные дефекты, как правило, формируются в результате последовательной трансформации имеющихся дефектов более простых геометрических форм.

*Трещины.* Зарождение трещины является следствием сильной локальной концентрации напряжений вблизи дислокационных конфигураций, формирующихся при предшествующей пластической деформации. Наиболее часто трещины возникают в голове скоплений дислокаций вблизи каких-либо барьеров: включений вторичных фаз, границ зерен, двойников и т.д. В результате движения и взаимодействия дислокаций при различного рода внешних воздействиях на кристалл образуются сложные дислокационные ансамбли. Концентратором напряжений является кончик трещины, который может распространяться с разрывом химических связей, образуя фронт трещины, идущий через кристалл, что заканчивается катастрофическим макроскопическим разрушением кристалла.

*Поры.* Нарушением сплошности называется дефект (полость) в кристалле, наименьший размер  $r$  которого превышает радиус действия межатомных сил сцепления. Фактически это означает, что размер  $r$  превосходит 2–3 межатомных расстояния, и противоположные участки полости можно рассматривать в качестве свободных поверхностей. Например, в кристаллах карбида кремния поры имеют форму трубок, диаметр которых может варьироваться от долей до единиц микрометров и, как принято считать, формируются на супердислокациях с большими векторами Бюргерса. Модель супердислокации с полым ядром была предложена в середине прошлого века Франком [20] и рассмотрена в работе [21].

*Двойники.* Одна из разновидностей объемных дефектов – двойники. Двойником называется часть кристалла, структура которой является зеркальным отражением структуры остальной части кристалла. Двойники могут появляться при деформации,

кристаллизации, отжиге деформированных кристаллов и других процессах. В отличие от дислокаций (когда смещение соседних плоскостей друг относительно друга происходит на величины, кратные вектору трансляции решетки), при двойниковании сдвиг соседних плоскостей происходит на расстояния, меньшие вектора трансляции решетки, но он последовательно накапливается в соседних плоскостях. Плоскость симметрии, связывающая две зеркально симметричные части кристалла, называется плоскостью двойникования.

Двойники, подобно дефектам упаковки, представляют собой дефекты, при наличии которых происходят нарушения кристаллографической ориентации частей кристалла из-за нарушения порядка чередования атомных плоскостей. В случае двойникового дефекта в ГЦК-решетке слои  $\{111\}$  чередуются в последовательности **ABCA BCB ACBA**.... Расположение слоев слева от слоя **C** в выделенном блоке представляет собой зеркальное отражение расположения слоев справа от него. Величина смещения атомов в каждой из параллельных плоскостей пропорциональна расстоянию данной плоскости от плоскости двойникования. Как правило, этот дефект вызывается теми же причинами, что и образование дислокаций, и часто порождается скоплениями последних. Возникновению двойников способствуют также скопление примесей на фронте кристаллизации, отклонение направления роста от направления температурного градиента и механические напряжения.

**Микродефекты.** Одним из проявлений трехмерных нарушений в кристаллической решетке являются микродефекты, такие как включения, кластеры точечных дефектов, небольшие дислокационные петли, которые характеризуются короткодействующими деформационными полями:  $U \sim r^{-2}$  ( $U$  – поле смещения на расстоянии  $r$ , превышающем размер дефекта). Например, при росте бездислокационных кристаллов кремния возникают микродефекты (свирлы), которые являются дислокационными петлями внедренного типа [22, 23].

**Блоки** являются областями, сравнительно свободными от дислокаций, а границы блоков состоят из дислокационных сеток. Блоки мозаики являются примером трехмерных (объемных) дефектов структуры кристалла. Практическая важность в исследовании причин образования и особенностей явления мозаичности заключается в том, что на границах блоков мозаики в кристаллах возникают значительные механические напряжения, что в ряде случаев нежелательно.

### 3. Распространение рентгеновских волн в кристалле

Описание распространения электромагнитных волн в кристаллах и, в частности, закономерностей формирования дифракционного контраста, дается динамической теорией рассеяния РЛ, которая к настоящему времени хорошо развита и позволяет достаточно точно описать самые разнообразные дифракционные эффекты как в совершенных кристаллах, так и в кристаллах с дефектами. Существует целый ряд монографий, в которых результаты динамической теории излагаются с различной степенью детализации [16, 17, 24 – 26].

Волновые уравнения, удовлетворяющие уравнениям Максвелла, геометрически могут быть представлены дисперсионной поверхностью [27]. Дисперсионная поверхность характеризует пространственную дисперсию фазовой скорости рентгеновских волн в кристалле в зависимости от отклонения направления распространения первичного излучения от направления, соответствующего условию

Брэгга. Это соответствует возбуждению двух связанных точек на двух листах дисперсионной поверхности. Нормаль к дисперсионной поверхности задает направление групповой скорости и, следовательно, направление распространения РЛ. На границе зон Бриллюэна дисперсионная поверхность благодаря сильным брэгговским отражениям расщепляется. Именно этот участок дисперсионной поверхности, похожий на гиперболический цилиндр (в двухволновом случае), представляет интерес для анализа волновых полей в кристалле, находящемся вблизи положения брэгговского отражения. В двухволновом случае двум листам дисперсионной поверхности соответствуют два типа блоховских волн (или квазичастиц, различающихся знаком эффективной массы и величиной фазовой скорости). Разница в скоростях блоховских волн определяется величиной расщепления дисперсионной поверхности. Для точного брэгговского положения расщепление минимально и, соответственно, равно расстоянию между вершинами гипербол.

Распространение в кристалле двух типов блоховских стоячих волн с близкими величинами фазовой скорости приводит к возникновению в суммарном самосогласованном волновом поле пространственных по глубине биений на расстоянии  $\Lambda$ , называемом экстинкционной длиной [28]:

$$\Lambda = \lambda(|\gamma_0\gamma_h|)^{1/2}/C|\chi_{hr}|, \quad (2)$$

$$\chi_{hr} = -(r_e\lambda^2/\pi V)F_{hr},$$

где  $\chi_{hr}$  – реальная часть фурье-компоненты поляризуемости кристалла, поляризационный множитель  $C = 1$  для компонент волнового поля, поляризованных перпендикулярно плоскости рассеяния ( $\sigma$ -поляризация) и  $C = \cos 2\theta$  для компонент, поляризованных в этой плоскости ( $\pi$ -поляризация),  $\gamma_0, \gamma_h$  – косинусы углов между внутренней нормалью к поверхности и направлениями падающего и дифрагированного пучков соответственно,  $V$  – объем элементарной ячейки,  $r_e = e/mc^2$  – классический радиус электрона,  $F_{hr}$  – реальная часть структурной амплитуды. Существование подобных биений порождает потенциальную возможность перекачки энергии из проходящей волны в дифрагированную и обратно. Но поскольку в кристалле существует самосогласованное волновое поле, реальная перекачка наблюдается только на выходной поверхности кристалла. Для симметричного лауэвского случая ( $\gamma_0 = \gamma_h = \cos\theta$ ) дифракции РЛ на прозрачной для РЛ плоскопараллельной кристаллической пластине толщиной  $t$  при точном выполнении условия дифракции интенсивности дифрагированной  $R$  и прошедшей  $T$  волн даются выражениями [28]:

$$R = \sin^2(\pi t/\Lambda), \quad (3)$$

$$T = \cos^2(\pi t/\Lambda), \quad (4)$$

$$\Lambda = \lambda \cos\theta / C|\chi_{hr}|. \quad (5)$$

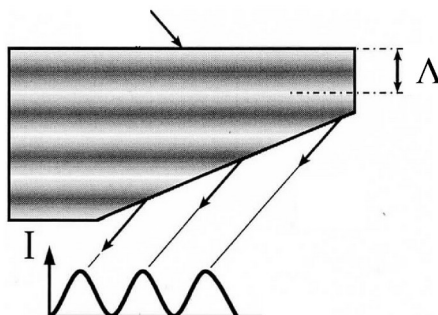
Выражение (3) показывает, что интенсивность  $R$  в точках с координатами  $t/\Lambda = n$  периодически обращается в нуль, а в точках  $t/\Lambda = n + 1/2$  имеет максимальное значение  $R = 1$ . Зависимость  $T(t)$  антифазна зависимости  $R(t)$ .

Благодаря сходству с передачей кинетической энергии от одного маятника к другому при их связанных колебаниях описанное явление взаимного обмена интенсивностью между отраженной и прошедшей волнами получило название маятникового решения (*Pendellösung*). Маятниковый эффект объясняет появление полос равной толщины при дифракции РЛ на клиновидном кристалле (рис.4).

Другой важный эффект связан с поглощением РЛ. Блоховские волны, принадлежащие разным листам дисперсионной поверхности, имеют существенно



разные коэффициенты поглощения. Это вызвано тем, что пучности волн одного типа приходятся на узлы кристаллической решетки, а пучности другого «скользят» между узлами решетки. Так как главным механизмом поглощения РЛ является фотоэлектрический эффект, сильнее будет поглощаться то поле, которое имеет максимумы на плоскостях.



**Рис.4.** Схема формирования полос равной толщины (полос *Pendellösung*) при трансмиссионной дифракции РЛ на клиновидном кристалле ( $\Lambda$  – глубина экстинкции).

Интенсивность дифрагированной волны при точном выполнении условия симметричной дифракции на выходе кристалла будет:

$$I = I_0 \exp[-\mu_\phi t / \cos\theta], \quad (6)$$

где  $I_0$  – интенсивность первичной волны,  $t$  – толщина кристалла,  $\mu_\phi$  – фотоэлектрический коэффициент поглощения:

$$\mu_\phi = \mu(1 \pm C\epsilon). \quad (7)$$

Здесь  $\mu$  – линейный коэффициент поглощения РЛ,  $\epsilon = |\chi_{hi}|/|\chi_{oi}|$  ( $\chi_{hi}$  и  $\chi_{oi}$  – мнимые части Фурье-компонент поляризуемости кристалла), знаки  $+$  и  $-$  соответствуют сильно поглощающемуся и слабо поглощающемуся волновым полям.

**Таблица.** Величины множителей поглощения  $\exp(-\mu_\phi t)$  для кристалла германия при симметричной лауэвской дифракции ( $C = 1$ ) [28].

Рефлекс	ε	Поле	μt = 0,5	μt = 1	μt = 6	μt = 10
220	0,96	сильнопоглощающее	0,376	0,141	8·10 <sup>-6</sup>	3·10 <sup>-9</sup>
		слабопоглощающее	0,981	0,962	0,786	0,670
333	0,61	сильнопоглощающее	0,450	0,202	6,7·10 <sup>-5</sup>	1,1·10 <sup>-7</sup>
		слабопоглощающее	0,824	0,678	0,097	0,0204
exp(- μt)			0,607	0,368	0,0025	4,6·10 <sup>-5</sup>

Различие в поглощении полей (см. Таблицу 1), принадлежащих разным ветвям дисперсионной поверхности, лежит в основе эффекта аномального прохождения РЛ. Эффект состоит в аномальной прозрачности «толстого» кристалла ( $\mu t \gg 1$ ) в положении дифракционного отражения. Он был обнаружен Борманом в 1941 году и носит его имя [29].

#### 4. Формирование дифракционного контраста.

Проблема дифракционного контраста впервые возникла в рентгеновской топографии в связи с необходимостью расшифровки наблюдаемых изображений дефектов кристаллической структуры. Гомогенный образец (с идеальной кристаллической решеткой) дает на топограмме однородное распределение

интенсивности. Модуляции интенсивности (топографический контраст) возникают из-за неоднородностей кристаллической решетки. Первые систематические представления о формировании изображения структурных дефектов на рентгеновских топограммах были даны А.Отье [30, 31]. Следуя его классификации, изображение дефекта (например, дислокации) может состоять из трех частей дифракционного контраста: прямого (кинематического), динамического и промежуточного.

Прямое изображение формируется самой нарушенной частью кристалла вблизи ядра дефекта, где распространяющееся волновое поле не успевает приспособиться к деформированной решетке, и изображение по своей природе является кинематическим. Оно формируется, когда угловая или спектральная расходимость первичного пучка больше, чем приемный угол идеального кристалл [16]. Только при этом условии имеет место дополнительное увеличение интенсивности по сравнению с пучком, дифрагированным на идеальной матрице. Прямое изображение, таким образом, дает повышенную интенсивность. При этом необходимо, чтобы эффективная разориентация деформированных областей вокруг структурного дефекта, такого как дислокация и включение, была больше, чем приемный угол  $\Omega$  ( $\Omega = 2C|\chi_{hr}|/(\gamma_o/\gamma_h)^{1/2}\sin 2\theta$ ) идеального кристалла и не больше, чем угловая расходимость падающего пучка [16]. Эффективная разориентация  $\delta\theta$  вокруг дефекта есть сумма компонентов наклона отражающих плоскостей в плоскости дифракции  $\delta\phi$  и изменения угла Брэгга  $\theta$  из-за относительного изменения величины межплоскостного расстояния  $\delta d/d$ , и задается следующим уравнением:

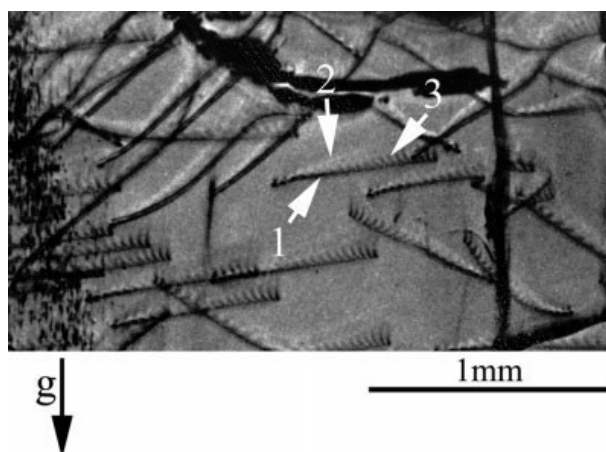
$$\delta\theta = -\tan\theta(\delta d/d) \pm \delta\phi \quad (8)$$

Предложенная модель образования прямого изображения дефектов хорошо согласуется с уже существующим экспериментальным материалом. Она, во-первых, показывает, что прямое изображение будет возникать только тогда, когда какая-либо локальная область выходит из отражающего положения. Поэтому становится понятно, почему слабые дефекты не дают прямого изображения [32]. Во-вторых, расходимость первичного пучка должна приводить к увеличению размеров прямого изображения в направлении вектора дифракции. Естественно, интенсивность и размеры прямого изображения должны увеличиваться при увеличении размеров источника, а также за счет монохроматичности рентгеновского излучения [33].

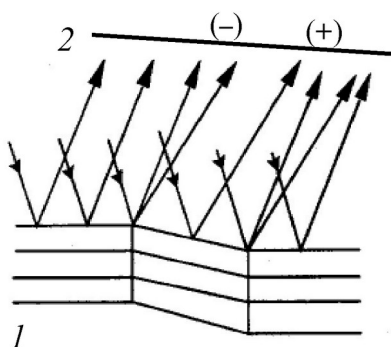
Кинематическая дифракция характеризуется отсутствием эффектов первичной экстинкции, которые являются сущностью динамической дифракции. Эти первичные эффекты экстинкции, создаваемые интерференцией между дифрагированной и падающей волнами внутри кристалла, приводят к общему снижению интенсивности дифракции для идеального кристалла в отличие от мозаичного кристалла.

В области дальнего поля дефекта градиенты деформаций невелики и волновое поле успевает подстраиваться под изменения решетки. Динамический контраст возникает в результате взаимодействия этого волнового поля с полем искажения дефекта из-за изменения направления распространения волнового поля, вызванного деформациями вокруг дефекта. Изменение направления распространения приводит к изменению поглощения волновых полей и к различию в интенсивности дифрагированной волны на выходе из кристалла. В случае уменьшения интенсивности дифрагированной волны возникает светлый контраст, который можно интерпретировать как «тень» дефекта [30].

По мере приближения к ядру дислокации сильно возрастает градиент деформаций решетки, и на расстояниях  $r < \Lambda$  определяющим становится фазовый сдвиг, приобретаемый блоховской волной при рассеянии. Поэтому в этой области решающую роль начинают играть явления межветвевое рассеяния [31, 34], когда блоховские волны, принадлежащие одному из листов дисперсионной поверхности, могут породить волны, соответствующие другому листу, и контраст будет определяться интерференцией «нового» и «старого» волновых полей. Промежуточное изображение возникает из-за интерференционных эффектов на поверхности выхода кристалла между созданными новыми волновыми полями, распространяющимися в кристалле за дефектом, и неискаженным исходным волновым полем, распространяющимся в идеальной области кристалла.



**Рис. 5.** Изображения дислокаций на топограмме, полученной от монокристалла AlN ( $g = 101\bar{0}$ ,  $\lambda = 0.75\text{\AA}$ ) при условии промежуточного поглощения ( $\mu t = 8$ ), показывающие прямое (1), динамическое (2) и промежуточное (3) изображения ( $g$  – вектор дифракции) [1].



**Рис. 6.** Схема формирования ориентационного контраста на топограмме, полученной от блочного кристалла: 1 – кристалл, (–) – область уменьшенной интенсивности на фотопластинке 2 из-за расхождения РЛ, (+) – область увеличенной интенсивности из-за схождения РЛ и перекрытия изображений.

В геометрии прохождения реализация одного из трех типов изображения, которые могут наблюдаться, определяется условиями поглощения. Условия поглощения обычно определяются произведением линейного коэффициента поглощения  $\mu$  и толщины кристалла  $t$ . Для топограмм, записанных в условиях слабого поглощения ( $\mu t < 1$ ), в изображении дислокации преобладает прямой контраст. При условии промежуточного поглощения, когда  $5 > \mu t > 1$ , могут существовать все три вида контраста, в то время

как для случаев сильного поглощения ( $\mu t \gg 1$ ) доминирует динамический вклад (в этом случае известный как эффект Бормана) [1] (рис. 5).

Если кристаллы очень тонкие, прямые изображения не появляются даже при наличии дефектов. Пеннинг и Гоманс [35] предположили, что нижний предел толщины для наблюдения дефектов решетки составляет  $1/3 \sim 1/6$  от экстинкционной глубины  $\Lambda$ . Таннер экспериментально показал [36], что доля расстояния экстинкционной длины, на котором происходит эта потеря изображения, не является постоянной, а зависит от отражения и варьируется от примерно 0,4 для отражений низкого порядка до примерно 0,15 для отражений высокого порядка.

Кристаллы, которые содержат несколько областей разных ориентаций, обнаруживают так называемый ориентационный контраст. Две соседние области кристалла, разделенные границей (например, границей блока), дают дифрагированные РЛ, смещенные в пространстве в разных направлениях, что приводит к перекрытию изображений, если РЛ сходятся, или к разделению изображений, если они расходятся (рис.6). Анализ направления измеренных смещений изображений может определить ориентационные отношения между двумя областями кристалла, приводя, например, к определению законов двойникования. Ориентационный контраст наблюдается в кристаллах, содержащих области различной ориентации, такие как зерна, субзерна и двойники.

## 5. Однокристалльные рентгенотопографические методы.

Основы рентгеновской дифракционной топографии впервые были сформулированы Бергом [37, 38] и дополнены в работах Барретта и Рамачандрана [39, 40]. Это создало предпосылки для появления множества рентгенооптических схем, реализованных в разнообразных методах рентгеновской топографии [41 – 48].

Для изучения слабопоглощающих кристаллов (Si,  $Al_2O_3$ , SiC, алмаза и др.) и при исследовании дефектов в объеме кристаллов преимущественно используются трансмиссионные методы. Для сильнопоглощающих кристаллов (к ним относятся практически все полупроводниковые соединения типа  $A_3B_5$  и  $A_2B_6$ ), а также для исследования тонких слоев и пленок наиболее эффективны методы отражения.

Перейдем к описанию наиболее часто используемых однокристалльных рентгенотопографических методов: метода Берга-Барретта, метода Ланга, секционной топографии, метода синхротронного белого пучка.

### 5.1. Метод Берга-Барретта.

Это один из старейших методов рентгеновской топографии основан на геометрии Брэгга (отражение) [37 – 39]. Базовая экспериментальная установка (рис. 7а) использует линейный источник рентгеновского излучения  $S$ . Исследуемый кристалл  $C$  устанавливается таким образом, что условия дифракции удовлетворяются для характеристической линии  $K\alpha$  для одной из множества плоскостей Брэгга. Кристалл срезан так, что первичный пучок падает на кристалл под небольшим углом к поверхности образца, и дифрагированный пучок выходит почти нормально к поверхности образца. Фотопленка  $P$  может быть размещена очень близко к образцу. Ограничения этой техники включают в себя удвоение изображения из-за дублета  $K\alpha$ , а также значительную потерю пространственного разрешения при увеличении расстояния между образцом и фотопленкой. Эти ограничения могут быть преодолены

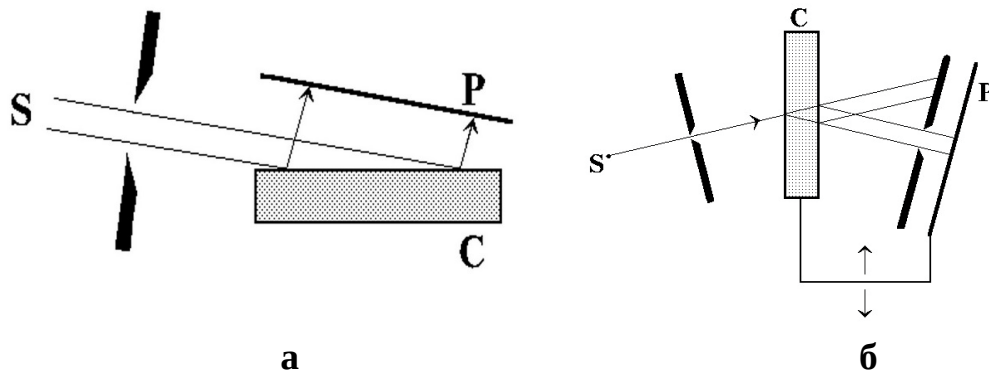
путем соответствующих корректировок геометрии съемки [42]. Метод прост и использует недорогое оборудование [17].

Использование геометрии отражения позволяет осуществить визуализацию дефектов образца на глубине проникновения рентгеновского излучения, определяемой в случае идеального или дефектного кристалла глубиной экстинкции или поглощением РЛ соответственно. При этом толщину информационного слоя  $T$  при съемке кристаллов с дефектами по методу обратного отражения оценивается по формуле [49]:

$$T = 2,3/\mu[\operatorname{cosec}(\theta + \varphi) + \operatorname{cosec}(\theta - \varphi)], \quad (8)$$

где  $\varphi$  — угол между отражающей плоскостью и поверхностью кристалла.

Метод Берга – Барретта успешно был использован для изучения структурных дефектов в различных кристаллах, например, взаимодействия дислокаций в цинке [50], оценке качества сильнопоглощающих кристаллов [51, 52], исследования дефектов в многослойных эпитаксиальных силовых приборах на основе кремния [53]. Рентгеновская монохроматическая топография Берга – Барретта с использованием синхротронного излучения (СИ) явилась эффективным методом исследования дислокаций и дефектов упаковки в силовых устройствах на основе карбида кремния и их влияния на производительность этих устройств [54, 55].



**Рис.7.** Схемы методов Берга- Барретта (а) и Ланга (б) ( $S$  – источник излучения,  $C$  – кристаллический образец,  $P$  – фотопленка) [48].

Модификация топографического метода Берга–Барретта, использующая косоасимметричную схему дифракции, может эффективно применяться для послойной визуализации структурных изменений в приповерхностных слоях кристалла. В этой схеме дифракции, получившей название «дифракция Брэгг- Лауэ» [56, 57], угол между отражающей и входной плоскостями  $\varphi$  несколько превышает значение угла Брэгга:  $\varphi \geq \theta$ . Такое положение кристалла, когда нормаль  $\mathbf{n}$  к входной поверхности и вектор дифракции  $\mathbf{g}$  лежат в плоскости дифракции, характерно при реализации условий крайне асимметричной схемы дифракции на прохождение по Лауэ. При повороте кристалла вокруг  $\mathbf{g}$  на некоторый угол  $\alpha$  появляется возможность реализации дифракции на отражение (дифракции Брэгга). В этом случае вектор  $\mathbf{n}$  уже не лежит в плоскости дифракции и в процессе поворота вокруг вектора дифракции описывает конус с реализацией различных вариантов падения луча на входную поверхность кристалла. Предельный угол азимутального сканирования  $\alpha_{LB}$ , при котором происходит переход от дифракции Лауэ к дифракции Брэгга, дается выражением [58]:

$$\cos \alpha_{LB} = \operatorname{tg} \theta \operatorname{ctg} \varphi. \quad (9)$$

Наибольший интерес для топографии представляют углы скольжения  $\gamma_0 = \sin(\theta - \varphi)$  вблизи угла полного внешнего отражения  $\gamma_c$  ( $\gamma_c \approx (2\delta)^{1/2}$ , где  $\delta$  – декремент

коэффициента преломления РЛ [59]), т.е. когда падающий пучок почти скользит по поверхности образца. Тогда, во-первых, расширение волнового фронта дифрагированной волны по сравнению с фронтом падающей волны позволяет получать топограммы от тонких приповерхностных слоёв монокристалла сравнительно большой площади. Во-вторых, согласно формуле (8), уменьшение угла скольжения приводит к уменьшению глубины проникновения РЛ в приповерхностные слои кристалла [60, 61].

## 5.2. Метод Ланга.

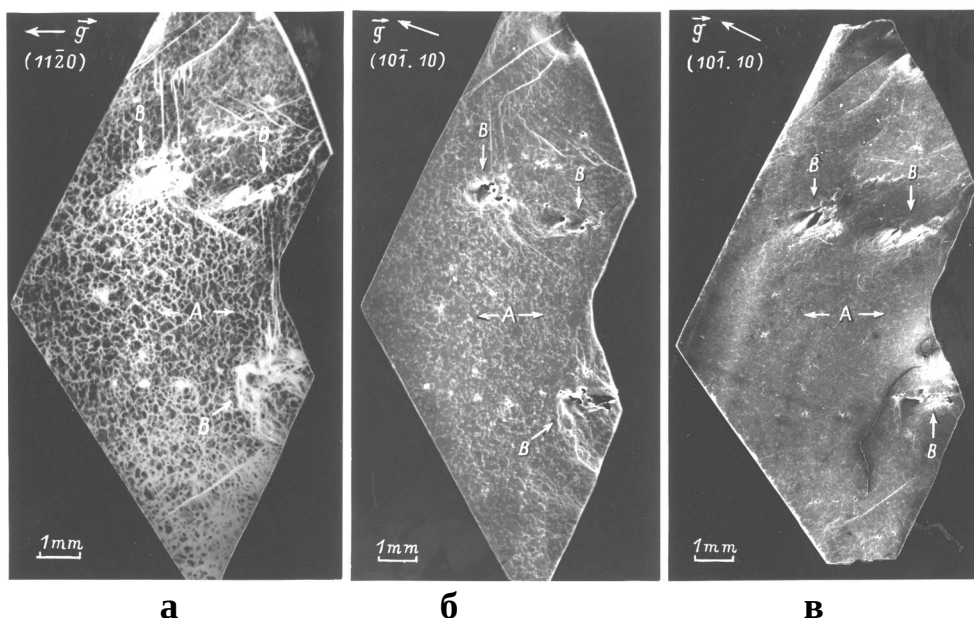
Важные разработки в области рентгеновской топографии появились в 1957–1958 годах, когда Ланг предложил методику изображения дефектов в кристаллах [46 – 48].

Метод рентгеновской топографии Ланга является наиболее широко используемым лабораторным методом и основан на геометрии прохождения. Рис.7б показывает базовую экспериментальную установку, где источник рентгеновского излучения  $S$  коллимирован для разделения линий дублета  $K\alpha$  (как правило, используется наиболее интенсивная линия  $K\alpha_1$ ). Дифракционные плоскости образца  $C$  обычно почти перпендикулярны поверхности кристалла, а дифрагированный пучок проходит через вторую щель, которая блокирует прямой пучок. Кристалл и детектор  $P$  закрепляются на специальном устройстве, которое может возвратно-поступательно перемещать образец и детектор под рентгеновским пучком, не нарушая условия Брэгга.

Метод Ланга особенно эффективен при изучении структурных дефектов в слабопоглощающих РЛ кристаллах. Он получил широкое распространение при характеристике реальной структуры монокристаллических пластин кремния, используемых в электронной промышленности для производства полупроводниковых микросхем (например, [53, 62 – 64]). Дефекты в полупроводниковых кристаллах сильно влияют на характеристики электронных приборов, и поэтому было важно знать, какие дефекты содержатся в используемых образцах, каковы их концентрация и пространственное расположение. Метод широко использовался для исследования структурных дефектов в алмазах [65 – 69] и кварце [70 – 72].

Методы Ланга и Берга-Барретта могут успешно дополнять друг-друга, поскольку первый позволяет выявить и анализировать дефекты во всем объеме исследуемого кристалла, а второй метод позволяет получать дифракционное изображение дефектов, содержащихся в его приповерхностном слое. Например, в работе [73] изучались структурные дефекты в подложках SiC и их влияние на рост эпитаксиальных слоев этими топографическими методами. На топограммах, полученных методом Ланга от подложек SiC (рис. 8а) видна ячеистая структура, обусловленная упорядоченным распределением дислокаций. На изображениях исследуемых подложек можно выделить обширные участки  $A$  с достаточно равномерным распределением базисных дислокаций с плотностью  $10^5 \text{ см}^{-2}$ ) и области  $B$  с достаточно сильными нарушениями, которые выявляются в виде сплошных светлых пятен без признаков тонкой структуры. Поскольку авторов интересовали дефекты в приповерхностном слое с точки зрения их влияния на эпитаксиальный рост, были получены топограммы в геометрии отражения (метод Берга-Барретта) с того же участка кристалла, что и на рис. 8а, на которой из ячеистой структуры видны отдельные дислокации, а точнее части их длины, фактически отвечающие выходу их на поверхность (рис. 8б). На рис. 8в представлена

топограмма, полученная методом Берга-Баррета после наращивания эпитаксиального слоя толщиной  $\sim 5$  мкм. Можно отметить, что плотность дислокаций на изображении существенно уменьшается. Поскольку базисные дислокации не прорастают, на топограмме отчетливо выявляются наклонные дислокации. Что же касается областей с более сильными и неоднородными искажениями в подложке, то они в основном наследуются эпитаксиальным слоем.



**Рис. 8.** а: Рентгеновская топограмма подложки SiC, полученная по методу Ланга (MoK $\alpha$ -излучение, рефлекс  $(112\bar{0})$ ). Видны области с равномерным распределением базисных дислокаций (А) и с сильными локальными нарушениями (В); б: Рентгеновская топограмма подложки SiC, полученная в геометрии отражения по методу Берга-Барретта (CuK $\alpha$ -излучение, рефлекс  $(101\bar{.}10)$ ); в: Топограмма подложки SiC с эпитаксиальным слоем толщиной  $\sim 5$  мкм, полученная по методу Берга-Барретта; дифракционные условия те же, что и для рис. 8б [73].

Рентгеновская топография Ланга, основанная на эффекте аномального прохождения (эффекте Бормана), позволила наблюдать весьма тонкие детали строения реальной структуры сильнопоглощающих РЛ и объемных («толстых») кристаллах. В частности, она успешно использовалась для изучения дефектов в кристаллах GaSb [74 – 76] и ZnGeP<sub>2</sub> [77 – 81].

Метод проекционных топограмм можно модифицировать так, чтобы записывались изображения только от дефектов, лежащих в выбранном диапазоне глубины кристаллического образца. Для этого непосредственно перед фотопленкой следует поместить дополнительную щель, пропускающую РЛ, дифрагированные с определенной глубины образца [82]. Этот метод «ограниченных проекционных топограмм» позволяет изучать внутренние дефекты, устраняя изображения повреждений поверхности. Он также может быть применен при изучении дефектов чуть ниже поверхности кристалла. Например, ограниченная проекционная топография может быть использована для улучшения видимости дефектов в зоне эпитаксиального слоя [83].

Однако для построения «карты» распределения дефектов по толщине кристалла потребуется несколько топограмм, что связано с большими временными затратами. Получить развертку положения дефектов по толщине кристалла на одной топограмме способна рентгеновская секционная топография.

### 5.3. Секционная топография.

Наиболее известен и распространен секционный метод Ланга [84]. В этом методе первичный узкий пучок РЛ формируется щелями или специальным кристаллическим коллиматором [85]. Ширина щели  $a$  не должна быть больше длины экстинкции ( $a < \Lambda$ , например, в случае излучения  $\text{CuK}\alpha_1$  и отражения (220) для Si  $a = 10$  мкм). В этих условиях дифракция осуществляется в приближении сферической волны [86].

Не в пример проекционным топограммам (или топограммам сканирования), на секционных топограммах плоскопараллельных пластин наблюдаются интерференционные полосы равной толщины (точнее, полосы равного пути РЛ в кристалле). Они возникают вследствие динамической интерференции между волнами, распространяющимися внутри так называемого треугольника Бормана, образованного направлениями падающего и дифрагированного лучей (треугольник  $ABC$  на рис. 9а). В то время как плоская волна возбуждает в кристалле две блоховские волны на противоположных ветвях дисперсионной поверхности, сферическая волна возбуждает всю дисперсионную поверхность, и волновые поля распространяются во всех направлениях внутри треугольника Бормана. Так как они когерентны, то сохраняют свою относительную фазу и поэтому в результате интерференции на секционной топограмме совершенного плоскопараллельного кристалла можно наблюдать серию маятниковых полос (полос равной толщины). Их плотность мала в центре секционной топограммы, и увеличивается к ее краям [87]. С увеличением поглощения контраст полос ослабевает, так как только слабопоглощающееся волновое поле достигает поверхности выхода [17]. В случае очень громоздких образцов (толщиной в несколько сантиметров), секционная топография является простым способом избежать проекции огромного объема кристалла на детектор, и полезна, если кристаллическое качество исследуемого образца не очень высокое [88].

Именно секционные топограммы содержат фундаментальное изображение дефекта, которое, после интегрирования, образует проекционную топограмму. На проекционных топограммах контраст дефектов будет размываться, так как изображение зависит от положения дефекта в треугольнике Бормана.

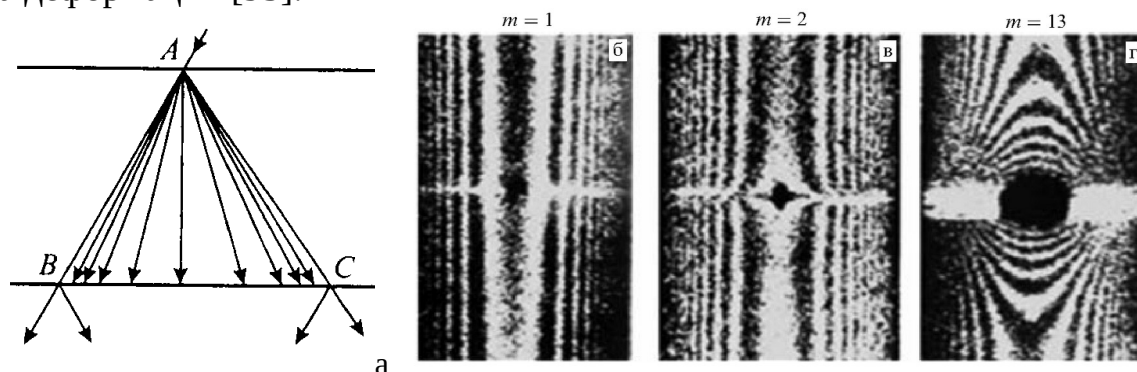
Анализ секционных топограмм позволил выяснить, как формируется дифракционное изображение дефекта и какую количественную информацию можно извлекать из структуры дифракционного изображения [26, 89 – 92].

Как правило, исследователю следует обратиться к секционной топографии для выполнения следующих экспериментальных требований [93]:

- 1) наивысшие возможности для разрешения индивидуальных дефектов, когда их плотность велика;
- 2) наилучшая чувствительность для детектирования отдельного дефекта, который дает локализованный слабый контраст;
- 3) прямое измерение глубины залегания дефекта (или прямое доказательство качественного различия между дефектами, лежащими на глубине и у поверхности);
- 4) регистрация маятниковых полос (полос равной толщины);



Полосы равной толщины чувствительны к кристаллическим искажениям (рис.9). Их деградация является одним из первых признаков дефектности кристалла, а их наличие свидетельствует о высоком качестве кристалла [94 – 96]. Теоретически показано, что расстояние между линиями равной толщины уменьшается в присутствии постоянного градиента деформации [95].



**Рис. 9.** Распределение энергии в треугольнике Бормана (ABC) при симметричной лауэвской дифракции сферической волны (а). Секционные топограммы винтовой дислокации, расположенной в плоскости дифракции параллельно вектору дифракции с разными значениями дифракционной мощности  $m = (\mathbf{g} \cdot \mathbf{b})/2\pi$  упругого поля искажений, толщина кристалла  $t = 410$  мкм, рефлекс (220), излучение  $\text{MoK}\alpha_1$  (б, в, г) [13].

Качество экспериментальной настройки, особенно ширина и параллельность входной щели камеры, становятся очень важными, и эти параметры должны быть приняты во внимание во всех теоретических и экспериментальных исследованиях. Чем уже щель, тем больше количество наблюдаемых интерференционных полос [97].

Секционная топография в геометрии Брэгга применяется значительно реже [98], но заслуживает внимания из-за своих особенностей и возможностей. Для нее также характерны интерференционные маятниковые полосы, однако в совершенном кристалле они выражены слабо [99 – 101]. В геометрии на отражение экспериментальное наблюдение маятниковых полос затруднено из-за быстрого уменьшения их интенсивности с ростом номера полосы [99] и не нашло практического применения. Здесь нужно учесть фон, который присутствует на всех рентгеновских снимках и резко снижает контраст полос. Другой тип интерференционных полос в геометрии на отражение — это интерференционные деформационные полосы. Интерпретация их появления была впервые дана в терминах геометрической оптики в работах [102, 103]. Они чувствительны к локальному изгибу кристалла, что проявляется в изменении их периодичности и формы. Ланг и Май Чжэнь Хун [100] впервые продемонстрировали системы маятниковых полос при брэгговской дифракции поляризованной сферической волны на совершенном кристалле алмаза. С помощью секционной топографии в геометрии Брэгга были получены изображения дислокаций в кристаллах кремния [101] и алмаза [104], изучались дефекты в кремнии, имплантированном протонами и  $\alpha$ -частицами [105] и в однородно изогнутых кристаллах кремния [106], GaAs [107] и гетероструктуры  $\text{Si}_{(1-x)}\text{Ge}_x/\text{Si}$  [108].

#### 5.4. Метод рентгеновского муара

В 1965 году впервые была показана возможность получения рентгеновского муара при дифракции РЛ на бикристалле в случае, когда его составляющие незначительно отличаются величинами межплоскостных расстояний или ориентацией, на примере полупроводниковой гетероструктуры [109] (в первом случае) и кристалла кварца, разделенного искусственно созданной трещиной [110] (во втором случае).

Муар возникает в виде линейной периодической картины с периодом, существенно бóльшим каждого из периодов двух структур [111, 112]. Если структуры состоят из системы равноудаленных плоскостей, параллельных друг другу, с несколько различающимися межплоскостными расстояниями  $d_1$  и  $d_2$ , то возникает муаровый узор с периодом

$$\Lambda_x = d_1 d_2 / |d_1 - d_2|, \quad (10)$$

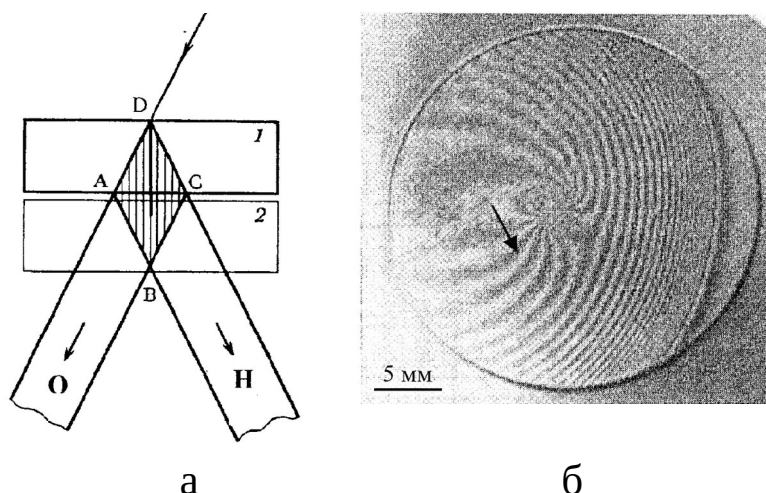
называемый дилатационным муаром. Если системы плоскостей с одинаковым периодом  $d$  развернуты друг относительно друга на малый угол  $\varepsilon$ , то возникает муаровый узор вращения с периодом

$$\Lambda_y = d/\varepsilon, \quad (11)$$

называемый ротационным муаром [113].

Из формул (10), (11) следует, что полосы дилатационного муара параллельны направлению отражающих плоскостей, а ротационного муара – перпендикулярны ему. Из формулы (10) также следует, что картины дилатационного муара позволяют определять изменение межплоскостного расстояния с точностью не хуже, чем  $10^{-7}$ .

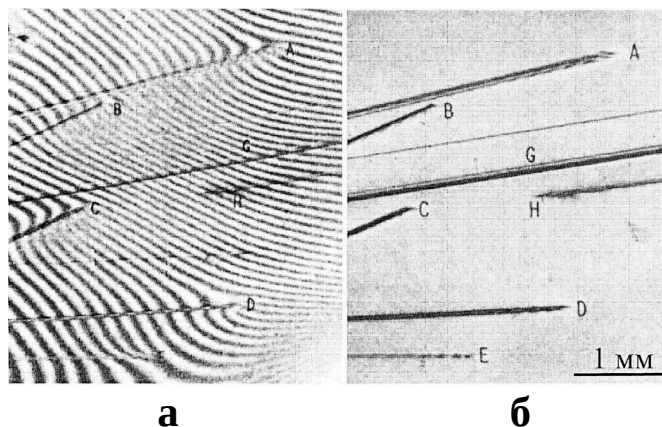
Кроме рассмотренных типов муара существует так называемый трансляционный муар: при перемещении друг относительно друга структур с  $d_1 = d_2 = d$  и  $\varepsilon = 0$  в направлении, нормальном их плоскостям, возможно зафиксировать периодическое (синусоидальное с периодом, равным  $d$ ) изменение интенсивности прошедшего излучения [113].



**Рис. 10.** Схема формирования картины рентгеновского муара для случая бикристалла (а); интерференционная картина, полученная от имплантированного ионами  $N^+$  кристалла кремния в геометрии Лауэ, рефлекс (111), излучение  $MoK\alpha_1$  [114], стрелкой показано направление вектора дифракции (б) (см. текст).

Рассмотрим кристалл, разделенный на два плоскопараллельных блока 1 и 2 (рис. 10а) границей (дефектом упаковки, трещиной) или недифрагирующим зазором

(воздушным или заполненным инородным материалом). При падении на него первичной сферической рентгеновской волны с узким фронтом точно под углом Брэгга к отражающей плоскости, след которой представлен отрезком  $DB$ , на выходе блока 1 образуются две волны – прошедшая и дифрагированная. Суперпозиция этих двух когерентных волн формирует поле стоячей волны с периодом  $d$  не только в блоке 1 (треугольник  $ACD$ ), но и вне его (треугольник  $ABC$ ). В блоке 2 «решетка» стоячей волны, состоящая из пучностей и узлов, накладывается на его кристаллическую решетку. В результате на выходе кристалла могут наблюдаться две муаровые картины: светлопольная (в прошедшем пучке  $O$ ) и темнопольная (в дифрагированном пучке  $H$ ) [113].



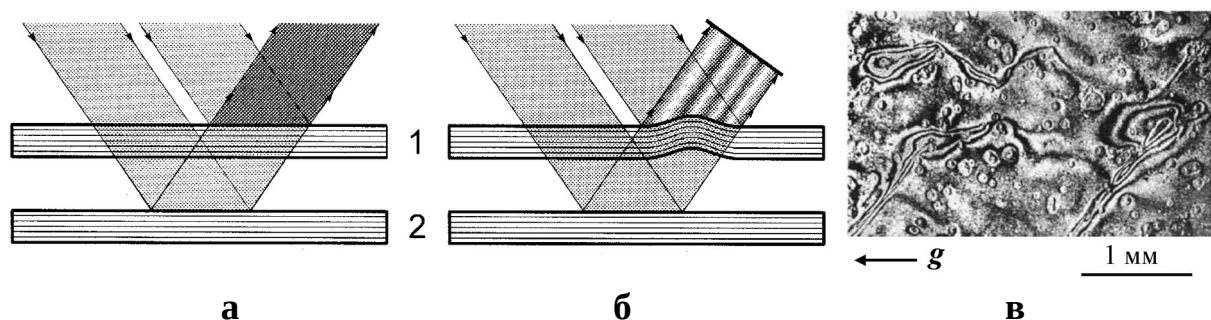
**Рис.11.** Картина муара, полученная от бикристалла, образованного дислокационным и совершенным кристаллами природного кварца (а); рентгеновская проекционная топография дислокационного кварца (б). Рефлекс (10-11), излучение  $MoK\alpha$  [115] (см. текст).

В работе [115] для исследования дислокационной структуры природного кварца Ланг использовал «реперный» совершенный кварцевый кристалл, наложенный на исследуемый так, что оба одновременно находились в отражающем положении (авторами [116] описан упрощенный способ прецизионной взаимной юстировки пары кристаллов). Вектор Бюргерса дислокации  $\mathbf{b}$  может быть определен по формуле  $N = \mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$ , где  $\mathbf{g}$  – вектор дифракции,  $N$  – количество дополнительных полос муара, наблюдаемых в точках  $A, B, C, D$  и  $E$ , обозначающих выходы дислокаций на поверхность кристалла (рис. 11). Из рассмотрения рис.11а следует, что для пары дислокаций  $A$  и  $B$   $N = 2$  и  $N = 4$ , а для дислокаций  $C, D$  и  $E$  векторное произведение  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$  равно 6, 3 и 4 соответственно.

Удержание двух кристаллов в «физическом контакте» для получения картин муара возможно, например, с помощью бомбардировки поверхности кристалла ионами высокой энергии. Полученный таким образом бикристалл состоит из комбинации идеального объемного кристалла и идеального кристаллического слоя. Оба кристалла разделены недифрагирующей зоной повреждения, которая может быть полностью аморфной и линзовидной [114, 117 – 120].

В работах [119, 120] был предложен метод количественного анализа муаровых полос, который позволил определить тензор деформации приповерхностного слоя кремния, подвергнутого имплантацией ионами кислорода с последующим отжигом. Для этого была получена серия проекционных топограмм исследуемого образца с использованием симметричных и асимметричных линейно- независимых лауэвских [119] или брэгговских [120] рефлексов.

Эпитаксиальная система ведет себя как рентгеновский пленочный интерферометр. Идеальная структура и близкие параметры решетки должны быть характеристиками кристаллических слоев. В результате их брэгговские пики находятся в близких угловых положениях, которые позволяют дифракции рентгеновских волн наблюдаться одновременно для обоих кристаллов (рис.12а). Качество структуры недифрагирующего промежуточного слоя не имеет значения, но имеет значение однородность его толщины, поскольку ею определяется интенсивность интерференции РЛ, дифрагированных на блоках 1 и 2 (рис.12а). При неоднородной толщине



**Рис. 12.** Схема образования трансляционных полос в рентгеновском интерферометре с недеформированной эпитаксиальной пленкой (а) и изогнутым участком эпитаксиальной пленки (б) (1 – пленка, 2 – подложка); участок рентгеновской интерференционной топограммы на отражение гетеросистемы эпитаксиальный Si/пористый Si/Si (001) (асимметричный рефлекс (224), излучение  $\text{CuK}\alpha_1$ ) (в) [123].

промежуточного слоя возникают трансляционные полосы (рис.12б). Трансляционные полосы экспериментально наблюдались, например, при дифракции РЛ на кремнии, имплантированном высокоэнергетичными  $\alpha$ -частицами [121], а также на гетеросистемах: GaAlAs/GaAs [122], эпитаксиальный кремний/пористый кремний/кремний [123] и  $\text{Si/Ge}_x\text{Si}_{1-x}/\text{Si}$  [124]. Например, присутствие трансляционных полос на топограмме гетеросистемы «эпитаксиальный Si/пористый Si/Si (001)», исследованной авторами работы [123], обусловлено изгибом кристаллографических плоскостей пленки из-за локальных изменений толщины пористого слоя (рис. 12в).

На рис.10б показана проекционная топограмма кристалла кремния, демонстрирующая «переход» трансляционных полос (правая часть топограммы), возникших из-за образовавшейся в результате имплантации ионами  $\text{N}^+$  линзообразной аморфной области, в полосы муара (левая часть топограммы), возникшие благодаря деформационным полям включения второй фазы [114]. На топограмме вектор дифракции (обозначен стрелкой) перпендикулярен полосам муара, что указывает на дилатационный характер деформации.

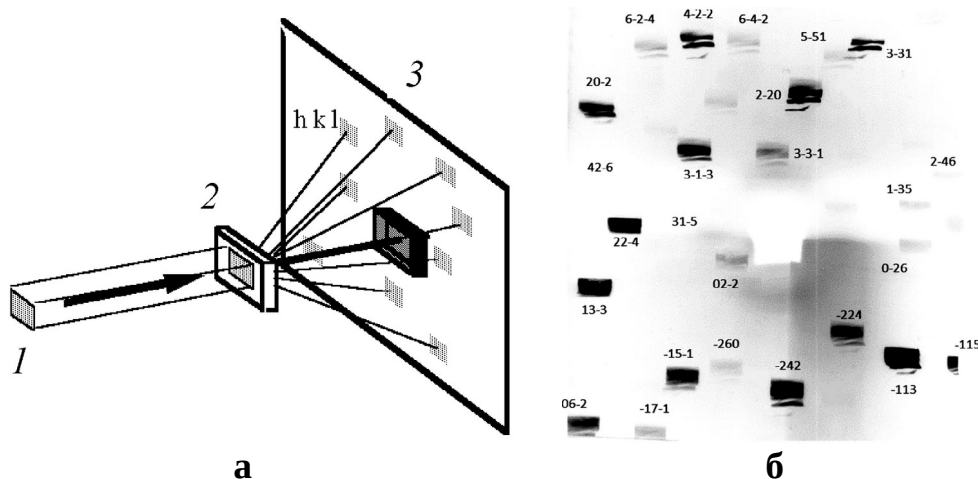
В общем случае интерференционная картина при дифракции РЛ на бикристалле может иметь сложную структуру, не всегда поддающуюся быстрой и однозначной расшифровке [125, 126].

### 5.5. Метод белого пучка синхротронного излучения.

Основная схема для этой техники проста. Она похожа на методику, использованную в 1912 году для первого рентгенографического дифракционного эксперимента (метод Лауэ, широко используемый, например, для структурного анализа или ориентации

кристалла), но главное отличие в том, что здесь используются непрерывность спектра синхротронного излучения (СИ), большое поперечное сечение пучка с малой угловой расходимостью, что позволяет проводить на синхротроне уникальные исследования структурного совершенства кристаллов, в частности получать своеобразные лауэграммы, каждое пятно которых является топограммой кристалла [127]. Уравнение Брэгга всегда и автоматически выполняется в случае полихроматического («белого») рентгеновского пучка: независимо от угла, под которым пучок падает на конкретную систему отражающих плоскостей решетки, всегда существует длина волны в спектре СИ, для которой условие Брэгга выполняется именно под этим углом. Поэтому топография с использованием белого пучка является очень простой и быстрой техникой. Таким образом, можно получать одновременно целый набор топограмм, соответствующих отражениям от плоскостей с различными индексами Миллера ( $hkl$ ). Действительно, если дифрагированные РЛ регистрируются на детекторе, каждое дифракционное пятно на результирующей картине Лауэ будет представлять карту рассеивающей способности определенного набора отражающих плоскостей в зависимости от их положения в кристалле. Другими словами, каждое дифракционное пятно будет рентгеновской топограммой (рис. 13).

Множество изображений регистрируется одновременно, что приводит к значительному повышению скорости сбора данных. Наличие нескольких изображений также позволяет характеризацию полей деформации, присутствующих в кристалле. Точно так же локальная разориентация решетки образца может быть охарактеризована анализом астеризма нескольких пятен Лауэ. Для тех кристаллов, которые содержат несколько областей с отчетливо различными ориентациями, легко наблюдается ориентационный контраст, благодаря чему эти области кристалла, разделенные границей (например, границей двойника или границей между блоками) порождают дифракционные изображения, смещенные относительно друг друга (рис.13б). Анализ направления этих смещений может установить ориентационные отношения между соседними областями кристалла.



**Рис. 13.** Схема метода белого пучка СИ: 1 – пучок СИ, 2 – образец, 3 – фотопленка (в ее центре расположена заглушка прямого пучка) (а); пятна Лауэ, полученные от блочного кристалла кремния, проиндексированные с помощью программного обеспечения LauePT [129] (б) [130].

Возможность получения хорошего отношения «сигнал/шум», связанное с высокой интенсивностью СИ, открывает возможность *in situ* топографии. Таким образом, становится возможным проводить действительно динамичные, времяразрешающие исследования кристаллов, подвергнутых каким-либо внешним воздействиям [128].

Механизмы формирования контрастна, работающие в топографии белого пучка, во многом схожи с теми, которые типичны для топографии Ланга, с некоторыми примечательными тонкими различиями [131]. Было продемонстрировано, что многие из этих различий объясняются большой разницей в расстоянии между образцом и детектором для этих двух методов (десятки сантиметров для топографии в белом пучке СИ и  $\sim 1$  см для метода Ланга [132]). Также некоторые отличия связаны с «загрязнением» изображений высокими гармониками (наличие нескольких порядков дифракции в одном дифракционном пятне) в топографии белого пучка СИ, потенциально ведущим к ситуации, когда топографическое изображение формирует несколько контрастных механизмов [1]. Недостатки топографии белого пучка СИ, такие как интенсивный фон флуоресценции, тепловая деформация и радиационные повреждения, можно исключить, фильтруя пучок СИ с помощью осциллирующего идеального кристаллического монохроматора [133]. При этом сохраняется преимущество метода белого пучка, а именно возможность получения изображения кристаллов низкого качества. Контраст изображения даже улучшается благодаря подавлению высших гармоник.

Метод белого пучка СИ нашел применение в исследованиях структурных дефектов широкого круга кристаллов, например, SiC [134 – 144], GaN [145 – 149], AlN [146, 150 – 152], CdZnTe [153, 154], алмаза [155, 156], льда [11, 157 – 159], а также лизоцима [160 – 162].

Синхротронные рентгеновские топограммы в белом пучке СИ, сделанные в режиме обратного отражения (геометрия Брэгга) являются мощным инструментом в исследовании дефектов, лежащих у поверхности кристалла, а также подложек и структур, нанесенных на них [140]. РЛ проникают в кристалл только на ограниченную глубину, различную для разных рефлексов, и для целей неразрушающего послойного анализа структурных дефектов в приповерхностных слоях образца часто используется метод белого пучка СИ в геометрии скользящего падения [163 – 166].

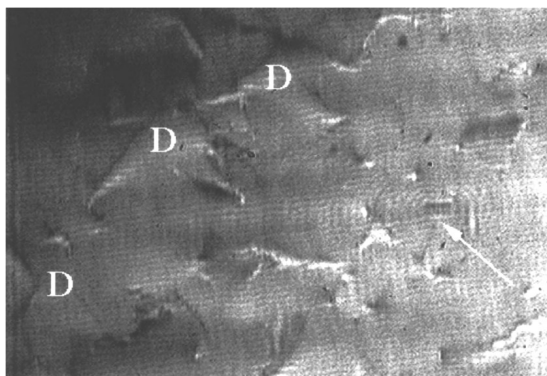
Также возможна секционная топография в белом пучке СИ [149]. Например, в работах [167, 168] для исследования структуры ферроэлектрических доменов использовался пучок СИ с вертикальной поперечной когерентностью, что позволило авторам связать дифракцию Брэгга и Френеля, необходимую для визуализации доменов через эффект Тальбота [169].

Возможности высокоскоростного сбора данных в режиме реального времени были использованы, например, для изучения формирования дислокационной структуры при пластической деформации кристаллов InSb [170] и кремния [171], процессов плавления и роста тонкого кристалла Sn [172], фазовых переходов [173, 174], взаимодействия дислокаций с границами блоков в сплаве Fe-4 ат.% Si [175] и кристаллах льда [176, 177], образования дефектов при затвердевании кристаллов кремния [178] и сплава AlCu [179], роста квазикристаллов [180], динамики распространения трещин в условиях термонапряжения в кристалле кремния [181, 182].

## 5.6. Метод стробоскопической топографии.

Временная структура синхротронного излучения позволяет отображать распространяющиеся акустические поверхностные волны (ПАВ) в пьезоэлектрических кристаллах, имеющие частоту, кратную частоте синхротрона. Таким образом, одна выбранная фаза синусоидально изменяющегося движения является «замороженным во времени» изображением деформаций, связанных с распространяющимися волновыми фронтами [183 – 191]. Поэтому стробоскопическая топография открывает путь для неразрушающей характеристики фононного взаимодействия с протяженными дефектами в непьезоэлектрических и слабо пьезоэлектрических кристаллах.

Рентгеновские стробоскопические топограммы показали слабое искажение волнового фронта ПАВ из-за рассеяния на дислокациях. Вторичные сферические волны наблюдались в результате сильного взаимодействия акустической волны с возмущениями субмикронной плотности (рис. 14) [183, 186, 192].



**Рис.14.** Рентгеновская топография кристалла LiNbO<sub>3</sub> при возбуждении ПАВ. Фрагмент изображения поверхности кристалла площадью 0,6х0,9 мм<sup>2</sup>. Дислокации обозначены буквой D. Стрелкой указано местоположение источника рассеянных сферических волн [186].

В работе [185] было показано, что большая часть контраста ПАВ обусловлена ориентационным контрастом изогнутых плоскостей. Максимумы интенсивности соответствуют впадинам акустической волны, минимумы – гребням. В то же время выпуклые и вогнутые части рельефа по-разному рассеивают РЛ: вогнутые фокусируют, а выпуклые расфокусируют [188, 193]. Разные детали рельефа будут иметь резкое изображение при разных расстояниях фотопластинки от поверхности кристалла как за счет эффекта фокусировки, так и за счет эффекта Тальбота при использовании когерентного излучения СИ [191].

## 6. Трехмерное изображение дефектной структуры.

### 6.1. Стереоскопическая топография.

Прямые наблюдения распределения дефектов по глубине образца с использованием неразрушающих методов являются ценным инструментом в изучении микроскопических свойств напряженно-деформационного состояния кристаллического материала. Глубину залегания дефекта (например, дислокации) ниже поверхности образца можно определить по рентгенотопографическим стереопарам, полученным одним из двух методов: первым, предложенным Лангом [47, 48, 194], и вторым,

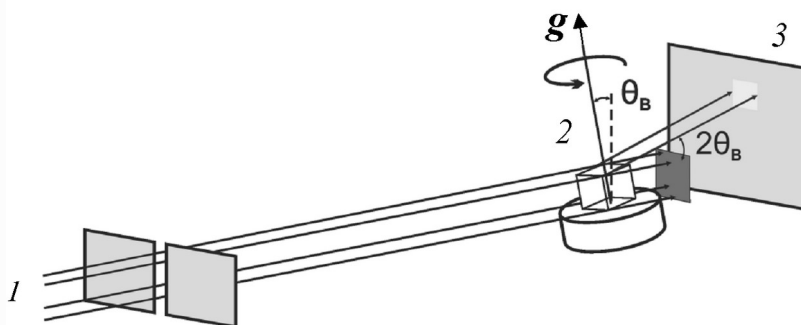
предложенным Харутой [195]. Ланг предложил использовать пару топограмм в отражениях  $(h \mid k)$  и  $(h \mid k)$ , что обеспечивает угол стереообзора  $2\theta$ . Используя тот же набор отражающих плоскостей, но обеспечивая угол между топограммами, вращая образец вокруг нормали к отражающим плоскостям, с помощью метода Харуты можно получить пару асимметричных стереопар с регулируемым стереоуглом. Метод Харуты может быть использован как в топографии Ланга, так и в методе Бормана [196, 197].

В работе [198] показано, что большое количество рентгеновских топограмм, полученных методом белого пучка СИ, образуют стереопары. Метод применим в геометрии отражения и в геометрии прохождения, причем нет необходимости во вращении образца. Авторы работы считают, что этот мульти-стереоскопический метод визуализации является новой перспективной техникой изучения распределения дефектов в объеме кристалла.

## 6.2. Топо-томография.

В последнее время широкое развитие получила так называемая топо-томография. Метод отличается достаточно высоким пространственным разрешением, что позволяет проводить анализ структуры даже индивидуальных дислокаций внутри слабо поглощающих монокристаллов [199 – 202].

В процессе эксперимента ось вращения исследуемого кристаллического образца должна быть строго параллельной выбранному вектору дифракции  $\mathbf{g}$  одной из отражающих плоскостей (рис. 15). При пошаговом вращении кристаллического образца 2 на детекторе 3 фиксируются соответствующие брэгговские отражения (топограммы). Подобно известным томографическим методам пространственное расположение дефектов внутри кристалла восстанавливается по набору двумерных проекционных изображений, сформированных дифракционными отражениями в геометрии Лауэ при разных углах поворота образца, для которых можно применить те же алгоритмы реконструкции, что и в случае традиционной томографии [203 – 205].



**Рис.15.** Схема экспериментальной топо-томографической установки: 1 — рентгеновский пучок, 2 — исследуемый образец 3 — двухкоординатный детектор,  $\theta_B$  — угол Брэгга,  $\mathbf{g}$  — вектор дифракции.

Топо-томографические методы в основном применяются на синхротронных источниках. Между тем с практической точки зрения весьма важным является их адаптация для лабораторных источников рентгеновского излучения. Авторы работ [206 – 209] доказали возможность определения пространственного расположения дислокаций методом топотомографии на лабораторной установке (рис. 15).



Метод топо-томографии имеет аналогичные недостатки, присущие обычной абсорбционной томографии, которые препятствуют его применению для трехмерной визуализации дефектов в образцах больших латеральных размеров. Намереваясь преодолеть это ограничение, авторы работ [210 – 213] осуществили подход, основанный на рентгеновской ламинографии [214] и оптимизировали ее для трехмерной визуализации дефектов в кристаллах больших размеров.

### **6.3. Пошаговая секционная топография.**

Еще одна возможность трехмерной реконструкции распределения дефектов в кристалле – секционная топография пошагового сканирования, в которой осуществляется сбор полной «стопки» секционных топограмм, охватывающих весь объем кристалла. Техника позволяет получать трехмерные изображения, но не включает вращение образца вокруг вектора дифракции, требующее автоматической коррекции угла Брэгга; вместо этого используется перемещение образца через узкий падающий пучок в направлении, близком к вектору дифракции с шагом, равным ширине пучка [215]. Перемещение выполняется с использованием одного и того же брэгговского отражения, в результате чего получается стек секционных топограмм, содержащий трехмерную информацию.

Реконструкция сложных топографических срезов на основе прямых изображений выявляет трехмерные конфигурации дефектов. Трехмерные изображения реконструируются с использованием доступного программного обеспечения для обработки изображений (например, [216, 217]).

Метод использовался для наблюдения дислокаций в кремниевой пластине [218] и кремниевой були [219], для проверки распределения выделения кислорода по глубине в отожженном кристалле кремния [220], для наблюдения трехмерного распределения субзерен в монокристаллах фторида кальция [221] и изучения деформационных полей в кремнии [222].

## **7. Пространственное разрешение.**

Пространственное разрешение в методах рентгеновской топографии обычно невелико – порядка нескольких микрон, и определяется в основном тремя факторами:

- 1) динамическим уширением изображения дефекта;
- 2) геометрией эксперимента;
- 3) разрешающей способностью детектора РЛ.

1) Дифракционное уширение описывается динамической теорией рассеяния РЛ и для проекционной топографии пропорционально экстинкционной длине [223]. Таким образом, сильные отражения низкого дифракционного порядка и жесткое рентгеновское излучение особенно хорошо подходят для топографической визуализации. Они позволяют получать узкие, хорошо разрешенные изображения дефектов. В более неблагоприятных случаях (слабые отражения высокого порядка, более низкие энергии фотонов) изображения становятся широкими, диффузными и при высокой плотности дефектов перекрываются.

2) Размытие (или эффективное разрешение) рентгенотопографического изображения  $R$  пропорционально расстоянию между кристаллом и детектором  $D$ , и может быть записано как

$$R = SD/L, \quad (12)$$

где  $S$  – размер источника РЛ в направлении, перпендикулярном к плоскости дифракции, а  $L$  – расстояние от источника до образца. Так как пространственное разрешение пропорционально расстоянию между кристаллом и детектором, это расстояние должно быть сведено к минимуму. Расстояние между образцом и фотопленкой обычно выбирается таким, чтобы получить пространственное разрешение, которое лимитируется размером зерна фотоэмульсии ( $\sim 1$  мкм). Только на синхротроне, с его малым  $S$  и (очень) большим расстоянием  $L$ , наконец-то можно было получить более высокие значения  $R$ , что обеспечило гораздо большую гибкость в топографических экспериментах.

Следует отметить, что, в то время как это пространственное разрешение значительно уступает разрешению электронной микроскопии, его более чем достаточно для выявления структурных дефектов в кристаллах большинства материалов [1].

3) Пространственное разрешение изображения дефекта, очевидно, не может быть лучше, чем размер зерна (в случае фотопленки) или размер пикселя (в случае цифровых детекторов). По этой причине для топографии требуются рентгеновские пленки высокого разрешения или ПЗС-камеры (CCD) с наименьшим размером пикселей. Существует два вида двумерных детекторов для рентгеновской топографии: нецифровые и цифровые. Нецифровые детекторы – это традиционные фотографические носители, такие как рентгеновская пленка или пленка с ядерной эмульсией.

Исторически сложилось так, что с момента открытия РЛ и до сегодняшних дней для регистрации рентгеновских изображений используются в основном рентгеночувствительные фотоматериалы. Главное достоинство фотографических методов – высокое линейное разрешение (порядка 2–5 мкм), и относительно невысокая стоимость. Наиболее подходящими для этих целей оказываются фотоматериалы, разработанные для ядерных исследований, например фотопластинки фирмы Ilford L4 [17]. Размеры зерна для этих эмульсий составляют  $\sim 1$  мкм при толщине эмульсионного слоя 20–50 мкм. Рентгеновские пленки высокого разрешения с односторонним покрытием (Kodak SR-45, Fuji IX20 и др.), которые имеют размер зерна порядка 1 мкм, обычно подходят для записи большинства рентгеновских топограмм [1].

Главный недостаток фотографических методов регистрации рентгеновского изображения – это, с одной стороны, длительное время эксперимента, а с другой – сложный и длительный процесс обработки фотоэмульсии [224]. Кроме этого, в случае, когда зернистость «забивает» контраст, вызванный микродефектами, размер которых сопоставим или меньше размера зерна, или искажает контраст, возникающий от других типов дефектов, требуется цифровая обработка топограммы [225, 226]. Более того, для уменьшения размытия изображения дефектов фотопластинку с толстым эмульсионным слоем следует устанавливать нормально к дифрагированному пучку РЛ, что может войти в противоречие с рекомендацией минимизировать расстояние «образец – фотопластинка».

Одним из вариантов преодоления перечисленных ограничений является использование цифровых детекторов высокого разрешения, которые условно можно разделить на прямые и непрямые (косвенные). В прямом методе формирования изображения чувствительная к рентгеновскому излучению трубка видикона непосредственно преобразует рентгеновскую топографию в зарядовую электронную модель, которая считывается сканирующим электронным лучом и отображается в виде

видимого изображения на телевизионном мониторе. Чикава и др. [227 – 229] разработали технику «живой» топографии, которая использовалась для исследования быстро протекающих процессов [172, 230 – 232]. Как правило, прямые детекторы предлагают более высокую эффективность, но имеют худший динамический диапазон и разрешение по сравнению с косвенными системами визуализации.

В косвенном методе визуализации рентгеновское изображение сначала преобразуется в изображение с помощью флуоресцентного экрана, затем это изображение с помощью оптики видимого света передается на ПЗС-камеру [233, 234]. Основные преимущества ПЗС-камеры в том, что она показывает отличную линейность, стабильность и большой динамический диапазон, работает в режиме реального времени и изображения считываются в течение нескольких миллисекунд после экспозиции [235, 236]. Косвенные детекторы применялись в начале 1980-х годов в сочетании с источниками СИ для живой топографии [198]. Оригинальное применение косвенных детекторов, живая топография (с использованием полихромного жесткого СИ), а также топография *ex situ* описаны в работах [237 – 241].

Но ПЗС-камеры ограничены малой скоростью считывания. КМОП-детекторы (CMOS) [242] предпочтительнее для приложений, где требуется более быстрое получение изображения, хотя они имеют недостатки, такие как низкая эффективность и более высокий уровень шума. Скорость сбора данных не прямых детекторных систем может быть увеличена до  $> 10^4$  изображений/с, когда вместо ПЗС используются камеры КМОП [243, 244].

Одним из основных элементов косвенных детекторов является сцинтиллятор. В зависимости от энергии рентгеновского излучения кристалл сцинтиллятора должен выбираться с максимальным поглощением для минимального времени экспозиции. Требуемое пространственное разрешение определяет максимальную толщину активного слоя тонкого пленочного сцинтиллятора. Должна быть учтена скорость сбора данных и минимальное время послесвечения, требуемое для быстрой топографии [245 – 247]. Для умеренных разрешений  $R \geq 5$  мкм в сочетании с оптическим микроскопом часто используются кристаллы CWO ( $\text{CdWO}_4$ ) и LYSO: Ce (легированный Ce ( $\text{Lu, Y})_2\text{SiO}_5$ ), а также LuAG: Ce (легированный Ce  $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ ). Для высокого пространственного разрешения (от 2 мкм до  $< 5$  мкм) подходят кристаллы BGO ( $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ ) и CWO, утоненные до толщины 40 мкм и наклеенные на подложку YAG ( $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ ) [248 – 252]. Разрешение лучше 2 мкм достигается с помощью тонких кристаллов LuAG: Eu (толщиной 5, 10 и 25 мкм), выращенных на нелегированных подложках YAG в сочетании с оптическим микроскопом [245, 253]. Предварительные эксперименты с новыми кристаллами LSO: Tb (легированный Tb  $\text{Lu}_2\text{SiO}_5$ ) показали их уникальную производительность [254 – 257].

Цифровые датчики, безусловно, полезны и даже незаменимы в локальных и динамических наблюдениях. Однако в цифровых датчиках трудно достичь и широкого поля зрения (около  $10 \text{ см}^2$ ), и высокого разрешения при оценке степени совершенства кристалла большого размера. С точки зрения обзора большой площади с высоким разрешением, у нецифровых медиа есть преимущество перед цифровыми датчиками [258].

Конечно, в зависимости от цели исследования, тот или иной вариант детектора предлагает решающие преимущества.

## 8. Двухкристальная топография

Спектральная и угловая расходимости первичного рентгеновского пучка не позволяют выявлять малые деформационные поля (небольшие искажения кристаллической решетки) в кристаллах. Кроме того, топография в реальном времени невозможна с использованием сканирования образца. Ограничения однокристалльной топографии могут быть преодолены двухкристалльной топографией, впервые осуществленной в 1950-х годах прошлого столетия [44, 259, 260].

В двухкристалльном спектрометре рентгеновский пучок от источника излучения направляют на кристаллический монохроматор. Его задача – сформировать рентгеновский пучок с малой угловой расходимостью, что позволяет увеличить чувствительность топографии к слабым деформационным полям, создаваемым структурными дефектами. Отразившись от монохроматора под брэгговским углом, рентгеновский пучок попадает на исследуемый кристаллический образец, имеющий возможность плавного вращения вокруг оси, нормальной к плоскости дифракции в малом угловом интервале в области точного брэгговского положения. Измеряемая детектором интенсивность представляет собой угловое распределение отраженных образцом РЛ, называемое кривой дифракционного отражения или кривой качания (rocking curve).

Для большинства двухкристалльных топографических методов необходимо сформировать пучок с фронтом, обеспечивающим освещение РЛ исследуемой площади образца («области интереса»). В идеале образец должен «купаться» в пучке. Из геометрических соображений ясно, что задача может быть решена, если использовать асимметричный рефлекс монохроматора, так как в геометрии Брэгга размер пучка в плоскости дифракции на входе  $S_0$  и выходе  $S_h$  кристалла связывает соотношение:

$$S_h = S_0/b, \quad (13)$$

где  $b$  – фактор асимметрии кристалла:  $b = \sin(\theta - \varphi)/\sin(\theta + \varphi)$ ,  $\varphi$  – угол между системой отражающих плоскостей и поверхностью кристалла. Известно [261 – 264], что при асимметричной дифракции приемный угол кристалла  $\omega_0$  и угловая расходимость пучка  $\omega_h$  на его выходе определяются формулами:

$$\omega_h = \omega_0 b = \omega_s b^{1/2}, \quad (14)$$

$$\omega_s = 2C|\chi_{hr}|/\sin 2\theta. \quad (15)$$

Здесь  $\omega_s$  – ширина кривой качания кристалла для симметричного ( $b = 1$ ) рефлекса.

Таким образом, асимметрично вырезанный кристаллический монохроматор способен выполнять одновременно две функции: увеличить размер пучка в плоскости дифракции и уменьшить его угловую расходимость [265].

Аналитические свойства двухкристалльной топографии основаны на свойствах кривой качания. Она имеет линейные участки на склонах, в пределах которых изменение интенсивности благодаря присутствию в кристалле дефекта может быть выражено формулой [266]:

$$\Delta I/I = K[(\Delta d/d)\operatorname{tg} \theta \pm \varphi], \quad (16)$$

где  $K$  – крутизна склона кривой качания, ограниченная шириной кривой качания на половине ее высоты,  $\varphi$  – горизонтальная компонента угла разворота отражающих плоскостей. В случае узкой кривой качания ее склоны могут быть очень крутыми, и коэффициент пропорциональности  $K$  может иметь значение  $\sim 10^6$ . Отсюда следует возможность достижения чувствительности данного метода к напряжениям кристаллической решетки  $(\Delta d/d) \sim 10^{-7}$  и локальным разориентациям порядка десятых

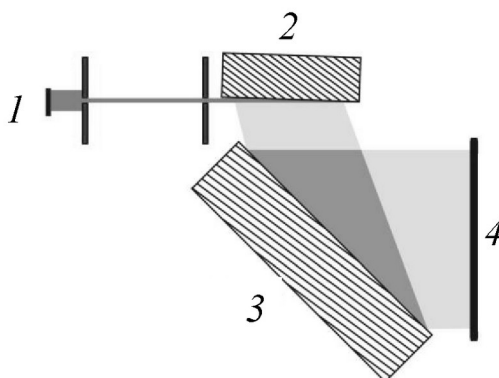
и даже сотых долей угл. с. [8]. Например [267], при использовании спектральной линии  $\text{MoK}\alpha_1$  и симметричного рефлекса (008) кремния  $\omega_s = 0,35$  угл.с. Полагая, что минимальное изменение контраста на топограмме, фиксируемое зрением  $(\Delta I/I)_{\min} = 10\%$  получим, что  $(\Delta d/d)_{\min} = 2,7 \times 10^{-7}$  (!). Поэтому ясно, что плоскостная топография может быть использована для характеристики реальной структуры почти совершенных кристаллов.

Чувствительность двухкристалльных рентгено топографических методов лимитируется приборной функцией  $\omega_{np}$ :

$$\omega_{np} = [\omega_M^2 + (\delta\lambda/\lambda)^2 (\text{tg}\theta_M - \text{tg}\theta_0)^2]^{1/2}. \quad (17)$$

Здесь  $\lambda$ ,  $\delta\lambda/\lambda$  – длина волны и относительная спектральная ширина излучения,  $\omega_M$  – угловая расходимость пучка, сформированного монохроматором,  $\theta_M$  – брэгговский угол монохроматора,  $\theta_0$  – брэгговский угол, соответствующий выбранному рефлексу исследуемого образца.

Как следует из (17), для уменьшения приборной функции желательно использовать асимметричный монохроматор и бездисперсионную схему дифракции, при которой  $\theta_M = \theta_0$ , что соответствует равенству межплоскостных расстояний отражающих плоскостей монохроматора и образца, а также их параллельности. При этом реализуется схема плоскостной топографии (рис. 16) для обозначения которой принята нотация  $(+n, -n)$ , где знаки  $+$  и  $-$  указывают на то, что угол между направлениями первичного пучка и пучка на выходе образца  $\eta$  равен разности брэгговских углов монохроматора и образца ( $\eta = 2(\theta_M - \theta_0)$ ).

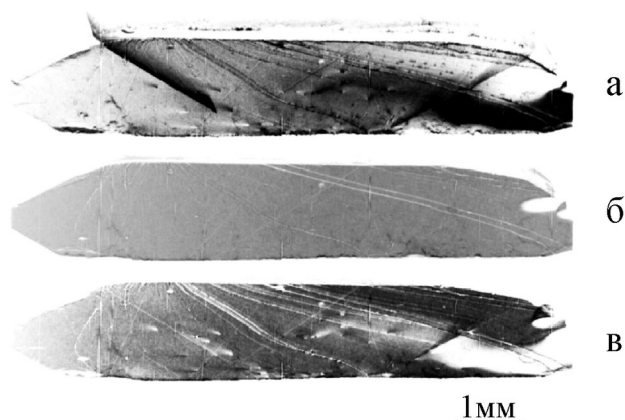


**Рис.16.** Схема плоскостной топографии  $(+n, -n)$ : 1 – источник излучения, 2 – асимметричный кристалл-монохроматор, 3 – исследуемый кристалл, 4 – фотопластинка.

### 8.1. Плоскостная топография

Условие  $\theta_M = \theta_0$  предполагает, что монохроматор изготавливается из того же материала, что и образец. Условие примерного равенства межплоскостных расстояний образца и монохроматора (квази-плоскостная топография), как правило, выполнимо для образцов с большим периодом кристаллической решетки: количество рефлексов у них достаточно большое и велика вероятность подбора хотя бы одного «подходящего». В работе [268] для изучения структуры ростовых полос в кристалле граната  $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$  с примесью 1% Nd были выбраны рефлексы (311) для кремниевого монохроматора и (255) – для образца, для которых межплоскостные расстояния отличались только на 0,6%!

Квази-плосковолновые топограммы кристалла алмаза на отражение (рис.17) были получены с использованием рефлексов (111) образца и (220) кремниевого монохроматора, для которых разница в межплоскостных расстояниях составляла 7,3% [269]. На топограмме с рабочей точкой (отражающей положение максимума кривой качания монохроматора относительно кривой качания образца) на малоугловом склоне кривой качания (рис. 17а) видны несколько дефектов упаковки, выход дислокаций на поверхность и царапины. Поверхностные царапины и выходы дислокаций видны на топограммах при положении рабочей точки на большеугловом склоне кривой качания, но с обращенным контрастом.



**Рис. 17.** Квази-плосковолновые топограммы алмаза, полученные в геометрии Брэгга (рефлекс (111), монохроматор Si, рефлекс (220)) при положении рабочей точки на малоугловом (а), большеугловом (в) склонах и в максимуме кривой качания (б) (Вектор дифракции нормален плоскости рисунка. Вертикальная шкала сокращает изображение с коэффициентом  $\sim 0,32$ ) [269] (см. текст).

Другая возможность выполнения условия квази-плосковолновой топографии заключается в радикальном уменьшении спектральной полосы пропускания монохроматора. На практике для этого, как правило, применяется двухкристальный монохроматор в антипараллельной схеме дифракции [270 – 274], для которой принята нотация (+n, +m), т.е. кристаллы- монохроматоры расположены таким образом, что угол  $\eta$  между направлениями распространения первичного и сформированного рентгеновскими пучками определяется суммой:

$$\eta = 2(\theta_n + \theta_m) \quad (18)$$

( $\theta_n$  и  $\theta_m$  – углы Брэгга для используемых рефлексов  $n$  и  $m$  первого (1) и второго (2) монохроматоров соответственно). Тогда спектральная полоса пропускания ( $\delta\lambda/\lambda$ ) рассматриваемой оптической системы дается выражением [270, 271]:

$$(\delta\lambda/\lambda) = (\omega_{s1}b_1^{1/2} + \omega_{s2}b_2^{-1/2})/(\text{tg}\theta_1 + \text{tg}\theta_2), \quad (19)$$

а угловая расходимость пучка на выходе системы – формулой:

$$\omega_M = |\omega_{s2}b_2^{1/2} - (\delta\lambda/\lambda)\text{tg}\theta_2|. \quad (20)$$

Для изучения малых деформаций кристаллической решетки авторами работы [271] был создан многокристальный монохроматор в антипараллельной геометрии, использующий излучение  $\text{CuK}\alpha_1$ , асимметричный рефлекс (311) германия и симметричный рефлекс (333) монокристаллического кремния, создающий пучок шириной 15 мм с угловой и спектральной расходимостью 1,85 угл. с. и  $1,69 \times 10^{-5}$  соответственно

В работе [275] сообщалось о кремниевом моноблочном монохроматоре для выделения из белого пучка СИ длины волны  $\lambda = 1,2378\text{\AA}$ , обеспечивающим полосу пропускания  $\Delta\lambda/\lambda = 7 \times 10^{-6}$ , угловую расходимость пучка на выходе  $1,4 \times 10^{-6}$ , размер пучка  $15 \times 15 \text{ мм}^2$ . Использовалась комбинация асимметричного рефлекса (333) и симметричного (1 $\bar{1}$ 31).

Однако из-за резкого уменьшения спектральной полосы пропускания рентгенооптической системы, использующей антипараллельную схему дифракции, интенсивность пучка на ее выходе может оказаться недостаточной для осуществления запланированного эксперимента. В работе [276] было показано, что при использовании асимметричного рефлекса второго кристалла-монохроматора и непараллельной схемы дифракции (+ $n$ , –  $m$ ), при которой дисперсия пучка становится управляемой, и подбором фактора асимметрии второго кристалла-монохроматора (или длины волны, вырезаемой первым монохроматором из белого пучка СИ) можно сделать дисперсию пучка равной дисперсии образца. Тогда минимальное значение приборной функции  $(\omega_{np})_{min}$  и соответствующая ей величина межплоскостного расстояния  $d^*$  исследуемого кристалла даются формулами [277]:

$$(\omega_{np})_{min} = \omega_{s1} b_1^{1/2} b_2, \quad (21)$$

$$d^* = \lambda / 2 \sin[\arctg |b_2 \tg \theta_1 + (1 - b_2) \tg \theta_2|]. \quad (22)$$

При этом полоса пропускания двухкристального монохроматора дается выражением:

$$\delta\lambda/\lambda = (\omega_1 b_1^{1/2} + \omega_2 b_2^{-1/2}) / |\tg \theta_1 - \tg \theta_2|, \quad (23)$$

Из (23) следует, что при малой разнице величин брэгговских углов первого и второго кристаллов- монохроматоров возможно получить достаточно широкую спектральную полосу пропускания оптической системы и, как следствие этого, достаточно высокую интенсивность пучка на ее выходе.

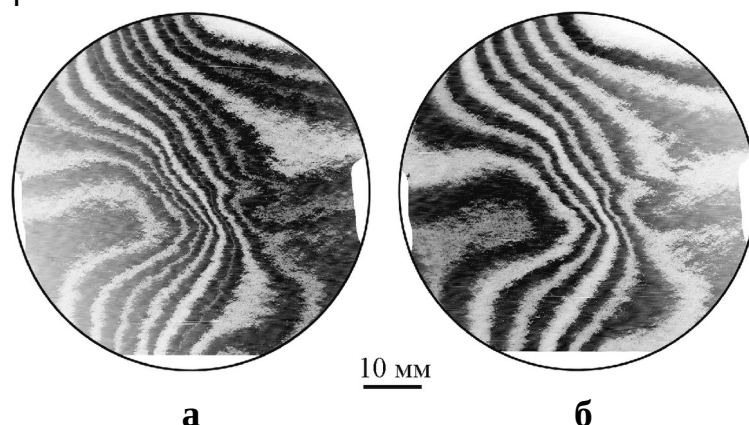
Однако высокая чувствительность плосковолновой топографии к деформации может стать проблемой в случае искаженных образцов. Тогда только для небольшой области образца будет выполнено условие Брэгга. По крайней мере, в случае полупроводниковых образцов имеет место сравнительно однородная кривизна образца. В этом случае деформация может быть компенсирована кристаллом-монохроматором с настраиваемой кривизной [278 – 281].

## 8.2. Картографирование деформации.

Ясно, что при достаточно сильном градиенте деформации и использовании рефлекса с большими индексами Миллера рентгеновская плосковолновая топограмма может превратиться в узкую линию. Тем не менее, описанная ситуация может быть использована для получения «карты» изменения деформации по поверхности образца [282]. Метод картографирования макронапряжений был предложен относительно давно [283] и с тех пор неоднократно использовался для изучения распределения макронапряжений в различных кристаллах и кристаллических системах. Он состоит в последовательной съемке топограмм при перемещении рабочей точки с заданным шагом вдоль кривой качания образца. В деформированном кристалле каждый раз в отражение будет попадать новая область кристалла, характеризующаяся своим значением эффективной разориентации. При наложении топограмм друг на друга (или

суперпозиции нескольких топограмм на одну фотопластинку) получается «контурная карта» эффективной разориентации.

Для того, чтобы разделить два компонента эффективной разориентации – наклон атомных плоскостей (разориентацию) и изменение их межплоскостных расстояний (дилатацию) необходима дополнительная контурная карта, полученная после разворота кристалла вокруг вектора дифракции на  $180^\circ$  (рис.18). Таким образом, величины этих двух компонентов деформации могут быть количественно оценены для любой области кристалла. Полный набор тензоров деформации можно получить из различных контурных карт с  $\pm \mathbf{g}$ , которые получены вращением образца вокруг различных дифракционных векторов.



**Рис. 18.** Синхротронные двухкристальные рентгено топографические контуры на топограммах коммерческих чипов SiC с вектором дифракции (а)  $\mathbf{g} = (0008)$  и (б)  $\mathbf{g} = (0008^-)$ . Интервал сканирования равен 3,6 угл. с. [295].

Измерения деформации, основанные на этой технике, были успешно применены к различным монокристаллическим системам, таким как Si [283 – 285], GaAs [286 – 288], Nb [289], CdZnTe [290], GaN [291], InP [292], InAsP [293], алмаз [294], кварц [282], SiC [295].

Описанный метод — еще один пример применения двухкристальной топографии для исследования несовершенных кристаллов.

### 8.3. Визуализация кривой качания.

Визуализация кривой качания (rocking curve imaging – RCI) представляет собой количественную версию двухкристальной топографии, которая предполагает использование двумерного детектора, каждый пиксель которого записывает свою собственную «локальную» кривую качания. По этим локальным кривым качания с помощью специализированного программного обеспечения (например, [296, 297]) можно реконструировать карты особенно важных величин (интегральную интенсивность, угловое положение центра тяжести кривой качания, ширину кривой качания). Карты интегральной интенсивности предоставляют информацию о совершенстве кристалла, карты углового положения дифракционного пика дают представление о развороте кристаллической решетки, а карты ширины кривой качания – информацию об уровне локального искажения в каждой области кристалла [298 – 300]. Кроме того, данные, собранные при различных азимутальных поворотах вокруг нормали к поверхности образца, могут использоваться для разделения карт углового



положения пика на карты изменения параметра решетки и разориентации решетки [284, 301 – 303].

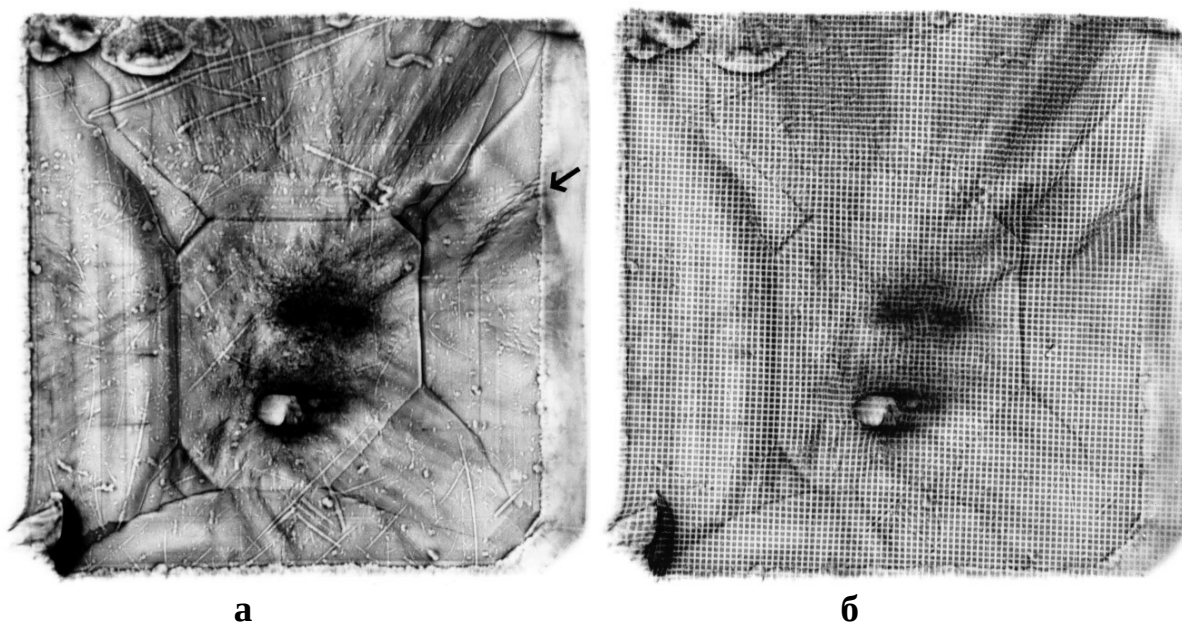
С момента своего появления метод визуализации кривой качания использовался для детальной характеристики кристаллов кремния [304] и изделий на его основе [305 – 307], InP [302], GaAs [302, 308] SiC [308], GaN [309], алмаза [156, 294, 310 – 315], сапфира [316], LiNbO<sub>3</sub> [317], белка [318, 319].

В работе [320] была реализована трехмерная техника визуализации кривой качания, объединенная с секционной топографией в геометрии прохождения. Эта техника позволяет получать трехмерные изображения дефектов, измерять трехмерные искажения в объеме кристалла.

## 9. Обработка дифрагированного пучка.

### 9.1. Ретикулография.

При использовании двухкристалльной топографии, будь то с применением СИ или лабораторных источников рентгеновского излучения, техника разделения вклада разориентации и разностей параметров решетки в контраст топограммы достаточно сложна и трудоемка. Если экспериментальные требования для измерения разности параметров решетки можно упростить, и достаточно отобразить и измерить только вариации ориентации некоторых плоскостей решетки в образце, то для такой цели существует чувствительный и простой метод рентгеновской ретикулографии.



**Рис. 19.** Сравнение традиционной трансмиссионной топограммы (а) и ретикулографии (б) синтетической алмазной пластинки размером 3,17х3,19х 0,76 мм<sup>3</sup>. Симметричное отражение (004),  $\lambda = 1,65\text{\AA}$ , период сетки 34 мкм (проекция вектора дифракции направлена справа налево) [324].

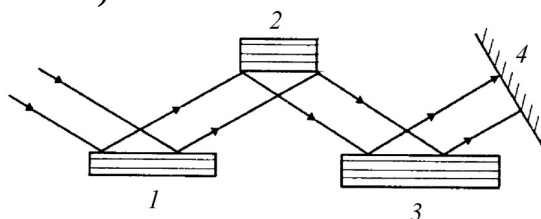
Метод состоит в размещении мелкомасштабной металлической сетки между образцом и детектором. Металлические линии сетки очень хорошо поглощают РЛ, создавая на топограмме светлые линии [321 – 325]. В то время как при однородной деформации изображение сетки не искажается, сильно искаженные изображения сетки

могут возникать в случае неоднородной деформации. Сетка служит для разделения дифрагированного пучка на массив микропучков и отслеживания распространения каждого отдельного микропучка. За счет записи ретикулографических изображений на нескольких расстояниях от образца до детектора и соответствующей обработки данных можно получить локальное распределение разориентации по образцу [326 – 329].

В работе [324] ретикулография применялась для измерения деформаций, связанных с секториальными границами в естественных и синтетических алмазах. Такие границы являются главной особенностью топограммы, представленной на рис. 19. Здесь внимание сосредоточено на деформации решетки, созданной пучком дислокаций (указанном стрелкой на рис. 19а)

## 9.2. Трехкристальная топография.

В плоскостной топографии первичный пучок имеет достаточно малую угловую расходимость, но довольно широкую угловую расходимость имеет дифрагированный пучок. Ожидается, что более подробная информация о механизме формирования изображения будет получена при угловом анализе пучка, дифрагированного на образце. Авторами работы [330] была предложена новая топографическая схема, названная плоскостной топографией с угловым разрешением. В этой схеме  $(+n, -n, +n)$  угловое распределение интенсивности в дифрагированном пучке анализируется кристаллом-анализатором (рис. 20)



**Рис.20.** Схема трехкристальной плоскостной топографии  $(+n, -n, +n)$ : 1 – кристалл-монокроматор, 2 – кристаллический образец, 3 – кристалл-анализатор, 4 – фотопластинка.

Легко видеть, что если анализатор фиксирован и сканируется только образец, то уширение кривой качания возникает единственно из-за разориентаций решетки. При регистрации топограммы во время сканирования образца на топограмме получается полоса интенсивности, которая соответствует контуру одинакового межплоскостного расстояния решетки [287]. Последовательные перемещения анализатора дают возможность построить полные контурные карты дилатации методом многократных экспозиций. Если образец и анализатор качаются одновременно по закону  $\alpha-2\beta$  ( $\alpha$  и  $\beta$  – отклонение образца и анализатора от точного положения Брэгга соответственно), то на фотопластинке будут отображены области с одинаковой разориентацией.

Китано с соавторами [331] применил метод трехкристальной топографии для анализа разориентаций и дилатаций вокруг ростовых дислокаций в кристаллах GaAs. Отражения (553) для кремниевых монокроматора и анализатора были выбраны потому, что их межплоскостное расстояние почти такое же, как для отражения (008) образца GaAs. При помощи этой схемы авторам удалось измерить изменения постоянной решетки в областях с различными дислокационными конфигурациями.

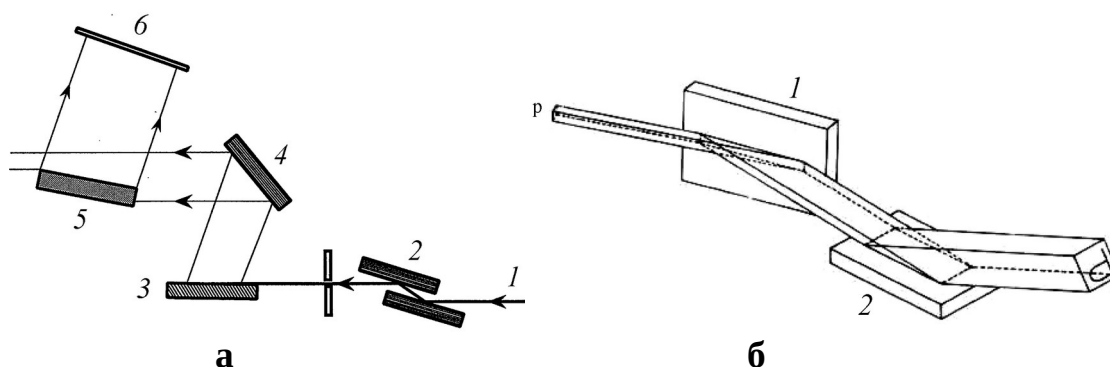
## 9.3. Увеличитель изображения.

Наиболее часто используемая в рентгеновской топографии система детектирования на основе цифровых косвенных детекторов по своей природе ограничена сцинтилляционными свойствами, оптической связью и размером пикселя ПЗС-камеры до практического ограничения пространственного разрешения около 1 микрона и эффективностью в несколько процентов [245].

Один из способов преодолеть эти недостатки и получить высокое разрешение – увеличить рентгено топографическое изображение, используя способность асимметричного рефлекса кристалла «растягивать» фронт пучка (формула (13)).

При измерении вариаций локального искажения решетки в кремнии для компенсации деформации топограммы и улучшения пространственного разрешения в работе [332] применялось одномерное увеличение изображения (рис.21а).

Возможность объединения двух асимметрично вырезанных кристаллов с взаимно перпендикулярными плоскостями дифракции и, таким образом, получения двумерного увеличения изображения было впервые продемонстрировано в работе [333] (рис. 21б). Дальнейшее развитие метод получил в работах [334 – 339].

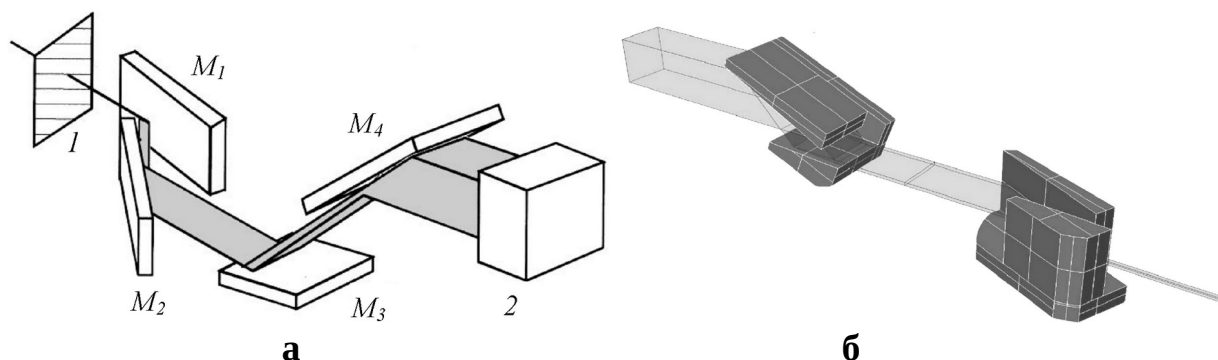


**Рис. 21.** (а) Схема эксперимента с использованием одномерного увеличителя изображения [332]: 1 – пучок СИ, 2 – предварительный двухкристальный монохроматор, 3 – асимметричный монохроматор, 4 – образец, 5 – увеличитель, 6 – фотопластинка; (б) Схема двумерного увеличителя: 1 (2) – асимметрично вырезанные кристаллы, используемые для увеличения изображения в горизонтальной (вертикальной) плоскости [334].

Еще одна система для двумерной оптики, основанная на двух независимых (+n, – n) асимметричных брэгговских кристаллах-увеличителях (рис.22а) была предложена авторами работы [335]. Использовалась чрезвычайно асимметричная дифракция Брэгга (рефлекс (111) кремния,  $\lambda = 0.826\text{\AA}$ ) с углом скольжения немного выше критического угла полного внешнего отражения РЛ  $0,12^\circ$  для первого и третьего кристаллов-увеличителей ( $b_{1,3} = 0,0084$ ). Для того, чтобы получить большой коэффициент увеличения, для поддержания достаточной интенсивности рентгеновского излучения использовалась асимметричная дифракция с углом скольжения  $4,35^\circ$  для второго и четвертого кристаллов ( $b_{2,4} = 0,4048$ ). В результате размер пучка передаваемого рентгеновского излучения был увеличен в 294 раза как по вертикали, так и по горизонтали.

В работе [340] описан двумерный увеличитель, в котором четыре независимых кристалла заменены двумя скрещенными монокристаллами с прорезными V-образными каналами (рис.22б). Недостаток кристалла с прорезанным каналом состоит в

том, что невозможно свободно выбрать асимметрию второго плеча, которая ограничивает максимальное увеличение такой системы: более высокая асимметрия за счет рефракции РЛ [341] может уменьшить перекрытие «внутренних» кривых качания плечей с последующим снижением пропускной способности системы.



**Рис. 22.** (а): Схема четырехкристального двумерного увеличителя изображения: 1 – образец, 2 – двухкоординатный детектор;  $M_1, M_2$  ( $M_3, M_4$ ) – асимметричные кристаллы для последовательного увеличения изображения в горизонтальной (вертикальной) плоскости [335]; (б): Двумерный увеличитель изображения, состоящий из двух скрещенных монокристаллов с прорезными V-образными каналами [340].

Двухмерное увеличение также может быть достигнуто с помощью монолитной конфигурации, в которой используются два последовательных отражения от некомпланарных дифракционных плоскостей в одном монокристаллическом блоке, увеличивающие изображение в двух ортогональных плоскостях [342]. Преимущества устройства этого типа – компактность, термомеханическая устойчивость.

Аналитическое решение поиска пары поверхностей, дающих изображение без искажений, приведено в работе [343]. К недостаткам относится сложная технология полировки рабочих поверхностей устройства.

Двумерный увеличитель изображения нашел применение в микрорадиографии [344, 345], рентгеновской микроскопии [334], томографии [339, 346 – 349]. Авторы работы [336] показали, что двумерный увеличитель изображения может быть с успехом использован и в рентгеновской дифракционной топографии.

## 10. Объекты исследования.

### 10.1. Структурные дефекты в монокристаллах.

**Дислокации.** Известно, что дислокации создают локальные сильно анизотропные искажения кристаллической решетки. Наибольшие искажения обычно сосредоточены в направлении вектора Бюргерса. Поэтому максимальный контраст на дифракционных топограммах наблюдается при отражении от наиболее искаженных плоскостей (имеются в виду искажения, перпендикулярные отражающим плоскостям), т.е. когда вектор Бюргерса  $\mathbf{b}$  перпендикулярен отражающей плоскости. При отражении от плоскостей, в которых лежит вектор Бюргерса, контраст минимален. Это и есть главное и чрезвычайно простое правило, позволяющее по погасанию (исчезновению) контраста дефектов в каких-то отражениях определять параметры вектора Бюргерса. Правило

носит общий характер и применимо практически ко всем рентгенотопографическим методам.

Поле деформации вокруг смешанной дислокации дается выражением [7, 66]:

$$\mathbf{u} = P\mathbf{b} + Q(\mathbf{b} \times \mathbf{l}) + R(\mathbf{l} \times \mathbf{b} \times \mathbf{l}) \quad (24)$$

где  $\mathbf{b}$  - вектор Бюргерса дислокации, а  $\mathbf{l}$  - единичный вектор в направлении линии дислокации. Выбираются цилиндрические полярные координаты  $(r, \theta, z)$ ,  $z$  измеряется вдоль направления  $\mathbf{l}$  дислокационной линии, а  $\theta$  измеряется от плоскости, содержащей  $\mathbf{b}$  и  $\mathbf{l}$ .  $P = \theta/2\pi$ ; но  $Q$  и  $R$  – более сложные выражения [7], включающие коэффициент Пуассона материала.

Для чисто винтовой дислокации  $\mathbf{b}$  параллельно  $\mathbf{l}$ , так что  $\mathbf{b} \times \mathbf{l} = 0$  и  $\mathbf{u}$  просто равно  $(\theta/2\pi)\mathbf{b}$ , так что дислокация не будет видна, если  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ .

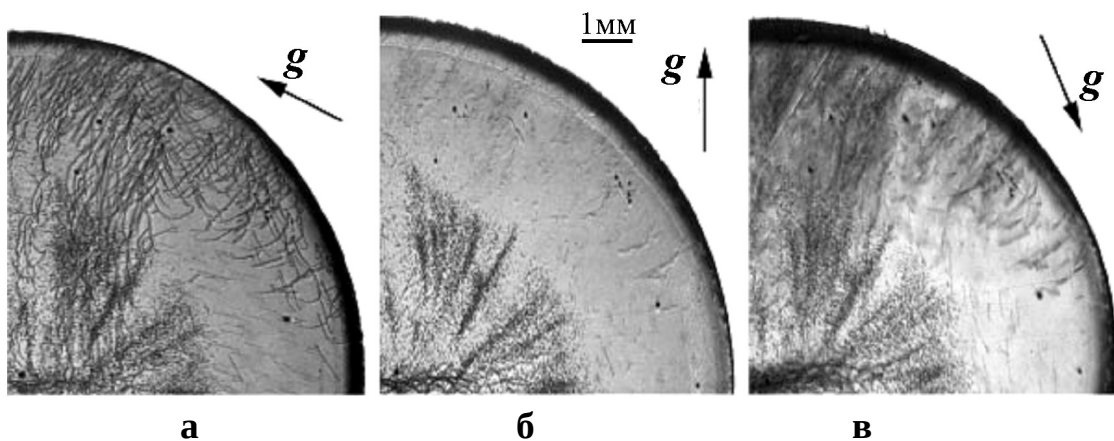
Для чисто краевой дислокации  $\mathbf{b}$  перпендикулярен  $\mathbf{l}$  и поэтому  $\mathbf{b} \cdot \mathbf{l} = 0$  и

$\mathbf{l} \times \mathbf{b} \times \mathbf{l} = (\mathbf{l} \cdot \mathbf{l})\mathbf{b} - (\mathbf{b} \cdot \mathbf{l})\mathbf{l} = \mathbf{b}$ . Следовательно,  $\mathbf{u} = (P + R)\mathbf{b} + Q(\mathbf{b} \times \mathbf{l})$  и краевая дислокация будет невидимой, если  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$  и  $\mathbf{g} \cdot (\mathbf{b} \times \mathbf{l}) = 0$ . Смешанная дислокация никогда не бывает полностью невидимой, поскольку  $\mathbf{g}$  не может одновременно удовлетворить условиям  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ ,  $\mathbf{g} \cdot (\mathbf{b} \times \mathbf{l}) = 0$  и  $\mathbf{g} \cdot (\mathbf{l} \times \mathbf{b} \times \mathbf{l}) = 0$ . Коэффициенты  $Q$  и  $R$  перед  $(\mathbf{b} \times \mathbf{l})$  и  $(\mathbf{l} \times \mathbf{b} \times \mathbf{l})$  в выражении (24), как правило, меньше, чем  $P$  перед  $\mathbf{b}$ , так что условие погасания изображения  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$  в первом приближении справедливо для всех видов дислокаций. Определение параметров вектора Бюргерса нуждается в погасании изображения дислокации в двух рефлексах:  $\mathbf{g}_1 \cdot \mathbf{b} = 0$  и  $\mathbf{g}_2 \cdot \mathbf{b} = 0$ , что определяет плоскость, в которой он должен лежать, а пересечение этих двух плоскостей дает направление  $\mathbf{b}$ .

Высокие концентрации других дислокаций или дефектов в окрестности конкретной дислокации может уменьшить ее контраст, делая ее невидимой даже тогда, когда  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} \neq 0$ . С другой стороны, эффект декорирования дислокационной линии примесями может сделать контраст относительно высоким, даже если  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ . Контрастность краевой компоненты дислокации не исчезает полностью, если вектор дифракции не параллелен линии дислокации.

Прямая ширина изображения дислокации в просвечивающей рентгеновской области может быть оценена приблизительно как  $(\lambda/2\pi)\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$  [7, 66].

На топограммах кристалла AlN, полученных методом белого пучка СИ (рис. 23), обращает на себя внимание исчезновение дислокационных сегментов на рис. 23б и их слабый контраст на рис. 23в. Вектор Бюргерса этих дислокаций определен как  $(1/3)(12\bar{1}0)$ .



**Рис. 23.** Трансмиссионные топограммы монокристалла AlN, полученные методом белого пучка СИ: (а)  $g = 11\bar{0}1$ ,  $\lambda = 0,58\text{Å}$ ; (б)  $g = 101\bar{0}$ ,  $\lambda = 0,75\text{Å}$ ; (с)  $g = 1\bar{0}11\bar{1}$ ,  $\lambda = 0,68\text{Å}$ . [1] (см. текст).

Теория часто помогает в интерпретации топографических изображений кристаллических дефектов. Точная природа дефекта часто не может быть выведена непосредственно из наблюдаемого изображения. Теоретические расчеты и, в частности, численное моделирование на основе теории, являются ценным инструментом для интерпретации топографических изображений [350].

Первые систематические представления о формировании изображения дислокаций на рентгеновских топограммах были сформулированы А. Отье [30, 351]. Механизм формирования динамического контраста изображения дислокации был описан в работах [352 – 354].

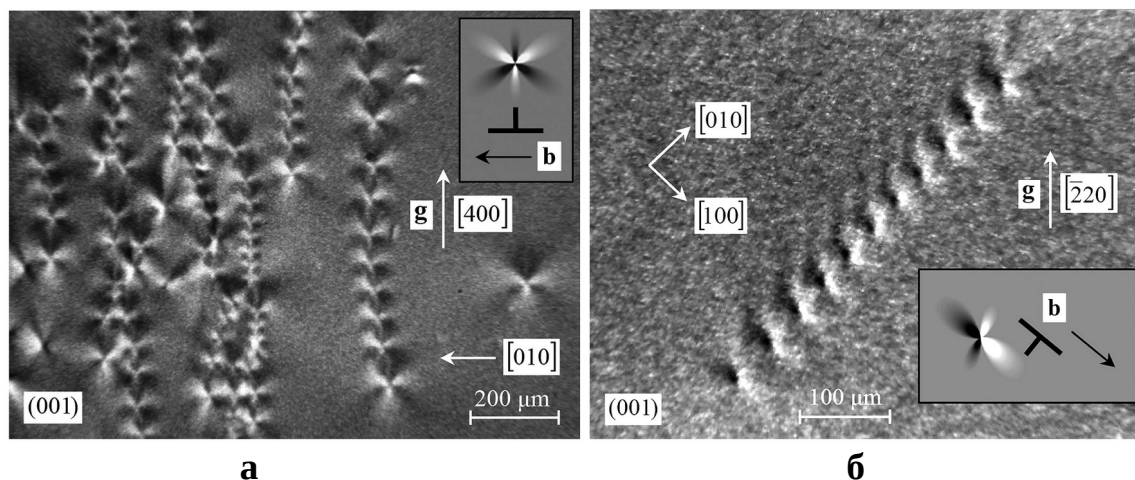
Сопоставление рассчитанных и экспериментальных изображений показало, что моделирование хорошо описывает изображения дислокаций на проекционных топограммах, однако оно мало пригодно для получения количественных характеристик деформационного поля дислокаций из-за усреднения многих важных деталей. Поэтому систематическое изучение механизмов формирования дифракционных изображений дислокаций было выполнено на основе секционных топограмм и в специально созданных для этого условиях. Имеется в виду изучение не ростовых, а специально введенных в кристалл прямолинейных дислокаций, тип и расположение которых контролировались. Были рассчитаны топографические изображения дислокаций разных типов и положений в кристалле [92, 355 – 357].

Наиболее простым и первым по времени стал расчет изображений так называемых торчковых дислокаций, ось которых почти перпендикулярна поверхности кристалла [92, 335]. Для расчета изображений дислокаций, пересекающих плоскость рассеяния, были предложены численные методы. Первыми в этом направлении были работы Такаги и Топэна [358 – 361]. Предложенная ими система уравнений носит имя авторов и широко используется и в настоящее время [86].

Многие работы были посвящены изучению основных особенностей дислокационных изображений на рентгеновских секционных топограммах и их компьютерному моделированию [30, 31, 355, 362 – 367], и было продемонстрировано удовлетворительно хорошее согласие между экспериментальными и смоделированными топограммами. Также было изучено влияние положения дислокационной линии в треугольнике Борна на контраст ее изображения [30, 364, 368].

Среди топографических методов можно выделить метод рентгеновской топографии на основе эффекта Бормана, который показал хорошие результаты при исследовании малодислокационных материалов. В этом методе контраст, формируемый дефектами структуры монокристаллов, имеет вид розеток интенсивности, форма и количество лепестков которых сильно зависят от типа дефекта и его расположения в объеме монокристалла (рис. 24). Такие розетки образуются, если в условии бормановской дифракции направление преимущественного распространения энергии рентгеновского волнового поля совпадает с направлением дислокационной линии. Техника розетки очень удобна, если дислокации в кристалле расположены вдоль основных кристаллографических направлений [369]. Идентификация дефектов структуры

облегчается возможностью моделирования теоретического контраста дефектов структуры, основанного на полуфеноменологической теории контраста [80] и цифровой обработке экспериментального контраста, направленной на повышение его качества и устранение основных зашумляющих факторов, таких как слабая контрастность, фоновая неоднородность и зернистость фотоэмульсии [226].



**Рис. 24.** (а): Дислокационные стенки в кристалле  $\text{ZnGeP}_2$ , вытянутые вдоль направления  $[100]$  (излучение  $\text{CuK}\alpha$ , рефлекс  $(400)$ ). На вставке показано смоделированное изображение (контраст розетки с шестью лепестками) краевой дислокации для используемой дифракционной геометрии; (б): Дислокационная стенка в направлении  $[010]$ , состоящая из краевых дислокаций, расположенных вдоль направления  $[001]$ , с плоскостью скольжения  $(010)$  и вектором Бюргерса  $[100]$ . Вставка является смоделированным дислокационным изображением для используемой дифракционной геометрии [369].

Начиная со второй половины 70-х гг. прошлого века были изучены плоскостные и двухкристальные изображения дислокаций [356, 370 – 372], постепенно переходя от геометрии Лауэ к геометрии Брэгга [373]. Было показано, что в некоторых случаях определить значение модуля и знак вектора Бюргерса дислокаций по их плоскостному изображению легче, чем по сеченному, что обусловлено разными механизмами формирования контраста: в первом случае распределение интенсивности зависит от знака смещения в решетке в силу формы кривой отражения независимо от поглощения, а во втором эта зависимость обусловлена именно различием в поглощении волн, принадлежащих разным ветвям дисперсионной поверхности [86].

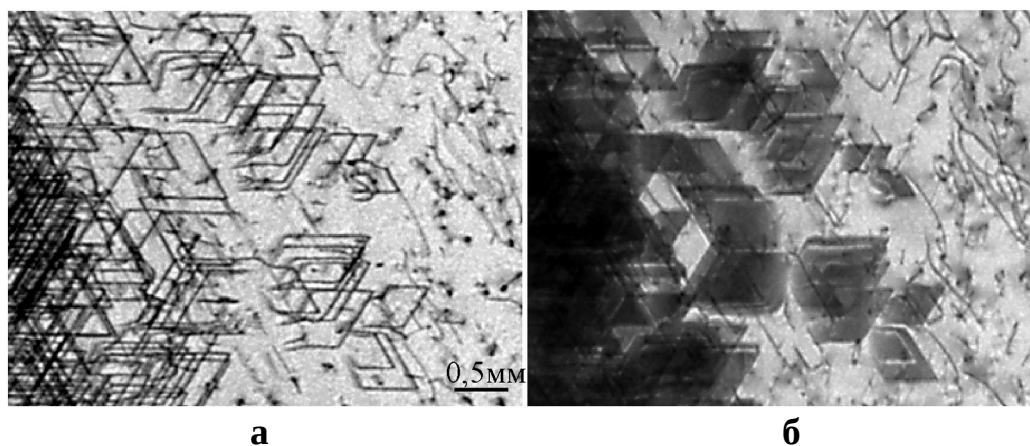
Особый класс дислокаций образуют дислокации несоответствия, появление которых сопровождается процессом пластической релаксации напряжений эпитаксиальной гетеросистемы. Подробный отчет о топографическом изображении отдельных дислокаций несоответствия можно найти, например, в работах [374 – 376]. Было продемонстрировано хорошее согласие между экспериментально наблюдаемыми и рассчитанными изображениями для дислокаций несоответствия с использованием теории динамической дифракции [275, 377 – 380]. Также было показано, что возможен анализ вектора Бюргерса дислокаций несоответствия, используя обычные правила погасания, и что можно получить изображения дислокаций несоответствия, используя

отражение подложки [381] – важное обстоятельство при изучении тонких эпитаксиальных слоев.

Относительно широкое изображение дислокации несоответствия в сочетании с отсутствием высокого пространственного разрешения ограничивает максимальную плотность дислокаций несоответствия, изображения которых могут быть успешно разрешены. Теоретическое моделирование [379] показало, что для тонких напряженных слоев, когда расстояние между отдельными дислокациями несоответствия меньше, чем приблизительно 5 мкм, отдельные дислокации не могут быть разрешены. В плосковолновом методе слабого пучка, когда рабочая точка расположена на хвосте кривой качания, средняя отражательная способность кристалла ослаблена, но локальная интенсивность дифракции от ядра дислокации достигает максимального значения [26]. Таким образом возможно получение дислокационных изображений с высоким разрешением. Авторам работы [275] удалось получить изображения дислокаций несоответствия шириной до 1 мкм, увеличивая локальное угловое отклонение от максимума кривой качания.

*Дефекты упаковки.* Большинство рентгеновских исследований дефектов упаковки были сделаны с применением секционной топографии (например, [87, 382 – 385]) и теории сферической волны. Теоретическое описание дифракции плоской волны на дефектах упаковки также содержится в работах [87, 382]. В дальнейшем дефекты упаковки изучались, как правило, с применением метода белого пучка СИ [386, 387] и монохроматизированного СИ [386, 388, 389].

Контраст изображения дефекта упаковки возникает из-за фазового сдвига, испытываемого волновыми полями рентгеновского излучения при пересечении плоскости дефекта [390]. Этот сдвиг фазы равен  $-2\pi \mathbf{g} \cdot \mathbf{R}$ , где  $\mathbf{g}$  – вектор дифракции для используемого отражения, а  $\mathbf{R}$  – вектор ошибки (вектор сдвига). Ожидается, что контраст дефекта упаковки исчезнет, когда произведение  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{R}$  равно целому числу (включая ноль), и что он будет очень слабым (почти невидимым), когда  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{R}$  равно  $\pm 1/12$  или  $\pm 11/12$ . Контраст должен быть слабым, но видимым, когда  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{R}$  равно  $\pm 1/6$  или  $\pm 5/6$ , и хорошо заметным, когда  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{R}$  равно  $\pm 1/2$ ,  $\pm 1/3$  или  $\pm 2/3$  [386, 391].



**Рис. 25.** Трансмиссионные топограммы, полученные от одной и той же области кристалла SiC, показывающие контраст ограничивающих дефекты упаковки частичных дислокаций при  $\mathbf{g} = (112\bar{0})$  (а) и контраст дефектов упаковки при  $\mathbf{g} = (1\bar{1}00)$  (б) [387].



На рис.25 показаны топограммы, полученные методом белого пучка СИ от одной и той же области кристаллической пластины гексагонального SiC. На отражении  $(112\bar{0})$  видны только обрамляющие дефекты упаковки частичные дислокации, в то время как дефекты упаковки не дают контраста, как и предсказывалось для дефектов упаковки Шокли. На отражении  $(1\bar{1}00)$  видны как дефекты упаковки, так и частичные дислокации [387].

*Двойники.* Изображение двойников на рентгеновской топограмме формируется контрастом доменов (т. е. разные домены-двойники отражают РЛ с различной интенсивностью) или «контрастом границ». «Доменный контраст» может возникать из-за разных ориентаций плоскостей решетки (ориентационный контраст) или из-за различных структурных факторов доменах [392].

В случае дефекта упаковки скачок фазы зависит только от относительного смещения  $\mathbf{R}$  решеток, обращенных к плоскости раздела. В случае двойников «контраст границ» будет зависеть также от углов наклона  $\theta_1$  и  $\theta_2$  решеток двойников к плоскости границы, не всегда идентичных, в отличие от дефекта упаковки; поэтому следует также учесть вклад разности фаз  $\Delta\theta = \theta_1 - \theta_2$  в критерий погасания изображения границы. При этом критерий погасания примет вид  $2\pi(\mathbf{g} \cdot \mathbf{R}) + \Delta\theta = 2n\pi$ , где  $2\pi(\mathbf{g} \cdot \mathbf{R})$  и  $\Delta\theta$  – разности фаз, вызванные относительным смещением решеток и их относительным атомным расположением соответственно,  $n = 0, \pm 1, \pm 2, \dots$  [393].

Определение структуры границ двойников возможно с применением секционной топографии, поскольку здесь контраст изображения очень чувствителен к сдвигу фаз [394, 395]. Метод Ланга также нашел применение при изучении двойников, например, в кристаллах NaCl [396], алмаза [397], кварца [398, 399].

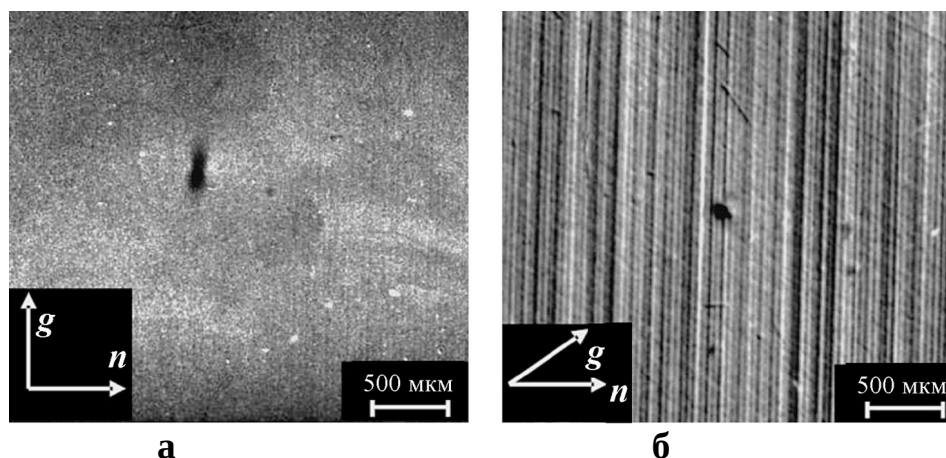
Но наиболее востребованным методом изучения двойников оказался метод белого пучка СИ, поскольку он обеспечивает быстрое определение расположения двойниковых доменов и прямые доказательства отношения симметрии между ними [400 – 403].

*Полосы роста.* Флуктуации скорости роста кристаллов вызывают соответствующие изменения эффективного коэффициента распределения и приводят к формированию микронеоднородностей в распределении примеси в виде полос роста (стратов). Ясно, что информация, содержащаяся в изображении ростовых полос важна для выяснения связи неомогенности распределения примеси с условиями роста кристалла.

Модулированные профили распределения примесей вызывают соответствующие изменения постоянной решетки, которые могут быть обнаружены с помощью методов рентгеновской топографии. Такие методы, обладая высокой чувствительностью и пространственным разрешением, могут дать исчерпывающие данные о корреляции между структурными и концентрационными неоднородностями в кристаллах. В некоторых случаях использование рентгеновской плоскостной топографии позволяет количественно оценить деформации решетки и амплитуды изменения состава в кристаллах [404 – 409].

Для кристаллов, обладающих сильным поглощением РЛ, соответствующую диагностику можно провести на основе топографического метода Бормана с использованием правила, описанного, например, в работе [410]. Оно заключается в том, что зависимость контраста изображения полос роста от направления вектора дифракции указывает на отсутствие в них выделений второй фазы и нахождения примеси в состоянии твердого раствора. Именно такая картина наблюдалась авторами

работы [75] в кристалле GaSb, легированном кремнием (рис. 26) с полным погасанием изображения полос роста в асимметричном отражении ( $022^-$ ), для которого направление вектора дифракции  $\mathbf{g}$  перпендикулярно нормали  $\mathbf{n}$  к изоконцентрационной поверхности, примерно совпадающей с направлением роста кристалла, т. е.  $(\mathbf{g} \cdot \mathbf{n}) = 0$ .



**Рис. 26.** Зависимость контраста изображения полос роста в монокристалле GaSb (Si) от ориентации дифракционного вектора  $\mathbf{g}$  (рентгеновские топографические изображения, полученные с использованием метода Бормана, излучение  $\text{MoK}\alpha$ ): (а) асимметричное отражение ( $022^-$ ),  $(\mathbf{g} \cdot \mathbf{n}) = 0$  и (б) симметричное отражение ( $22^0$ ),  $(\mathbf{g} \cdot \mathbf{n}) \neq 0$  [75].

В работе [411] метод рентгеновской топографии Ланга и двухкристальная плосковолновая рентгеновская топография были использованы для изучения закономерности образования полос роста при выращивании кристаллов KDP ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ), DKDP ( $\text{KD}_2\text{PO}_4$ ) и мочевины  $((\text{NH}_2)_2\text{CO})$  из раствора. Показано, что образование полос роста в кристаллах может быть вызвано не только изменениями внешних условий роста, но также некоторыми «внутренними» факторами, такими как изменение в дислокационной структуре кристалла и модификации распределения ступеней роста на растущей грани.

**Трещины.** Рентгеновская топография также способна распознавать деформационные поля в кристаллах, связанные с трещинами [412]. Авторы работ [413 – 417] изучали образование трещин в кристаллах кремния. В работах [1, 418, 419] сообщалось о деформации, инициируемой трещинами в кристаллах AlN.

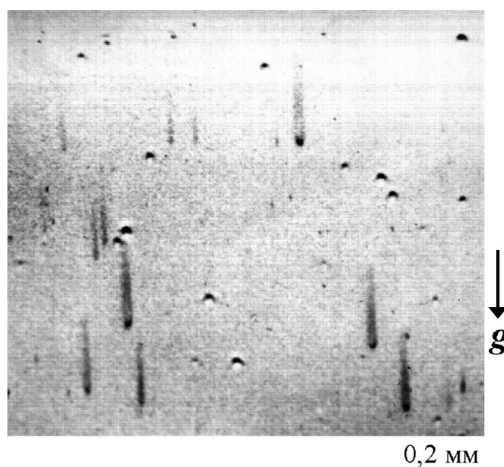
В работе [420] впервые было осуществлено *in situ* исследование кинетики образования дислокаций у конца трещины с использованием СИ. В работе [239] изучалось распространение трещин в режиме реального времени с беспрецедентным временным разрешением благодаря высокоскоростной CMOS-камере, используемой в комбинации с полихроматическим пучком СИ. Фильмы с микросекундным временным разрешением показали, что напряжение и кончик трещины не распространяется непрерывно или с постоянной скоростью. Скачки в положении кончика трещины указывают на закрепление кончика трещины в течение примерно 1-2 мс с последующим скачком, что приводит к макроскопически наблюдаемой средней скорости 0,028–0,055 м/с.

**Микродефекты.** Микродефекты как скопления или кластеры точечных дефектов, а также мелкие дислокационные петли и их скопления создают в кристаллах слабые

короткодействующие деформационные поля. Поскольку микродефекты рассеивают РЛ кинематически, для усиления их контраста необходимо уменьшить сильную динамическую дифракцию от идеальной матрицы [421]. Для этого возможно использовать технику слабого пучка – переместить образец из точной позиции Брэгга за пределы  $P = \pm 1$ , где  $P$  измеряется в единицах полуширины кривой качания [422].

Чувствительность плосковолновой топографии к микродефектам зависит от ширины кривой качания кристалла и от величины отклонения от точного положения Брэгга: чем уже ширина кривой качания и больший угол отклонения, тем меньше размеры микродефекта, который можно выявить. Наиболее эффективное положение рабочей точки на кривой качания для визуализации мелких дефектов – 4 - 6% от максимальной интенсивности, соответствующее  $P = 4$ . Крупные микродефекты выявляются при 20% ( $P = 2$ ) или даже при 50% ( $P = 1$ ) [422]. В работах [423, 424] было показано, что чувствительность плосковолновой топографии может быть повышена при использовании асимметричных отражений для образца.

В некоторых случаях хороших результатов можно добиться при использовании квазиплосковолновой топографии. На рис.27 представлена топограмма «на просвет» образца бездислокационного кремния с ориентацией поверхности (110), содержащего микродефекты [268]. Использовались асимметричные рефлексy (311), но монохроматором являлся кристалл германия; при этом разница в межплоскостном расстоянии образца и монохроматора составляла 4%.



**Рис. 27.** Рентгенотопографическое изображение микродефектов в бездислокационном кремнии. Асимметричный рефлекс (311), лауэвская дифракция, излучение  $\text{MoK}\alpha_1$  [268] (см. текст).

На топограмме видны изображения микродефектов, лежащих у выходной (по отношению к падающему на образец пучку) поверхности образца, выявляемые за счет релаксации на ней напряжений, создаваемых микродефектом. Эти изображения имеют круглую форму и черно- белый контраст. Как было показано в [424], использование квазиплосковолновой дифракции не ухудшает контраст; более того, оно дает возможность визуализации микродефектов по кометообразным «хвостам», возникающим в результате заполнения всего треугольника Бормана излучением, рассеянным на дефекте [425]. Поскольку длина хвоста почти равна основанию треугольника Бормана с вершиной на дефекте, можно определить расстояние последнего от выходной поверхности образца.

Размеры плоско-волновых изображений больше, чем размеры самих дефектов. Компьютерное моделирование, аналитические оценки и экспериментальные результаты показывают, что можно наблюдать поля смещения вблизи микродефектов с размерами за пределами разрешения рентгеновской топографии (1 мкм). Реальный лимит размера детектируемого микродефекта можно оценить как 0,1 мкм и даже меньше [422].

Другой способ уменьшить интенсивность дифракционного фона от идеальной матрицы – перейти на квази-запрещенные отражения. Использование квази-запрещенных рефлексов является одним из немногих методов, позволяющих получить карты распределения валентных электронов в твердых телах [426]. Некоторые структурные дефекты решетки (в том числе микродефекты) могут сильно изменять распределение электронной плотности, что влияет на интенсивность квази-запрещенных отражений [426 – 428].

### **10.1. Примеры кристаллических материалов (кремний, карбид кремния, алмаз, лед, квазикристаллы, кристаллы белка).**

Среди множества кристаллических материалов некоторые привлекают особое внимание исследователей, и это имеет свои причины.

*Кремний.* Из содержания предыдущих глав можно сделать вывод, что монокристаллический кремний широко используется как тестовый объект при изучении взаимодействия рентгеновского излучения со структурными дефектами кристаллической решетки, а также как материал для изготовления элементов рентгеновской оптики. Однако следует подчеркнуть, что полупроводниковый кремний является основным материалом, используемым для создания функциональных электронных устройств с высокой степенью интеграции.

В годы становления технологии изготовления электронных приборов на основе кремния большая часть исследований была посвящена улучшению качества кремниевых пластин за счет контроля плотности дислокаций. С появлением методов бездислокационного выращивания кристаллов кремния проблема влияния дислокаций на качество кремния исчезла. Вскоре стало очевидно, что комплексы собственных точечных дефектов, образующиеся в процессе выращивания кристаллов, оказывает все более негативное влияние на производительность устройств.

Систематические исследования характера распределения, природы и закономерностей образования микродефектов в кремнии начались с середины 60-х годов прошлого столетия. В работах [423, 425, 429 – 436] были тщательно изучены плосковолновые изображения ростовых микродефектов в кристаллах кремния, затем разработана теория и выполнен расчет их изображений [437 – 441]. В результате были определены условия получения таких изображений микродефектов, по которым можно судить об их типе, ориентации и положении в кристалле, а также о величине их избыточного объема. В исследовании изображений микродефектов в полной мере проявились большие аналитические возможности плосковолновой рентгеновской топографии [86].

Исторически одной из первых серьезных проблем явились комплексы междоузельных атомов в кремнии, выращенном методом зонной плавки, которые представляют собой дислокационные петли внедрения (так называемые А-дефекты или свирлы) [22]. Хотя диаметры этих дислокационных петель достигают только несколько микрон, они достаточно велики, чтобы влиять на работу устройства [442, 443].

Концентрация ростовых микродефектов в бездислокационном кремнии контролируется отношением скорости роста  $V$  к осевому градиенту температуры  $G$  вблизи границы раздела жидкой и твердой фазы. Если величина  $V/G$  выше критического значения, кристалл обогащен вакансиями, тогда как для  $V/G$  ниже критического значения кристалл в основном содержит межузельные атомы [444 – 446].

Очевидно, что одним из эффективных способов выращивания так называемых идеальных или чистых кристаллов кремния является использование режима, когда собственные внедренные атомы и вакансии содержатся в кристалле в равных концентрациях, что приводит к почти полной взаимной аннигиляции точечных дефектов. При этом критическая величина отношения  $V/G$  примерно равна  $0,13 \text{ мм}^2 \text{ мин}^{-1} \text{ К}^{-1}$  [443].

Поскольку появилась возможность точно моделировать поведение ростовых микродефектов в полупроводниковом кремнии с учетом потребностей производителя электронного устройства, внимание исследователей постепенно переключилось на изучение структурных дефектов, введенных в процессе технологических операций в устройства, создаваемые на основе кристаллического кремния. Дефекты в многослойных эпитаксиальных элементах на основе кремния, используемых в качестве исходного материала для мощных эпитаксиально-диффузионных устройств, изучались методами Ланга и Берга- Барретта в работе [53]. Было показано, что дислокационные сетки с неравномерным распределением дислокаций как по толщине, так и по площади эпитаксиального слоя в виде дислокационных стенок или полос скольжения были основными дефектами, влияющими на электрические характеристики силовых устройств. Эта информация позволила оптимизировать выбор исходных материалов и процессов, направленных на снижение содержания критических электрически активных структурных дефектов, которые могут влиять на параметры изготовленных полупроводниковых приборов.

Исследование дефектной структуры интегральных схем с использованием метода белого пучка СИ и плосковолновой топографии провели авторы работ [447] и [285] соответственно. В работах [448 – 450] были проведены систематические исследования волнистости решетки связанных пластин кремний-на-изоляторе (SOI) с использованием монохроматической рентгеновской топографии СИ. С помощью метода белого пучка СИ были проведены квази-*in situ* исследования влияния термической обработки на волнистость решетки [451]. Авторы работы [305] исследовали деформацию пластин из напряженного кремния-на-диэлектрике (SC-sSOI) сверхкритической толщины с помощью метода визуализации кривой качания.

В работе [452] описано применение рентгеновской дифракционной топографии с использованием монохроматического СИ для измерения *in operando* тепловых напряжений на компонентах операционного усилителя LM3046. Трансмиссионная рентгеновская проекционная топография в монохроматическом пучке СИ и секционная топография в белом пучке СИ были использованы для количественного определения деформации кремниевых подложек в инкапсулированных устройствах для микроэлектроники [453]. Авторы работы [454] показали возможности рентгеновской топографии белого пучка СИ для прямой визуализации и анализа дефектов в ламинированном фотоэлектрическом модуле.

**Карбид кремния.** Монокристаллический карбид кремния является перспективным материалом для создания на его основе высокотемпературных и высокомошных

приборов опто- и микроэлектроники благодаря уникальному сочетанию весьма полезных свойств (большой ширине запрещенной зоны, высокому пробивному напряжению, высокой теплопроводности и температурной стабильности, радиационной стойкости). Несмотря на обилие существующих политипов карбида кремния, несомненный практический интерес представляют только гексагональные политипы 4Н, 6Н и кубический 3С, которые встречаются наиболее часто и могут быть получены в виде слитков или эпитаксиальных слоев.

Кристаллы SiC содержат различные структурные дефекты, такие как прямолинейные дислокации, лежащие как в базисной плоскости, так и вне ее, проникающие дислокации, дефекты упаковки, микротрубки [455]. Все эти дефекты негативно сказываются на работу устройств [456]. Например, было обнаружено, что диоды, содержащие краевые или винтовые дислокации, имеют избыточные токи утечки и преждевременный пробой по сравнению с диодами без дислокаций [139, 457, 458], а дислокации базисной плоскости в подложке могут вызвать дрейф прямого напряжения в биполярном устройстве из-за образования дефектов упаковки [459]. В то время как в большинстве полупроводников дефекты упаковки являются электрически неактивными, в гексагональных политипах карбида кремния они образуют квантово-подобные электронные состояния, наблюдаемые при люминесценции. Стабильные устройства могут быть изготовлены путем устранения мест зарождения дефектов упаковки. Доминирующим типом таких дефектов являются сегменты дислокаций базисной плоскости, диссоциированные на частичные дислокации [460].

Важной проблемой эпитаксиальной технологии полупроводниковых гетеросистем является уменьшение плотности проникающих (пронизывающих) дислокаций, которые соединяют концы дислокаций несоответствия со свободной поверхностью растущей пленки. При формировании дислокаций несоответствия проникающие дислокации играют позитивную роль, поскольку при своем скольжении удлиняют дислокации несоответствия и, следовательно, обеспечивают протекание процесса снятия напряжений несоответствия. Однако в полупроводниковой структуре роль проникающих дислокаций является отрицательной, т.к. они ухудшают электронные характеристики прибора [461]. Если активная область прибора формируется в объеме эпитаксиальной пленки, то именно проникающие дислокации портят все дело и борьба с ними представляет одно из актуальных направлений в технологии.

Среди структурных дефектов в SiC микротрубки (супервинтовые дислокации с осями, параллельными направлению роста) занимают особое место как наиболее вредные дефекты с точки зрения деградации свойств приборных структур, так как они производят большие искажения решетки [139]. По сравнению с обычными винтовыми дислокациями, микротрубки в SiC содержат супервинтовые дислокации с большими векторами Бюргерса и с топографическими изображениями размером от десятков до сотен микрометров [136]. Микротрубки проходят через весь кристалл и могут смещаться по мере его роста, накапливаясь на границах включений других политипов. Присутствие даже одной микротрубки в приборной структуре, построенной на основе карбида кремния, способно вывести из строя весь прибор. Хотя за последние годы уровень концентрации микротрубок в коммерческих подложках SiC неуклонно снижался [462, 463], получение пластин, которые полностью свободны от микротрубок, знаменует собой важный этап в коммерциализации устройств на основе SiC.

В работе [464] представлен краткий обзор различных рентгенотопографических методов, применяемых для характеристики кристаллов и тонких пленок карбида кремния. Эти методы, в том числе методы Берга- Барретта, Ланга, ретикулографии, двухкристальной топографии и набор методов секционной топографии, являются особенно мощными для изображения структурных дефектов в SiC. Среди этих методов рентгеновская топография в белом пучке СИ в режиме обратного отражения оказалась наиболее востребованной [136, 140].

С применением перечисленных методов были исследованы такие дефекты в гексагональных кристаллах SiC, как дислокации в подложках [55, 139, 457, 465 – 468], проникающие дислокации [141, 329, 467, 468 – 473], дефекты упаковки и связанные с ними частичные дислокации [54, 143, 144, 474, 475], а также микротрубки [132, 136, 165, 329, 476 – 478].

**Алмаз.** Алмазные силовые устройства привлекли значительное внимание как силовые устройства следующего поколения, которые предлагают высокое напряжение пробоя и высокую мобильность носителей в условиях высокой температуры и высокого напряжения. Для сравнения свойств силовых устройств, изготовленных из различных материалов, часто используется функция показателя качества Хуанга (НМFOM) [479]. НМFOM алмаза, нормированная на НМFOM кремния, составляет 23,8. Это значение намного выше, чем аналогичный показатель для карбида кремния, который равен 7,5 [480].

Предпочтительный материал для брэгговских дифракционных оптических элементов – кремний, который можно выращивать до очень высокого кристаллического совершенства и работоспособного размера, а также довольно легко обрабатываемого до требуемого качества поверхности. Это позволяет создавать рентгеновские оптические элементы с достаточной степенью совершенства решетки и обработки кристаллов. Алмаз имеет более низкий коэффициент поглощения, чем кремний, лучшую теплопроводность и более низкий коэффициент теплового расширения, что делает его предпочтительным материалом при условии, что кристаллическое совершенство (объема и поверхности) может быть улучшено [155].

Ясно, что для разработки стабильных и высокоэффективных силовых устройств и элементов рентгеновской оптики на основе синтетического алмаза необходимо изучение его структурных дефектов и поисков способов уменьшения их концентрации [481].

Исторически, природный алмаз явился одним из самых распространенных модельных материалов, исследованных методом брэгговской дифракционной визуализации. В начале 1963 Ланг опубликовал серию топограмм природных алмазов [82], затем отличный обзор работ, выполненных с помощью рентгеновской топографии на алмазах [482]. Позже изучение реальной структуры природного алмаза были продолжены авторами работ [65, 68, 483 – 486].

Прогресс в технологии выращивания крупных синтетических алмазов (несколько миллиметров в диаметре) сделал возможным рост таких алмазов с относительно низкими концентрациями дислокаций, дефектов упаковки и металлических включений [66]. Рентгенографические исследования крупных синтетических алмазов проводились с использованием методов Ланга [67, 487], белого пучка СИ [155] и двухкристальной топографии [65, 66, 388, 488 – 493].

**Лед.** Вязкопластичное поведение кристаллов связано с наличием, движением и возникновением дислокаций, которые позволяют кристаллам деформироваться под воздействием напряжения. Движение дислокаций в анизотропных кристаллах происходит очень направлено. В случае льда, сильно анизотропного кристалла, это движение происходит очень легко в базисной плоскости гексагональной структуры, и затруднено в направлениях, перпендикулярных этой плоскости. Исследование деформации льда интересно не только потому, что необходимо знание основного механизма движения ледников и полярных льдов, но и потому, что лед является модельным материалом для исследования деформации широкого спектра анизотропных материалов, кристаллизующиеся в некубической структуре, например тригональных или гексагональных кристаллов [494].

Для наблюдения дислокаций в кристаллах льда традиционная рентгеновская топография (метод Ланга) впервые была применена Хейсом и Уэббом [495]. Затем появились работы [157, 158, 496, 497], в которых для наблюдения динамического поведения дислокаций в монокристаллах льда использовался метод белого пучка СИ. С помощью СИ Хондо и его коллеги также измеряли мобильность базисных дислокаций в зависимости от напряжения и температуры [498] и небазисных дислокаций с использованием рентгеновского аппарата с вращающимся анодом [499]. Наконец, для определения коэффициента диффузии точечных дефектов в монокристаллах льда Хондо и соавт. [500, 501] использовали метод белого пучка СИ и ячейку высокого давления, наблюдая *in situ* переползание дислокаций под воздействием гидростатического давления.

Изучение взаимодействия дислокаций с межблочными границами является ключом к пониманию механического поведения поликристаллического льда. В работах [176, 502 – 504] с помощью метода белого пучка СИ изучалось поведение дислокаций на границах зерен [11]. В работе [177] было обнаружено, что границы зерен могут быть источниками дислокаций, а также препятствиями для движения дислокации в интервале температур от 0° до –15° С. Авторы работы [505] показали, что небазисные дислокации играют важную роль в формировании границ субзерен, а в работе [159] изучалось *in situ* формирование и эволюция под нагрузкой подвижной межблочной границы.

**Квазикристаллы.** Квазикристаллы демонстрируют некоторые необычные свойства, например, очень высокое удельное электрическое сопротивление, сопоставимое с сопротивлением легированного полупроводника. Считается, что эти свойства обязаны сложной структуре квазикристаллов, которые являются непериодическими в трехмерном пространстве. Периодическое описание квазикристаллов получено в многомерных пространствах. В случае икосаэдрических квазикристаллов это гиперпространство является шестимерным и индексация дифракционных пиков выполняются с использованием шести индексов [506]. Квазикристаллические интерметаллические фазы имеют дальний ориентационный порядок, но они должны иметь трансляционную квазипериодичность. Они обычно образуются преимущественно в переохлажденных расплавах, замещая таким образом равновесные фазы [507]. Свойства квазикристаллов зависят от их своеобразной структуры, и, следовательно, от структурного совершенства данного образца. Поэтому структурное совершенство квазикристаллов является важной темой исследования.



Рентгеновская дифракционная топография нашла применение и для характеристики дефектов в квазикристаллах, таких как дислокации [508] и сферические включения [509 – 514], используя метод белого пучка СИ и монохроматизированный пучок СИ. Аналогично визуализации дефектов в обычных кристаллах, соответствие между экспериментальным и моделируемым изображением дефекта в квазикристаллах может предоставить дополнительную информацию о дефекте [514, 515].

Как правило, отдельные зерна квазикристалла сильно деформированы, доказательством чего является отсутствие полос равной толщины на секционных топограммах. При этом может наблюдаться эффект аномального прохождения, что доказывает малую чувствительность эффекта Бормана к структурным несовершенствам квазикристаллов [516].

В работе [517] исследовалось структурное совершенство икосаэдрических квазикристаллических зерен различных сплавов (Al – Pd – Mn, Zn – Mg – RE (RE – редкие земли) и Al – Cu – Fe). Было обнаружено, что структурное совершенство отдельных квазикристаллических зерен зависит от наличия и характеристик неоднородностей (поры и преципитаты). Было замечено, что зерна Al – Pd – Mn и Al – Cu – Fe оказались менее дефектными, чем зерна Zn – Mg – RE. Оказалось, что отжиг улучшает совершенство квазикристаллической решетки за счет снижения плотности преципитатов.

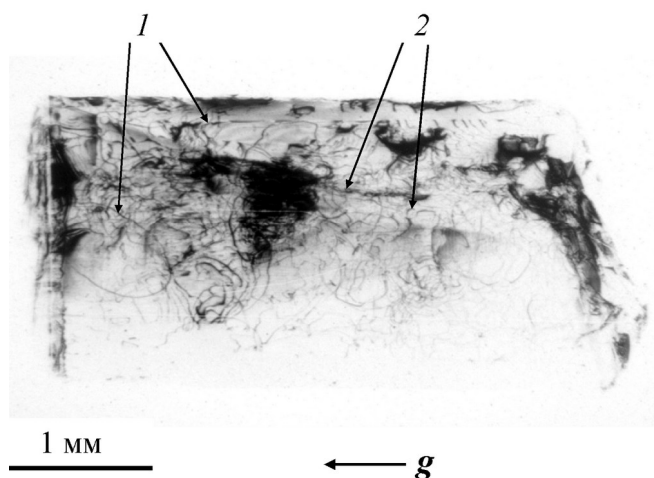
*Белковые кристаллы.* Сегодня спрос на качественные белковые кристаллы продолжает расти. Кристаллизация белка приобрела новое стратегическое и коммерческое значение на современном этапе проекта генома, в котором рентгеновской кристаллографии отводится одна из главных ролей [518]. Следовательно, исследование качества и дефектности биологических макромолекулярных кристаллов будет приобретать все большее значение в предоставлении обоснования кристаллизации упорядоченных кристаллов белка, например, для разработки медицинских препаратов. Характеризация дефектов в биологических макромолекулярных кристаллах рентгеновскими методами представляет собой более сложную задачу, чем для низкомолекулярных кристаллов. Отчасти это связано с тем, что белки состоят из атомов с низким Z, таких как H, C, N и O, которые слабо рассеивают РЛ, хотя при этом вся масса кристалла может быть исследована рентгеновской проекционной топографией [519].

В ряде публикаций, связанных с попытками применить рентгеновскую дифракционную топографию к исследованиям белковых кристаллов (например [160, 520 – 525], использовались методы Ланга, белого пучка СИ, двухкристальная топография. Общим для почти всех этих исследований является то, что информативность полученных топограмм очень низка из-за высокого уровня деформаций в кристаллах [526].

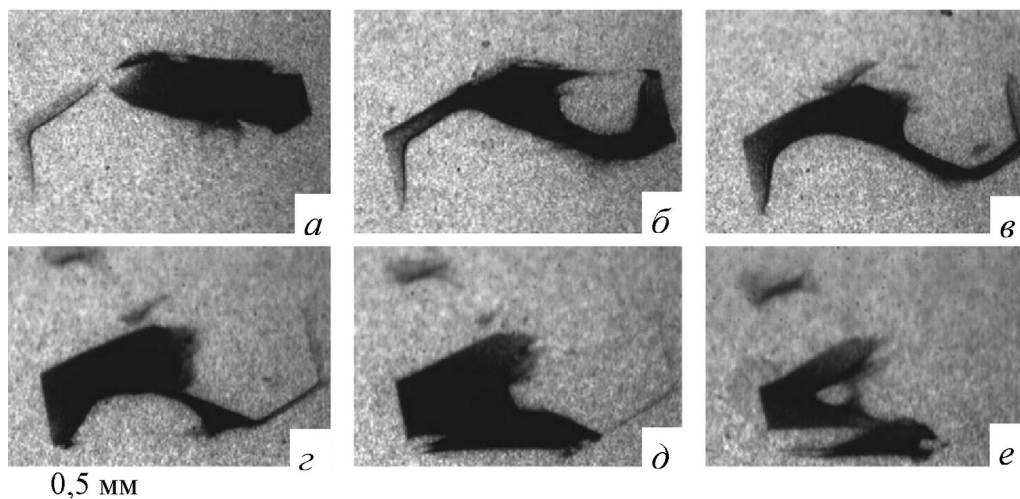
Изображения дислокаций в органических кристаллах были получены в работах [162, 527 – 532].

На рис. 28 показана топограмма моноклинного кристалла лизоцима куриного яичного белка, полученная с использованием монохроматизированного СИ, рефлекс (020) [532]. Почти все дислокации имеют форму петель или в значительной степени изогнуты и тем отличаются от прямолинейных дислокаций в тетрагональной или ромбической формах лизоцима, о которых сообщалось в работе [531].

Важный вклад в дефектную структуру кристаллов тетрагонального лизоцима вносят сектора роста и межсекториальные границы. Для визуализации секторов роста и границ между ними авторами работы [523] была получена серия двухкристальных топограмм при перемещении рабочей точки по кривой качания с интервалом  $0,0025^\circ$  (рис. 29).



**Рис. 28.** Топограмма моноклинного кристалла лизоцима куриного яичного белка, симметричный рефлекс (020): 1 – изогнутые дислокации, 2 – дислокационные петли [532].



**Рис. 29.** Серия топограмм одного и того же кристалла тетрагонального лизоцима при разных значениях угла Брэгга ( $\lambda = 0.688 \text{ \AA}$ ). Между двумя последовательными съемками кристалл поворачивался на угол  $0,0025^\circ$  [523].

Примеси также являются одним из важных факторов, влияющих на дефектность белковых кристаллов. Примеси могут значительно ухудшить их качество, вызывая образование дислокаций и трещин, двойников, поликристаллических и аморфных агрегатов, а также деградацию мозаичности. В работах [161, 533, 534] было показано, что исследование механизмов влияния примесей на качество белковых кристаллов возможно с помощью рентгеновской дифракционной топографии.

Кристаллы белка очень восприимчивы к радиационному повреждению. В работах [319, 535] для уменьшения времени воздействия излучения на белок и осуществления цифровой топографии (метод визуализации кривой качания) использовалась ПЗС-камера.

Возможно, один из способов улучшения качества белковых кристаллов – их выращивание в космосе. Во всяком случае, кристаллы белков, выращенные в условиях

микрогравитации, в среднем демонстрируют пониженную внутреннюю мозаичность [536], более симметричную морфологию роста и более симметричное распределение секториальной дезориентации и/или искажения решетки [537].

## 11. Заключение.

Начиная с первого рентгеновского изображения, полученного Бергом в 1931 году, рентгеновская дифракционная топография эволюционировала в мощный, неразрушающий метод для характеристики монокристаллов широкого спектра состава и физических свойств, таких как полупроводники, оксиды, металлы, квазикристаллы и органические материалы. Она прошла огромный, интересный путь от качественного наблюдения дефектов кристаллической структуры до предельно чувствительных количественных методов измерения очень слабых локальных деформаций, порождаемых дефектами. Рентгеновская топография сыграла решающую роль в исследовании реальной структуры полупроводниковых материалов и разработке методов выращивания материалов современной микроэлектроники. Методы рентгеновской топографии стали важнейшим инструментом научных исследований в материаловедении, кристаллографии, электронике [15].

Конечно, различные рентгенотопографические методы не следует рассматривать как конкурирующие между собой – они дополняют возможности друг друга. Например, в ряде работ [289, 451, 510, 513, 521, 538 – 544] в целях более полной характеристики дефектной структуры исследуемого образца успешно осуществлено совместное использование метода белого пучка и двухкристальной топографии.

Особенностью современной рентгеновской топографии является активное использование взаимодополняющих рентгеновских методов. Очень ярко это проявилось, когда получила распространение методика визуализации кривой качания. При использовании этой методики сочетание рентгеновской топографии с дифрактометрией стало чрезвычайно эффективным. Также следует отметить успешное соединение рентгеновской топографии с томографией (топотомография) и с многоволновой дифракцией [468, 545 – 547].

Несомненной тенденцией в развитии современной рентгеновской топографии является адаптация ее к исследованию новых материалов и решению новых задач физического материаловедения. Большинство этих материалов обладает экстремальными для рентгеновской топографии значениями таких важных характеристик, как поглощение РЛ, рассеивающая способность и плотность, степень структурного несовершенства. Исследование таких материалов с помощью рентгеновской топографии иногда затруднено. Кроме того, активное использование технологии тонких слоев и пленок, многослойных композиций ставит перед рентгеновской топографией новые задачи, заставляет адаптироваться к их решению, а значит, развиваться и совершенствоваться [86]. Это развитие потребует усовершенствования техники топографического эксперимента. Ожидается появление новых видов детекторов с высочайшим пространственным разрешением, в том числе новой ядерной эмульсии [258].

Рентгеновская топография по-прежнему служит и будет служить эффективным средством исследования реальной структуры кристаллических материалов и являться

развивающейся областью науки, оставаясь необходимым звеном научно-технического прогресса.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН.