

ГЛАВА 3

РЕНТГЕНОВСКАЯ ДИФРАКЦИОННАЯ МИКРОСКОПИЯ

3.1 ВВЕДЕНИЕ

Среди неразрушающих методов исследования реальной структуры кристаллов особое место занимает рентгеновская дифракционная топография. Возможность исследования больших по толщине ($\sim 10\text{мм}$) и по площади ($\sim 10^3\text{мм}^2$) непрозрачных для оптического диапазона длин волн монокристаллов и изделий из них, высокая чувствительность к несовершенствам кристаллической решетки, позволяющая изучать границы блоков, микротрещины, дислокации, доменные границы, сегрегации примесей, обусловили широкое применение методов рентгеновской микроскопии в различных областях науки и техники [1-3].

В числе возможностей рентгеновской топографии - определение типа и пространственного расположения дислокаций в объеме кристалла по трансмиссионным топограммам, получаемым с двух взаимно перпендикулярных проекций. Наряду с дислокациями можно наблюдать дефекты упаковки, двойниковые границы, слои роста, обусловленные неоднородным распределением примесей в процессе выращивания кристалла, скопления точечных дефектов. Анализ погасаний контраста при отражении от плоскостей разных типов дает возможность устанавливать характер искажений кристаллической решетки.

Методами рентгеновской топографии можно изучать не только монокристаллы, но и изделия из них, например, монокристаллы с нанесенной на них топологией микросхемы на различных стадиях технологического процесса.

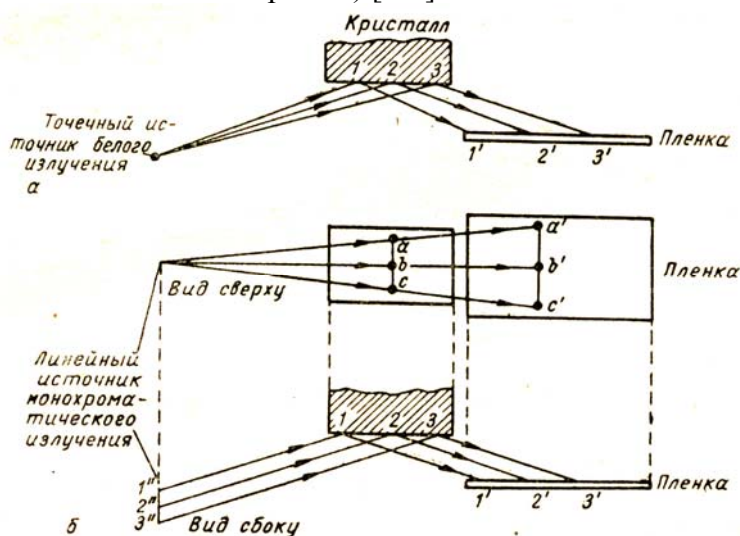
В последнее время топографические методы стали широко применяться для исследования доменной структуры ферромагнетиков и сегнетоэлектриков. Вместе с тем рентгеновской топографии, как и другим рентгенографическим методам, присущ определенный недостаток, а именно, большое время, необходимое для получения топограмм: в зависимости от метода исследования, параметров аппаратуры и характеристик образца оно может составлять от единиц до сотен часов. Ясно, что использование столь длительных методов исследования в условиях лабораторий и особенно промышленного производства ограничено. Повысить экспрессность методов можно двумя путями - повышением мощности источников рентгеновского излучения или использованием высокочувствительных устройств регистрации изображения и его непосредственной визуализации.

Другим существенным ограничением методов рентгеновской топографии является невысокое пространственное разрешение, составляющее величину порядка $1 \div 5\text{мкм}$.

3.2. МЕТОДЫ РЕНТГЕНОВСКОЙ ТОПОГРАФИИ

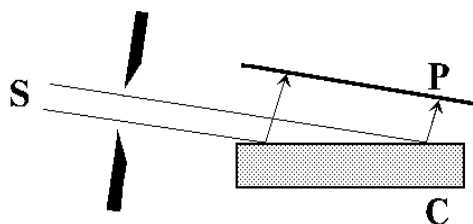
3.2.1. ОСНОВНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ МЕТОДОВ

Совокупность методов получения изображений дефектов в кристаллах при помощи дифракции рентгеновских лучей получила название рентгеновской топографии (РТ) или рентгеновской дифракционной микроскопии (РДМ). Во всех известных методах (РДМ) рентгеновский пучок, излучаемый источником S , направляют на кристалл C так, чтобы для всего кристалла или его части выполнялось условие Вульфа-Брегга. Возникающие при этом дифрагированные пучки (иногда и прошедший пучок) регистрируются на фотопластинку P (так называемая рентгеновская топограмма) [1-3].

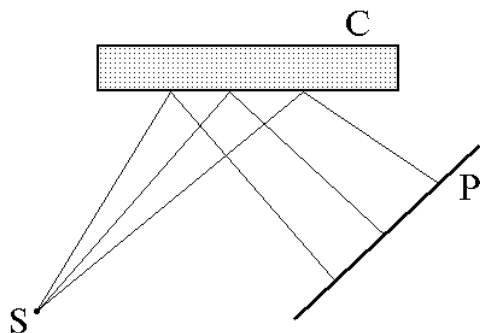


Основы рентгеновской дифракционной топографии впервые были сформулированы Бергом примерно 1931 году. На рис.3.1 показана суть идеи Берга. Рассмотрим два случая. Если применяется точечный источник белого излучения рис.3.1а, каждая точка дифракционного пятна соответствует только одной точке на поверхности монокристалла. В случае если кристалл состоит из участков имеющих различную отражательную способность (связанную с ориентацией этих участков или с измененным коэффициентом отражения) на детекторе выявится контраст этих участков. Аналогичным образом образуется контраст и в случае линейного источника монохроматического излучения (см. рис.3.1б). Позднее идея Берга была развита и дополнена в работах Барретта, Ньюкирка, Шульца и др. Появилось множество рентгенооптических геометрий реализованных в разнообразных методах рентгеновской топографии (рентгеновской дифракционной микроскопии). Ниже кратко описаны некоторые методы получившие наибольшее распространение в практике физического материаловедения.

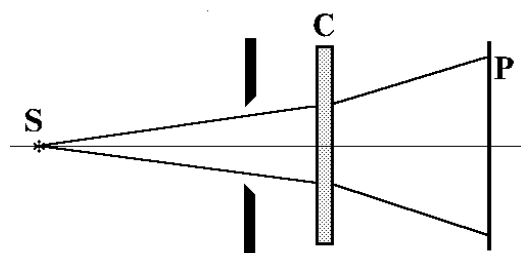
Наиболее существенное развитие идея Берга получила в работах Барретта. Он применил этот метод для исследования поверхности моно и поликристаллов в монохроматическом рентгеновском излучении. Монокристаллы устанавливаются в отражающее положение. Метод позволяет получать общее представление о степени совершенства кристаллов, могут быть определены размеры и форма зерен, углы разориентаций, предварительные сведения о дислокационной структуре.



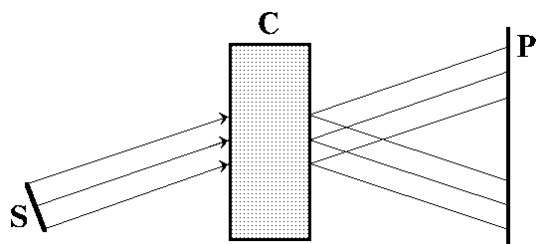
$l_{cp} \approx 0.5 \div 2 \text{ мм}$. Используется для наблюдения дефектов в тонких приповерхностных слоях кристаллов.



б) - по методу Шульца [2]. Используется точечный источник, съемка в белом излучении, в работе Шульца $l_{sc} \approx l_{cp} \approx 150 \text{ мм}$. Применяется для исследования блочных кристаллов. Повороты блоков приводят к смещению их изображений на фотопластинке, что позволяет вычислить углы поворота.

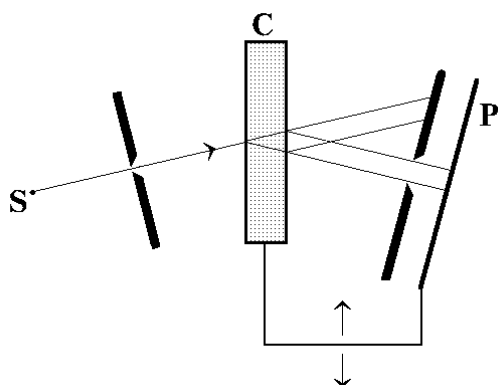


в) - по методу Фудживара [2]. Микрофокусный источник, белое излучение, съемки проводятся одновременно в дифрагированных пучках, отраженных от разных семейств атомных плоскостей. Схема Фудживара аналогична схеме съемки лауэграмм, но используется расходящийся пучок большой площади, и изучается распределение интенсивности (изображение) в каждом дифрагированном пучке. Применяется для наблюдения блоков в монокристаллах. Аналогичная схема применяется для съемки высокосовершенных монокристаллов на синхротронном излучении в хорошо коллимированном белом пучке (см.рис.3.3). В этом случае область применимости - как и в методе Ланга.



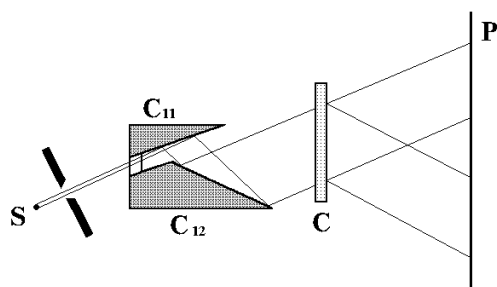
на фотопластинке в виде светлых областей.

г) - по методу Бормана [1-3]. Метод основан на эффекте Бормана (см. аномальное прохождение), который заключается в уменьшении на два порядка коэффициента поглощения для волны, попавшей в точное брегговское положение в высокосовершенном монокристалле. Все остальное излучение поглощается. Для пучков, прошедших вблизи дефектов, поглощение частично восстанавливается, что приводит к появлению изображений этих дефектов



основном полупроводников. Примеры топограмм см. на рис.3-6.

д) - по методу Ланга [5]. Используется микрофокусный источник; падающий на кристалл пучок коллимируется щелью так, чтобы условие Брегга выполнялось для характеристического излучения K_{α_1} и не выполнялось для K_{α_2} . Для получения изображения дефектов, расположенных по всей площади монокристалла, его и фотопластинку синхронно сканируют со скоростью нескольких мм/мин. Применяется для наблюдения дефектов в высокосовершенных монокристаллах, в



повышения стабильности рентгенооптической схемы кристаллы C_1 и C_2 вырезают из одного монокристалла, сохраняя между ними тонкую перемычку. Эту перемычку слегка изгибают (на несколько угловых секунд) для компенсации преломления рентгеновской волны на кристалле C_1 . Кристалл C удерживает в течение съемки (десятки часов) на склоне брегговского пика отражения (на склоне кривой качания) при помощи системы стабилизации, следящей за уровнем интенсивности дифрагированного пучка. Применяется для наблюдения дефектов с особо слабыми полями искажений, не выявляющимися при помощи метода Ланга - так называемых микродефектов (кластеров, дислокационных микропетель размером 1мкм и т.д.).

е) - по методу плоскостной топографии. Схема является развитием метода двухкристалльной топографии, предложенного в [6-8]. Источник и коллимирующая щель - как в методе Ланга. Отражение пучка от кристаллов C_1 и C_2 используется для получения высоко коллимированной волны (с расходимостью 0,1-0,01 угловой секунды) с широким фронтом, которая используется для освещения исследуемого кристалла C . Для

3.2.2. КЛАССИФИКАЦИЯ ТИПОВ КОНТРАСТА

Процесс дифракции рентгеновской волны в искаженном дефектами кристалле рассматривается в различных приближениях кинематической и динамической теорий рассеяния рентгеновских лучей. В обоих случаях влияние искажений решетки на дифракцию описывается параметром локального отклонения отражающих плоскостей решетки от точного брегговского положения $\text{ctg}\theta \cdot \frac{\delta d}{d} + \delta\theta$, где θ - угол Брегга, первое слагаемое учитывает локальное изменение δd межплоскостного рассеяния d для отражающих атомных плоскостей, а второе - локальный угол поворота решетки $\delta\varphi$. Интенсивность дифрагированного и прошедшего пучков на поверхности выхода из кристалла определяются значениями этого параметра в объеме кристалла, где происходит дифракция рентгеновских волн. Таким образом, распределение

интенсивности этих пучков отображает отклонения строения кристаллической решетки от идеального и является в определенном смысле изображением полей искажений решетки, создаваемых дефектами, на топограмме. Различают три типа механизмов формирования контраста на рентгеновских топограммах: адсорбционный, ориентационный и экстинкционный. Адсорбционный контраст возникает благодаря различиям в коэффициентах поглощения различных участков образца. Ориентационный контраст определяется степенью соответствия локальной ориентировки образца условиям, при которых в заданном спектральном интервале часть падающего на образец излучения может отразиться в соответствии с законом Брегга. Изменение отраженной интенсивности от одной точки образца к другой характеризует величину разориентировок кристаллической решетки. Повышение чувствительности при ориентационном контрасте может быть достигнуто путем улучшения коллимации пучка характеристического рентгеновского излучения, или в результате его монохроматизации. Контраст, обусловленный локальными изменениями степени совершенства кристалла, обычно называют экстинкционным контрастом. Коэффициент отражения используемой кристаллографической плоскости, а следовательно и интенсивность дифракции, может находиться в интервале между двумя предельными случаями, соответствующими "идеально совершенному" и "идеально несовершенному" кристаллам [9,10].

В рентгеновской топографии важными параметрами эксперимента являются диапазон длин волн рентгеновского излучения $\delta\lambda$, степень коллимации падающего пучка $\delta\alpha$ и отношение расстояния L от источника излучения до образца к расстоянию l от образца до поверхности фоторегистрирующего слоя. Сказанное можно продемонстрировать на следующем примере [10]. Предположим, что образец, показанный на рис.3.3, состоит из трех частей: достаточно совершенной матрицы C и двух островков A и B , причем отражающая способность островка A больше отражающей способности матрицы $R_A > R_C$, островок B имеет одинаковую отражающую способность с матрицей $R_B = R_C$. Предположим также, что единичные вектора, перпендикулярные к выбранной системе отражающих плоскостей, будут n_A, n_B, n_C и островок A имеет одинаковую ориентацию с матрицей $(n_A \wedge n_C) = 0$, а островок B разориентирован на угол α по отношению к матрице $(n_B \wedge n_C) = \alpha$.

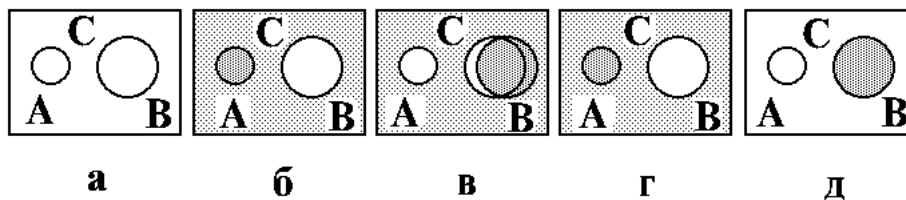


Рис.3.3.Схематическое изображение поверхности образца -а); и характерные топограммы: -б),-в) в полихроматическом свете; -г),-д) в монохроматическом свете.

Рассмотрим топограммы, получаемые от такого гипотетического образца. Топограммы могут сниматься на просвет, если образец имеет небольшую толщину и достаточно прозрачен (в этом случае они носят название трансмиссионных), или на отражение.

Допустим, что используется полихроматическое излучение, то есть $\delta\lambda > 0$ и фотографическая пленка располагается в непосредственной близости от

образца. В этом случае можно полагать, что условия Брегговского отражения будут выполняться для всего образца, а островок A будет выделяться большим контрастом за счет большей отражающей способности, островок B при этом виден не будет. Однако, если изменять расстояние между образцом и фотопластинкой, контраст от области B станет заметен из-за того, что угол дифракции для этой области отличается от угла дифракции для матрицы C , и, следовательно, изображение участка B будет смещаться на топограмме при изменении расстояния l . Таким образом, в рассмотренном примере островок A представляет экстинкционный контраст, а островок B соответственно - ориентационный.

Теперь предположим, что используется характеристическое излучение, т.е. $\delta\lambda \approx 0$. Приведем матрицу C в отражающее положение для падающей длины волны. Наряду с матрицей в отражающем положении окажется и область A , однако область B в отличие от примера, рассмотренного выше, уже не будет удовлетворять условию Брегга. Следовательно, участок образца A будет иметь как и прежде повышенный контраст, в то время как участок B - пониженный, так как отражение от него отсутствует. Соответствующими поворотами можно вывести его в отражающее положение, но отражение от матрицы C и островка A при этом исчезнет, поэтому контраст будет иметь только островок B . Очевидно, что характер контраста в приведенном примере не зависит от расстояния l .

На рентгеновских топограммах в зависимости от применяемого метода съемки видны границы блоков, единичные дислокации, включения, дефекты упаковки, магнитные домены (за счет магнитострикции), неоднородности распределения примеси, границы окисных пленок на поверхностях кристаллов и изделий из них, а также упругие поля, вызванные внешними воздействиями - такими, например, как термоградиент или ультразвук и т.п. Анализ дифракционного контраста (распределения интенсивности) изображений дефектов проводится на основе динамической теории рассеяния рентгеновских лучей (см. например обзоры [9,11]) и позволяет определять некоторые их качественные характеристики (знак избыточного объема включений, направление вектора Бюргерса дислокаций), а в отдельных случаях - и количественные характеристики (величину градиента деформации, величину вектора Бюргерса дислокаций и пр.).

Для исследования кристаллов с малой плотностью дефектов в последние годы наиболее часто используется метод Ланга и его модификации. В случае дислокаций, например, известно, что они создают 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 перпендикулярен отражающей плоскости. В этом случае будет выполняться условие когда скалярное произведение вектора Бюргерса на вектор дифракции равен 1, т.е. $(\mathbf{gb}) = 1$. При отражении от плоскостей в которых вектор Бюргерса лежит контраст будет минимален, т.е. $(\mathbf{gb}) = 0$. Это и есть главное и чрезвычайно простое правило позволяющее по погасанию (исчезновению) контраста дефектов в каких-то отражениях определять тип искажений. Правило

это носит общий характер и применимо практически ко всем топографическим методам.

Как правило, в РДМ используется только такой случай дифракции, когда для каждого пучка условие Брегга выполняется только для одной системы отражающих плоскостей и возникает только один дифрагированный пучок (двухволновая дифракция). Плоскость, в которой лежат падающий и дифрагированный пучки, называют плоскостью рассеяния. В соответствии с формулой Брегга расходимость дифрагированного пучка $\delta\theta_d$ в плоскости рассеяния связана с его спектральной шириной $\delta\lambda_d$ соотношением:

$$\delta\theta_d = \operatorname{tg} \theta \cdot \frac{\delta\lambda_d}{\lambda_d} \quad (3.1)$$

В случае, когда расходимость падающего на кристалл пучка велика, т.е.

$$\delta\theta_i > \operatorname{tg} \theta \cdot \frac{\delta\lambda_i}{\lambda} \quad (3.2)$$

(здесь $\delta\lambda_i$ - спектральная ширина падающего на кристалл пучка), расходимость дифрагированного пучка $\delta\theta_d$ лимитируется спектральной шириной падающего на кристалл излучения в соответствии с соотношением (3.1). Обычно этот случай реализуется при съемке в монохроматическом (например характеристическом) излучении.

Расходимость падающей волны определяется как $\delta\theta_i = \delta x / L$, где δx - размер источника в плоскости рассеяния, L - расстояние от источника до кристалла. Например, при съемке в "белом" излучении и при использовании микрофокусного источника часто выполняется противоположное соотношение

$$\delta\theta_i < \operatorname{tg} \theta \cdot \frac{\delta\lambda_i}{\lambda}. \text{ В этом случае расходимость дифрагированного пучка } \delta\theta_d \text{ равна}$$

расходимости падающей волны $\delta\theta_i$, а его спектральная ширина $\delta\lambda_d$ дается соотношением (3.1). Пространственное разрешение на топограмме в плоскости рассеяния определяется одновременным действием двух факторов: геометрическим и дифракционным уширениями. Геометрическое уширение равно $\delta x = \delta\theta_d \cdot l$, где l - расстояние от кристалла до фотопластинки, $\delta\theta_d$ определяется либо монохроматичностью, либо расходимостью падающего пучка в случаях (2) и (3) соответственно.

Дифракционное уширение описывается динамической теорией рассеяния рентгеновских лучей и может быть оценено как $\Lambda \cdot \operatorname{ctg} \theta$, где $\Lambda = \frac{\lambda \cdot \cos \theta}{C \cdot \chi_{hkl}}$ -

экстинкционная длина, χ_{hkl} - фурье-компонента поляризуемости кристалла, соответствующая атомным плоскостям с индексами Миллера (hkl), коэффициент $C = \cos 2\theta$ или 1 для поляризации в плоскости рассеяния (π -поляризация) и перпендикулярной ей (σ -поляризация). Разрешение в направлении, перпендикулярном плоскости рассеяния, определяется

геометрическим уширением: $\delta y_g = \delta y \cdot \frac{l}{L}$. Разрешение лимитируется также

разрешающей способностью фотопластинок, которая не превышает обычно 300-500 линий/мм. Суммарное действие всех факторов на практике позволяет

получать на рентгеновских топограммах изображение с разрешением $\sim 3.5 \div 5.0 \mu\text{м}$.

3.2.3. ПРИМЕРЫ ПРИМЕНЕНИЯ РЕНТГЕНОВСКИХ ТОПОГРАФИЧЕСКИХ МЕТОДОВ

На рисунках 3.3-3.8 приведены примеры рентгеновских топограмм полученных различными методами РДМ с изображением некоторых дефектов кристаллической решетки. Следует подчеркнуть, что если геометрическое уширение может быть сколь угодно уменьшено путем оптимизации схемы съемки, то дифракционное уширение обуславливает принципиальный предел разрешения РДМ. Все методы РДМ дают изображение в масштабе, равном или близком к $1:1$, увеличение получается только оптическими методами. Методы РДМ применимы для исследования кристаллов с относительно низкой плотностью дефектов: эта плотность зависит от применяемой схемы и лимитируется разрешением; например, для съемки по методу Ланга плотность дислокаций не должна превышать $10^4 \div 10^5 \text{ см}^{-2}$. Преимущество РДМ перед обычной оптической микроскопией заключается как в возможности изучать структуру непрозрачных для видимого света кристаллов, так и в высокой чувствительности, позволяющей регистрировать относительные изменения параметра решетки до 10^{-6} и углы поворота решетки $0,1 \text{ усл.сек}$. РДМ существенно уступает просвечивающей электронной микроскопии в разрешении, но является неразрушающим методом исследования и контроля, и применим для изучения структуры относительно толстых (толщиной от $\sim 1 \text{ мм}$ в методе Ланга до нескольких см в методе Бормана) кристаллов, что позволяет избежать изменения структуры кристалла в процессе приготовления тонкого электронно-микроскопического образца. Основная область применения РДМ - исследование и контроль качества высокосовершенных монокристаллов полупроводников и изделий из них.

Основные недостатки РДМ - относительно низкое разрешение и большая продолжительность съемки - от нескольких часов до десятков часов. В последнее время для сокращения съемки применяются мощные источники рентгеновского излучения - аппараты с вращающимся анодом и синхротроны, а для регистрации - системы визуализации рентгеновского изображения, в частности, рентгенооптические преобразователи-усилители яркости и рентгенотелевизионные системы, позволяющие проводить наблюдения в режиме реального времени [12-14].

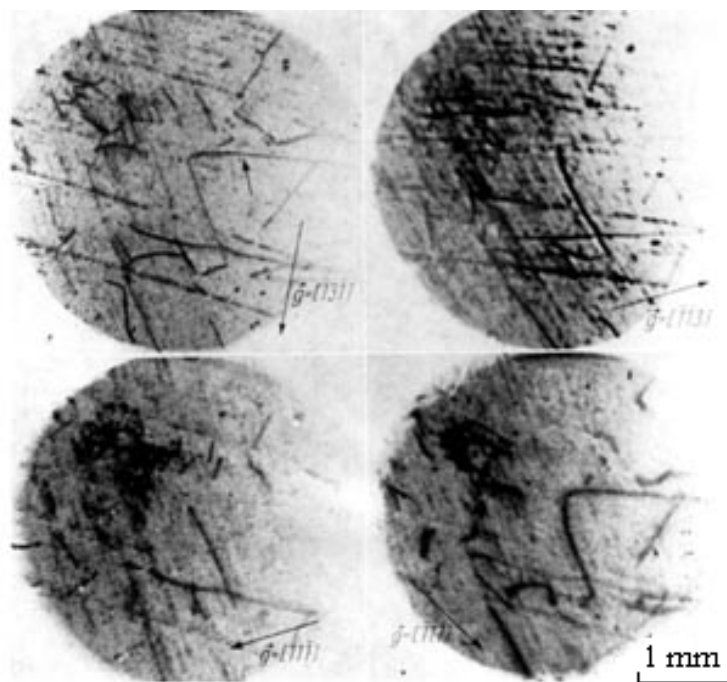


Рис.3.4. Фрагменты синхротронограммы монокристалла кремния. Толщина кристалла 35мм, энергия электронов 7,2эВ, ток в кольце 7ма, время экспозиции 40сек.

Применение в рентгеновской топографии таких мощных рентгеновских источников, как, например RU-1000 (фирма Rigaku Denky) с анодным током трубки 1000мА, сокращает время экспозиции по крайней мере на два порядка. В настоящее время изучаются возможности создания рентгеновских источников излучения с током трубки до нескольких ампер.

Используя синхротроны, можно еще более увеличить плотность потока рентгеновского излучения. Спектр синхротронного излучения непрерывный, длина волны в максимуме спектрального распределения определяется энергией электронов и радиусом орбиты. Синхротронное излучение имеет ряд особенностей, важнейшими из которых являются полная поляризация излучения в плоскости электронной орбиты и очень малая расходимость пучка рентгеновских лучей (от долей угловой секунды до нескольких секунд в зависимости от параметров ускорителя). непрерывность спектра, большое поперечное сечение пучка и малая расходимость позволяют проводить на синхротроне уникальные исследования структурного совершенства кристаллов, в частности получать своеобразные лауэграммы, каждое пятно которых является топограммой кристалла[15,16]. Таким образом можно получить целый набор топограмм, соответствующих различным длинам волн, отраженным от плоскостей с различными индексами. На рис.3.4.представлены четыре таких топограммы, на которых хорошо видны ростовые дислокации [16]. Одновременно наблюдается более 15 сильных отражений. Время экспозиции для получения всех топограмм одновременно составляет 40сек, в время как для получения одной такой топограммы на рентгеновском аппарате (40кV,15мА) необходимо около 30часов. Анализ топограмм, полученных с помощью синхротрона, позволяет достаточно полно описать реальную структуру кристалла.

На рис.3.5. показана топограмма монокристалла кремния полученная методом Ланга [5]. На топограмме хорошо видна дислокационная спираль - источник Франка-Рида, отдельные дислокации и дислокационные скопления. Так как толщина образца уменьшается от его середины к краям на топограмме вдоль краев кристалла видны экстинкционные контуры называемые в оптике полосами равной толщины. Для определения характера искажений и типа дефектов в кристалле необходимо получить несколько таких топограмм отражением от различных кристаллографических плоскостей. Анализ контраста дефектов на полученных топограммах позволяет понять характер искажений кристаллической решетки.

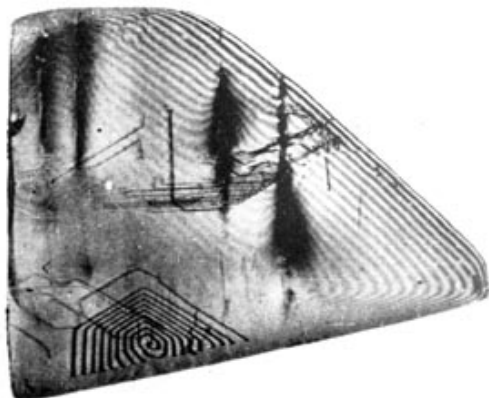


Рис.3.5. Топограмма монокристалла Si, полученная методом Ланга [5]. Тонкие черные линии, в том числе спираль - единичные дислокации, широкие темные участки - скопления дислокаций; параллельные полосы вдоль краев кристалла - экстинкционные контуры или полосы равной толщины.

На рис.3.6.приведены топограммы снятые по методу Бомана с кристалла кремния. Кристалл имел вид призмы ($2.5 \times 2.5 \times 25$ мм) с гранями параллельными плоскостям (001) , (011) , (101) . Топограммы сняты на просвет с двух взаимно перпендикулярных граней кристалла. На первой топограмме (а) видны тонкие вертикальные черные линии. Это изображения ростовых дислокаций. Горизонтальные полосы являются изображением слоёв с неоднородно распределенной примесью, которые возникают в процессе роста кристалла из-за колебаний концентрации примеси в расплаве за фронтом кристаллизации (так называемые полосы роста). На другой топограмме (б) - освещенная поверхность имеет индексы (001) видны изображения тех же дислокаций, что и на предыдущем рисунке, но ориентированных вдоль распространения пучка [19]. Анализ полученного изображения наряду с определением типа дефектов (анализ контраста многолепестковых розеток) позволяет реконструировать пространственное расположение дефектов в объёме кристалла.

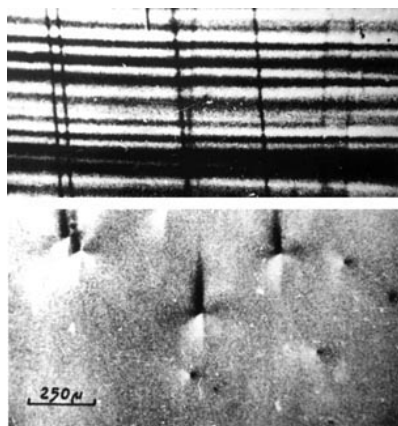


Рис.3.6.Топограммы, снятые по методу Бормана на одном и том же кристалле Si в двух взаимно перпендикулярных направлениях: отражение (220) ; излучение $\text{CuK}_{\alpha 1}$; время экспозиции 5 часов; а)-освещенная поверхность (110) ; тонкие вертикальные черные линии -изображение ростовых дислокаций; горизонтальные полосы - слои с неоднородно распределенной примесью, возникающей из-за колебаний концентрации примеси в расплаве за фронтом кристаллизации (так называемые полосы роста); б)-освещенная поверхность $-(001)$; изображения тех же дислокаций, что и на предыдущем рисунке, но ориентированных вдоль

распространения пучка [19].



Рис.3.7. Изображение магнитных доменов на рентгеновской топограмме (метод Ланга) монокристалла железо-иттриевого граната [20]. Толщина кристалла - 180мкм, излучение $AgK\alpha$, отражение (800), время экспозиции - 60час.

В последнее время топографические методы стали широко применяться для исследований доменной структуры ферромагнетиков и сегнетоэлектриков. На рис.3.6.показана топограмма (метод Бормана) монокристалла железо-иттриевого граната, где

хорошо видна доменная структура и ростовые дефекты в виде включений другой фазы и дислокаций. Анализ таких изображений позволяет выяснить степень и характер влияния упругих полей микронапряжений, связанных с дефектами роста, на доменную структуру кристалла.

Методами рентгеновской топографии можно изучать не только монокристаллы, но и изделия из них на различных стадиях технологического процесса. Так на рис.3.8.представлена топограмма пластины монокристаллического кремния с нанесенным рисунком будущей микросхемы. Наряду с ростовыми дислокациями (короткие косые линии) можно выявить и микродеформации на границах разных материалов, наблюдаемые в виде контраста на элементах микросхемы.

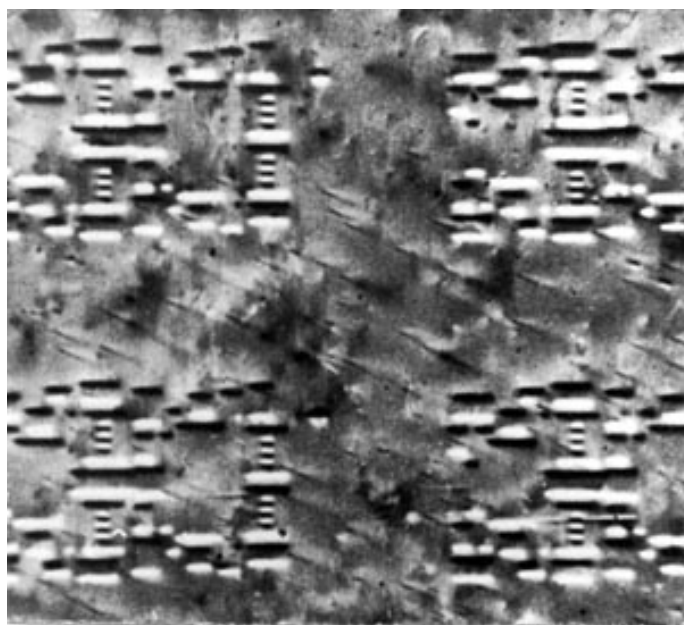


Рис.3.8. Топограмма фрагмента интегральной микросхемы, изготовленной из монокристалла кремния. На фотографии наряду с элементами топологии схемы хорошо видны ростовые дислокации.

3.3. РЕНТГЕНОВСКИЙ ДИФРАКЦИОННЫЙ КОНТРАСТ ДЕФЕКТОВ

Методы рентгеновской дифракционной микроскопии в настоящее время широко используются для исследования реальной структуры кристаллов как в практике исследовательских лабораторий, так и на производстве (в основном на предприятиях электронной промышленности). Сейчас уже не вызывает сомнений, что эти методы в принципе позволяют определять не только тип, геометрию пространственного расположения дефектов, но и характер упругого поля искажений решетки. Однако, за очень редкими исключениями эта важная информация практически не может быть прочитана с рентгеновских топограмм из-за отсутствия достаточно эффективных методов анализа изображения [9,11].

В последние 10-15 лет благодаря прогрессу в изучении рассеяния рентгеновских лучей на дефектах кристаллической решетки достигнуты значительные успехи в понимании формирования изображения. Если до недавнего времени работы по исследованию реальной структуры кристаллов рентгеновскими топографическими методами носили в основном качественный характер, то сейчас все чаще появляются публикации, в которых делается попытка количественного исследования упругого поля дефектов на основе изучения особенностей тонкой структуры изображения.

Сложность этой проблемы связана с тем, что длина волны рентгеновского излучения соизмерима с величиной параметра решетки ($\lambda \sim d$) в отличие от оптики видимого света, где $\lambda \gg d$, и электронной микроскопии, где $\lambda \ll d$. Это приводит к большим углам дифракции ($2d \cdot \sin \theta = \lambda$), в результате в формировании каждой детали рентгеновского изображения принимают участие области кристалла, протяженные не только в направлении просвечивания, но и в перпендикулярном направлении (треугольник рассеяния). Поэтому каждой точке на входной поверхности кристалла соответствует полоска, длиной порядка толщины образца на выходной его поверхности. Изображения соседних точек, как правило, перекрываются. Отсюда следует, что в рентгеновской дифракционной микроскопии невозможно использовать широко применяемый для решения дифракционных задач в электронной микроскопии метод колонкового приближения. Изображение дефектов, получаемые в методах рентгеновской микроскопии, значительно сложнее и многообразнее по сравнению с электронно-микроскопическими.

Рассеяние рентгеновских лучей на дефектах решетки и формирование дифракционного изображения в области не очень резких изменений упругого поля достаточно хорошо описывается уравнениями Такаги. Зная вид функции, описывающей локальные разориентации отражающих плоскостей вблизи дефекта, можно рассчитать на ЭВМ волновое поле внутри кристалла и построить дифракционное изображение дефекта [22-28]. Обратная задача в общем виде, как правило, решена быть не может. Поэтому понимание механизмов, формирующих дифракционное изображение, обычно облегчает расшифровку и анализ наблюдаемого контраста на рентгеновских топограммах. Однако, несмотря на то, что к настоящему времени в рентгеновской топографии накоплен богатый экспериментальный и теоретический материал, в литературе практически отсутствуют работы, в которых была бы проанализирована роль различных дифракционных механизмов в формировании рентгеновского

изображения дефектов. Исключение здесь составляют лишь работы А.Отъе [9,29,30,57-59]. Поэтому ниже рассмотрены с единой точки зрения различные типы контраста, и показано, какие дифракционные механизмы являются определяющими в образовании дифракционного изображения дефектов в каждом конкретном случае. Наиболее распространенными типами дефектов являются дислокации, дефекты упаковки, межзеренные границы, точечные и квазипочечные дефекты. В последующих разделах на примере контраста дислокаций показана роль различных дифракционных эффектов в формировании изображения.

3.3.1. ПРИРОДА ДИФРАКЦИОННОГО ИЗОБРАЖЕНИЯ ДИСЛОКАЦИЙ

В двухволновом случае рентгеновское волновое поле в кристалле является суперпозицией двух типов блоховских волн, имеющих существенно различные коэффициенты поглощения. Поэтому изображение дислокаций будет зависеть от того, оба ли типа блоховских волн участвуют в формировании изображения и, следовательно, от толщины кристалла. Различают два крайних случая: случай тонкого кристалла ($\mu t \leq 1$), когда контраст обусловлен интерференцией двух типов блоховских волн, и случай толстого кристалла ($\mu t \gg 1$), когда контраст определяется эффектами аномального прохождения рентгеновских лучей.

Первые систематические представления о формировании изображения дислокаций на рентгеновских топограммах были даны А.Отъе [9,10,29,30]. Следуя его классификации, изображение дислокаций состоит из трех частей: "прямого" или "кинематического" изображения, которое формируется в сильно искаженной области дислокационного упругого поля за счет того, что падающий пучок имеет конечную расходимость и определенный спектральный интервал; "динамического" изображения, возникающего в результате перераспределения волнового поля в треугольнике Бормана и проявляющегося в виде светлой тени на топограмме; и, наконец, "промежуточного" изображения, являющегося результатом интерференции волнового поля, распространяющегося в треугольнике Бормана, с новыми волновыми полями, рождающимися в сильно искаженной области вблизи дислокации.

Экспериментальные и теоретические исследования последних лет показали, что эти простые принципы, положенные А.Отъе в основу дислокационного контраста, в основном правильны, однако реальная картина формирования дифракционного контраста значительно сложнее [11,31-40].

Явления, происходящие при рассеянии рентгеновского излучения на упругом поле дефекта, существенным образом зависят от величины градиентов деформации решетки локальным полем дефекта. Вдали от дислокации, где упругое поле меняется медленно, рентгеновское волновое поле успевает приспособиться к изменениям решетки, и основным механизмом, формирующим дислокационное изображение, в этом случае будет смещение траекторий блоховских волн, изменения фаз и их интерференция. Поэтому этот тип изображения можно назвать экстинкционным или фазовым. С ростом поглощения в кристалле остается только один тип блоховских волн, и контраст в этом случае будет определяться абсорбционными и амплитудными

эффектами. Механизм абсорбционного контраста достаточно прост. Этот тип контраста возникает за счет разницы коэффициентов поглощения для аномально проходящей блоховской волны в областях решетки с разной степенью искажений. Поэтому яркость контраста будет зависеть от разницы в коэффициентах поглощения и толщины кристалла. Амплитудный контраст связан со смещением траекторий волн и изменением их наклона вблизи поверхности и определяется условиями разложения плоских волн на блоховские на входной и блоховских волн на плоские на выходной поверхности кристалла.

По мере приближения к ядру дислокации сильно возрастает градиент деформаций решетки, и на расстояниях $r < \Lambda$ (Λ - экстинкционная длина) определяющим становится фазовый сдвиг, приобретаемый блоховской волной при рассеянии. Поэтому в этой области решающую роль начинают играть явления межзонного рассеяния, и контраст будет определяться интерференцией "нового" и "старого" волновых полей. Причем в ряде случаев сильного поглощения возникновение контраста обусловлено перекачкой энергии из слабо поглощающейся волны в сильно поглощающуюся.

Из сказанного выше ясно, что по характеру интерференционных эффектов, возникающих в упругом поле дислокаций, его условно можно разбить на две области: область дальнего поля, где градиенты деформаций невелики и волновое поле успевает подстраиваться под изменения решетки, и область ближнего поля, где характер деформаций уже несущественен, а основную роль играют сдвиги фаз блоховских волн [11, 40-42].

3.3.2. ДИФРАКЦИОННЫЙ КОНТРАСТ, ФОРМИРУЕМЫЙ В ДАЛЬНОМ ПОЛЕ ДИСЛОКАЦИЙ

Фазово-экстинкционный контраст. Рассмотрим случай, когда упругое поле искажений решетки, связанное с дислокацией, меняется достаточно плавно на расстояниях порядка экстинкционной длины и волновое поле успевает подстраиваться под изменения кристаллической решетки. В этом случае рентгеновское волновое поле в кристалле можно описывать на языке геометрической оптики, то есть на языке траекторий и фаз блоховских волн [40-48]. Упругое поле дислокации приводит к смещению и искривлению траекторий блоховских волн в треугольнике Бормана. На рис.3.9 показан характер траекторий для двух типов волн. Вблизи дислокаций траектории приобретают S-образную форму, причем в каждую точку на выходной поверхности кристалла по двум различным траекториям приходят блоховские волны двух типов.

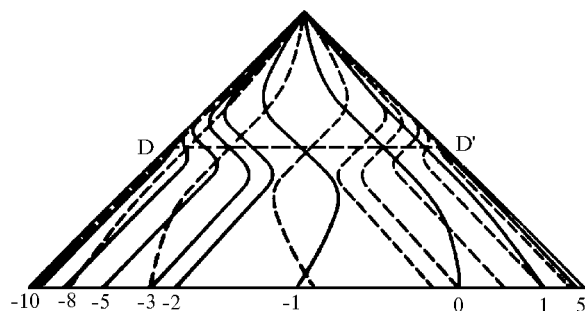


Рис.3.9. Два семейства блоховских траекторий внутри треугольника Бормана. Цифрами обозначены величины обобщенных импульсов. DD' - след дислокации. Сечение проведено на расстоянии 0.5Λ от оси дислокации.

Очевидно, что интерференционная картина, формируемая на выходной поверхности, определяется разностью фаз, которую приобретают

лучи, соответствующие блоховским волнам разных типов в упругом поле дислокации. Ситуация здесь напоминает обычный оптический интерферометр с той лишь разницей, что разделение лучей и их последующая интерференция происходят в одном и том же кристалле. Поэтому методы, основанные на анализе экстинкционных полос, получили название метода однокристалльного интерферометра.

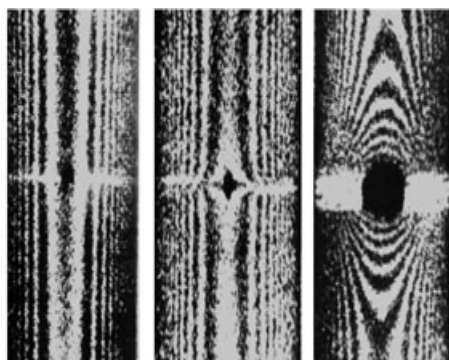


Рис.3.10. Секционные топограммы с изображением винтовых дислокаций. Вектор отражения (202). Ось дислокаций [101] параллельна вектору отражения. Излучение $\text{MoK}\alpha$, $\mu t = 0,5$ а) $-(gb) = 2$; б) $-(gb) = 28$ [41].

На рис.3.10 приведены две секционные топограммы с изображениями дислокаций с двумя различными значениями мощностей поля смещений. Для простоты рассмотрим случай, когда ось дислокации параллельна вектору отражения (так называемое особое положение дислокации). В этом случае поле эффективных разориентаций имеет достаточно простой вид:

$$\beta(x, y) = \frac{(gb)}{2\pi} \cdot \frac{\Lambda y}{y^2 + z^2}, \quad (3.3)$$

здесь $\mathbf{g}$ - вектор дифракции, $\mathbf{b}$ - вектор Бюргерса. Анализ топограмм на рис.3.10 показывает, что с ростом мощности поля смещений существенно меняется характер интерференционных полос. Если при малых значениях (gb) происходит только смещение интерференционных полос вблизи дислокации, то дальнейший рост поля приводит к появлению новых интерференционных полос.

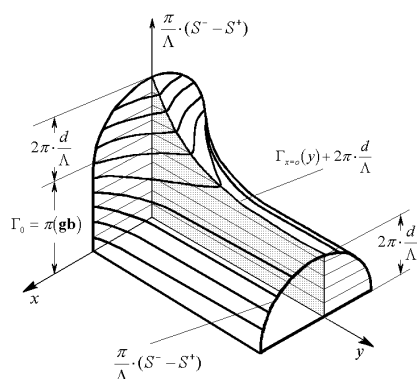


Рис.3.11. Общий вид поверхности полной разности фаз $\frac{\pi}{\Lambda} \cdot (\mathbf{s}^- - \mathbf{s}^+)$. Осевое сечение $x=0$ заштриховано. Горизонтальные линии, соответствующие экстинкционным полосам, проведены через равные значения разности фаз.

Характер наблюдаемой интерференционной картины становится понятен из анализа вида разности фаз блоховских волн, которую они приобретают в упругом поле дислокации. На

рис.3.11 приведен общий вид полной поверхности разности фаз $\frac{\pi}{\Lambda} \cdot (\mathbf{s}^- - \mathbf{s}^+)$.

Осевое сечение $x=0$ заштриховано. Горизонтальные линии соответствуют экстинкционным полосам, проведенным через равные значения разности фаз. Вдали от дислокации, где кристалл практически идеальный, разность фаз для двух типов блоховских волн определяется выражением

$$\Phi_0(x) = \frac{2\pi}{\Lambda} \cdot \sqrt{d^2 - x^2 \operatorname{ctg}^2 \theta}, \quad (3.4)$$

здесь d -толщина кристалла. По мере приближения к оси дислокации упругое поле будет приводить к смещению траекторий и появлению дополнительной разности фаз, причем на оси дислокации эта дополнительная разность фаз максимальна и равна $\pi(\mathbf{gb})$, а полная разность фаз

$$\Phi(x_0) = \Phi(x_\infty) + \pi(\mathbf{gb}) \quad (3.5)$$

Здесь индексы 0 и ∞ соответствуют значениям $y=0$ и $y \rightarrow \infty$. Сечение этой поверхности плоскостями, параллельными плоскости (x,y) , дают линии разных фаз, соответствующие форме экстинкционных полос на секционных топограммах. Анализ экспериментально измеренных значений разности фаз по секционным топограммам и сопоставление их с расчетом показало [42,43], что приведенная выше модель хорошо количественно описывает характер наблюдаемой интерференционной картины. Это в свою очередь позволило разработать методы количественного анализа секционных топограмм, дающие возможность определять величину и знак вектора Бюргерса дислокаций с высокой точностью.

В заключение этого раздела следует отметить, что впервые экстинкционный контраст был исследован Като [36-38] для случая изображения края окисной пленки на поверхности монокристаллов кремния.

Роль амплитудных эффектов в образовании дифракционного изображения дислокаций. Перейдем теперь к другому крайнему случаю, когда в образовании изображения принимает участие лишь одна аномально проходящая блоховская волна. Другая волна при этом практически полностью отсутствует из-за большого поглощения. Рассмотрим вначале тот же случай, что и в предыдущем разделе, когда ось дислокации параллельна вектору отражения и поверхностям входа и выхода кристалла. Как было показано выше, лучи, соответствующие разным листам дисперсионной поверхности, отклоняются в разные стороны к краям треугольника Бормана (см.рис.3.8), причем изменение знака функции $\beta(\mathbf{r})$ приводит к соответствующей замене типа лучей. Если кристалл толстый и выживает лишь один тип блоховских волн, возникает характерная асимметрия изображения относительно оси дислокации. На рис.3.12 показана секционная топограмма, рассчитанная на ЭВМ для этого случая. Эта асимметрия хорошо наблюдается на секционных топограммах даже в случае не очень толстых кристаллов и может быть использована для определения знака вектора Бюргерса.



Рис.3.12. Рассчитанная на ЭВМ секционная топограмма с изображением винтовой дислокации, параллельной вектору отражения. $\mu t=10$ [62].

Наряду с отклонением блоховских траекторий возможны и более сложные ситуации, когда происходит концентрация блоховских волн одного типа в определенных участках дислокационного поля. В качестве примера рассмотрим очень распространенный случай, когда ось дислокации перпендикулярна входной и выходной поверхностям кристалла. Экспериментально этот тип контраста был исследован в работах [17-19] и получил теоретическое объяснение в [11,40]. На рис.3.13 показан вид поля локальных разориентаций и соответствующая рентгеновская топограмма. Изображение имеет вид многолепестковой розетки, в общем повторяющей характер розетки локальных разориентаций. Следует, однако, отметить, что рентгеновское изображение имеет более сложную структуру.

Механизм образования такого контраста так же, как и в предыдущих случаях, может быть понят в рамках геометрической оптики. Согласно [45,51] области упругого поля дислокации с различными знаками кривизны функции локальных разориентаций по-разному отклоняют блоховские волны первого и второго типа.

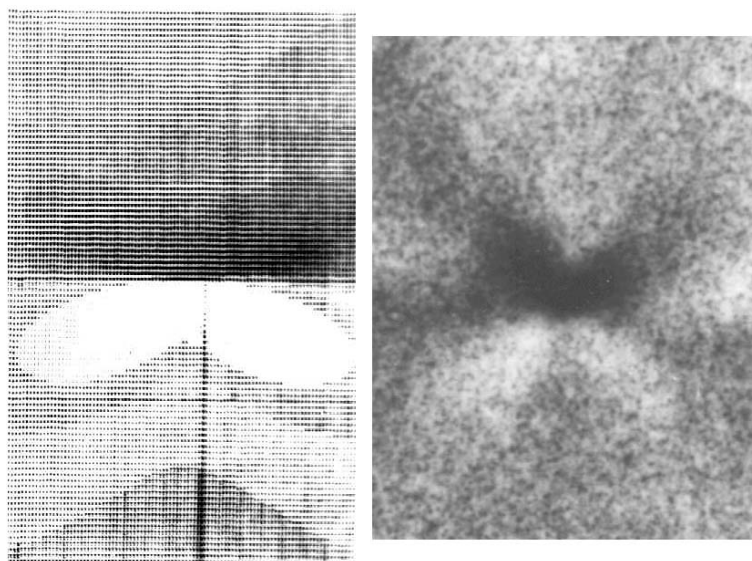


Рис.3.13. а) - Вид поля локальных разориентаций для случая краевой дислокации, ось которой перпендикулярна входной поверхности кристалла. Вектор отражения перпендикулярен оси дислокации и расположен горизонтально; б) - Изображение краевой дислокации, перпендикулярной поверхности образца. Ось дислокации параллельна направлению $[110]$. Отражение (220) . Излучение $\text{CuK}\alpha$, $\mu t=20$ [17].

Участки с отрицательной кривизной $\beta(\mathbf{r})$ собирают аномально проходящие лучи, а нормальные рассеивают. И наоборот, области с положительной кривизной оказывают на ход лучей обратное влияние. Так как поле локальных разориентаций $\beta(\mathbf{r})$ в этом случае является плоским и не зависит от глубины в кристалле, за счет эффекта внутреннего отражения возникают своеобразные волноводы -области с пониженным значением $\beta(\mathbf{r})$ - становится волноводом для

слабо поглощающихся лучей, а область с повышенным значением $\beta(\mathbf{r})$ - волноводом для сильно поглощающихся. Если кристалл толстый, лучи нормального типа затухнут в объеме кристалла, не дойдя до выходной его поверхности, и на этом участке топограммы возникнет светлый по сравнению с фоном контраст. Аномально проходящие лучи наоборот создадут яркий контраст. Таким образом по виду розетки может быть восстановлена розетка локальных разориентаций и определен знак вектора Бюргерса.

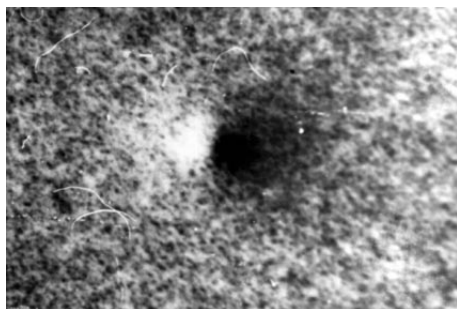


Рис.3.14. Изображение винтовой дислокации, перпендикулярной поверхности образца. Отражение (220). Излучение $\text{CuK}\alpha$, $\mu t=20$ [19].

Рассмотрим, наконец, еще один механизм образования дифракционного изображения дислокаций, характерный для случая аномального прохождения рентгеновских лучей. На рис.3.14 приведено изображение винтовой дислокации, ось которой перпендикулярна поверхности кристалла [17-19]. Ясно, что искажения отражающих плоскостей в объеме кристалла здесь отсутствуют ($\mathbf{gb}=0$) и, следовательно, наблюдаемый контраст в виде двухлепестковой розетки может быть обусловлен только релаксацией поля напряжений на поверхности кристалла. Как было показано в работах [45,51], этот тип изображения определяется разницей наклона отражающих плоскостей вблизи входной и выходной поверхности кристалла и носит название амплитудного контраста.

3.3.3. МЕХАНИЗМЫ ФОРМИРОВАНИЯ ИЗОБРАЖЕНИЯ БЛИЖНЕГО ПОЛЯ ДИСЛОКАЦИЙ

Перейдем теперь к рассмотрению процессов, которые происходят при рассеянии рентгеновского излучения в ближнем поле дислокации. Как уже отмечалось выше, в этой области не применимы понятия геометрической оптики о траекториях и фазах, становится несущественен вид упругого поля, и на первый план выступает фазовый сдвиг, приобретаемый блоховскими волнами в ближайшем поле дислокации [40,42,47,48]. В областях, где поле смещений меняется достаточно резко, будут рождаться новые волновые поля, интерференция которых со старым волновым полем приводит к возникновению новых дифракционных эффектов - фокусировке, внутреннего отражения, каналирования, перекачке энергии рентгеновских блоховских волн. Оказалось, что эти эффекты играют определяющую роль в формировании изображения ближнего поля дислокаций.

Прямое изображение дислокаций - фокальное пятно дислокационной линзы. Несколько лет назад [53-55] было обнаружено новое дифракционное явление - динамическая фокусировка рентгеновских лучей. Было показано, что плоская рентгеновская волна может быть сфокусирована при дифракции на совершенном кристалле в узкий луч, если ее определенным

образом промодулировать по амплитуде и фазе. Первоначально необходимая модуляция была осуществлена путем дифракции узкого рентгеновского пучка на кристаллической пластине определенной толщины [53], затем было установлено, что аналогичные условия возникают при прохождении блоховских волн через дефект упаковки [56-61]. В этом случае возникают две блоховские волны, соответствующие двум листам дисперсионной поверхности, причем волна с нормальным коэффициентом поглощения фокусируется в центре треугольника Бормана, в то время как аномально проходящая волна расходится по всему треугольнику Бормана. Очевидно, что аналогичный эффект должен иметь место и в ближнем поле дислокации, так как оно в первом приближении представляет собой сдвиг решетки, подобный сдвигу на дефекте.

Рассмотрим наиболее простой случай, когда ось дислокации параллельна вектору отражения. На рис.3.15 показаны схема образования прямого изображения и распределение волнового поля в плоскости рассеяния, полученные путем численного решения на ЭВМ уравнений Такаги для этого случая. На расчетной картинке хорошо видно возникновение эффекта фокусировки при пересечении волнового поля с осью дислокации. Ближнее поле в этом случае работает как одномерная линза. Соответствующие экспериментальные топограммы приведены на рис.3.9. Как и в случае дефекта упаковки, светлая тень на топограмме будет соответствовать однородному ослаблению изображения щели, а "прямое" изображение - наряду с кинематическими эффектами, фокусировке нового волнового поля [41-43].

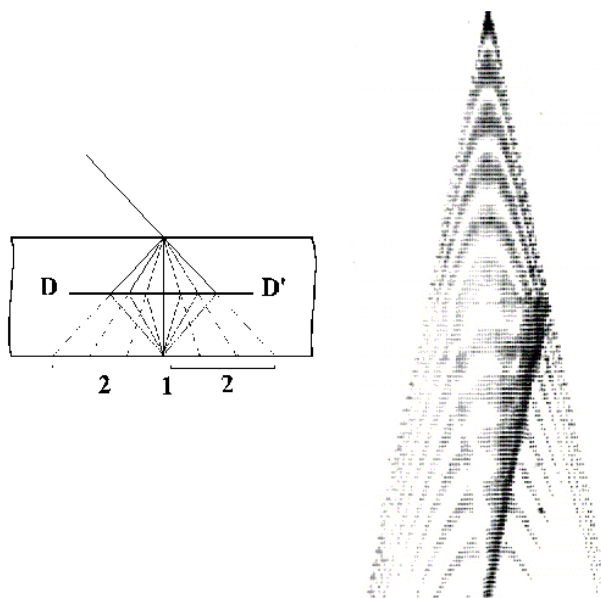


Рис.3.15. Возникновение фокусировки в ближнем поле дислокации. а)-схема образования сходящихся и расходящихся волн; б)-расчет волнового поля на ЭВМ внутри треугольника Бормана.

Если при малых значениях дифракционной мощности упругого поля дислокации "прямое" изображение, как правило, лишено какой бы то ни было внутренней структуры, то с увеличением мощности (**gb**) на экспериментальных топограммах начинает проявляться структура "прямого" изображения. На рис.3.16 приведена типичная для этого случая секционная топограмма. Изображение дислокации здесь имеет вид многолепесткового закрученного вихря, причем при изменении знака вектора дифракции или вектора Бюргерса

изменяется направление вращения вихря. В случае малого поглощения изображение состоит из двух систем вихрей, закрученных в противоположные стороны. С увеличением поглощения одна из систем довольно быстро исчезает. На рис.3.15 показаны изображения дислокаций, рассчитанные на ЭВМ для двух значений коэффициента поглощения, и соответствующее распределение волнового поля в плоскости рассеяния. Из анализа расчетных картин видно, что изображение возникает в результате отражения блоховских волн в области первичного пучка с ближним полем дислокации и последующей интерференции отраженных волн со старым волновым полем внутри треугольника Бормана.

Так как дополнительная разность фаз для траекторий, идущих вблизи направления первичного пучка, практически близка к нулю (см.рис.3.11), отраженные в этой области блоховские волны приобретают дополнительную разность фаз, пространственное распределение которой отражает характер упругого поля искажений вблизи дислокаций. Поэтому сформированное в результате интерференции отраженных и прошедших волн на выходной поверхности изображение является своеобразной голограммой на блоховских волнах. Естественно, что по такой голограмме может быть восстановлено и само упругое поле, на котором происходило рассеяние блоховских волн.

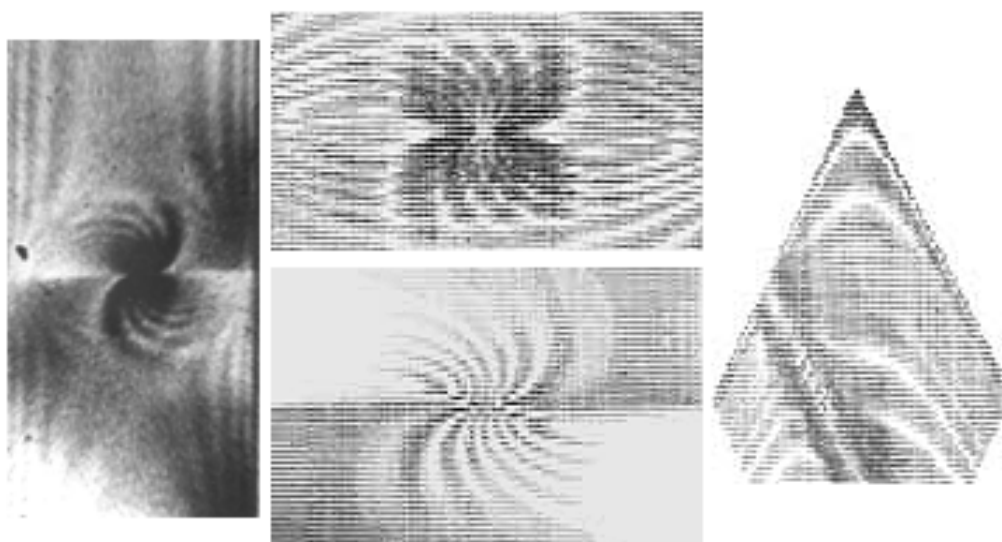


Рис.3.16. а) - Секционное изображение винтовой дислокации, ось которой параллельна вектору отражения (606). Излучение $\text{MoK}\alpha$, $\mu t=0,58$, $(\text{gb})=24$; б)- Рассчитанные на ЭВМ изображения дислокаций для случая $(\text{gb})=24$, $\mu t=0.5$; то же для $\mu t=5.0$; в) - распределение волнового поля в треугольнике Бормана вблизи дислокации.

Эффекты каналирования и внутреннего отражения блоховских волн в изображении дислокаций. Теоретическими [60,61], а затем и экспериментальными исследованиями, было установлено, что дефекты упаковки в ряде случаев могут проявлять свойства зеркала и даже волновода для рентгеновских блоховских волн. Выше уже отмечалось, что ближнее поле дислокаций в некоторых случаях проявляет себя так же, как и дефект упаковки. Естественно поэтому ожидать, что ближнее поле дислокаций может в некоторых случаях служить своеобразными зеркалами или даже волноводами для блоховских волн. В качестве примера рассмотрим случай тонкого кристалла, причем ось дислокации перпендикулярна входной поверхности кристалла и расположена на вертикальной оси треугольника Бормана. На

рис.3.17 показаны экспериментальная топограмма и соответствующий расчет волнового поля и секционной топограммы на ЭВМ. Приведенные результаты убедительно подтверждают, что ближнее поле дислокации в данном случае работает как волновод. При этом, как видно из экспериментальной топограммы, поле в соседних с дислокацией участках в плоскости рассеяния заметно ослабляется. Это указывает на то, что основная часть энергии волнового поля концентрируется в канале волновода на оси дислокации.

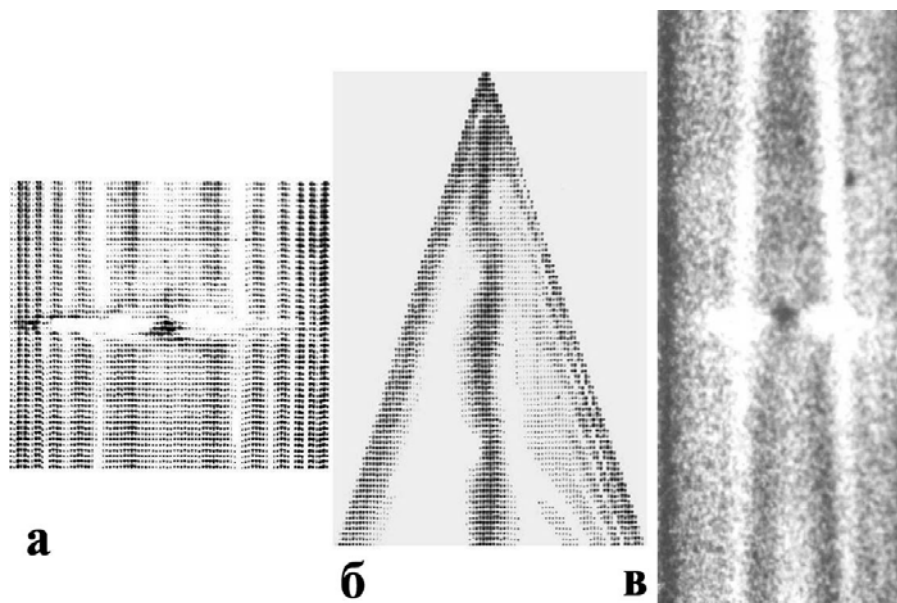


Рис.3.17. а)- Рассчитанное на ЭВМ изображение дислокации, перпендикулярной поверхности образца; б) - распределение волнового поля в плоскости рассеяния; в) - Секционное изображение 60-градусной дислокации, перпендикулярной поверхности образца. Ось дислокации $[110]$, вектор Бюргерса $[011]$, вектор дифракции $[224]$. Излучение $\text{MoK}\alpha$, $\mu\text{т}=0,5$. Дислокация расположена в середине треугольника Бормана [62].

Если ось дислокации сместить из середины треугольника Бормана, то волновое поле, распространяющееся в плоскости рассеяния, отразится от области ближнего поля дислокации и начнет интерферировать со старым полем. На рис.3.17 приведены экспериментальная топограмма и рассчитанная на ЭВМ картина волнового поля в плоскости рассеяния. В пространстве за дислокацией по ходу первичного пучка наблюдается ослабление интенсивности, связанное с тем, что часть волнового поля отражается в области ближнего поля дислокации, как в зеркале. На экспериментальной и рассчитанной картинах хорошо видны дополнительные осцилляции поля в плоскости рассеяния, вызванные отраженными экстинкционными контурами. Таким образом, рассмотренный пример показывает, что ближнее поле дислокации в данном случае является своеобразным полупрозрачным зеркалом, частично отражающим блоховские волны, распространяющиеся в треугольнике Бормана.

Рассмотрим, наконец, еще один случай, когда отражение блоховских волн определяет структуру дифракционного изображения дислокаций. Выше уже отмечалось, что бормановское изображение дислокаций, перпендикулярных поверхности кристалла, отличается от вида поля локальных разориентаций. На рентгеновском изображении дислокации на рис.3.13 наряду с основными деталями, определяемыми розеткой равных разориентаций

отражающих плоскостей, наблюдаются еще длинные узкие горизонтальные лепестки разных знаков, которые, как оказалось, формируются в результате отражения блоховских волн разного типа в области сильных искажений вблизи оси дислокаций и последующего поглощения волн нормального типа.

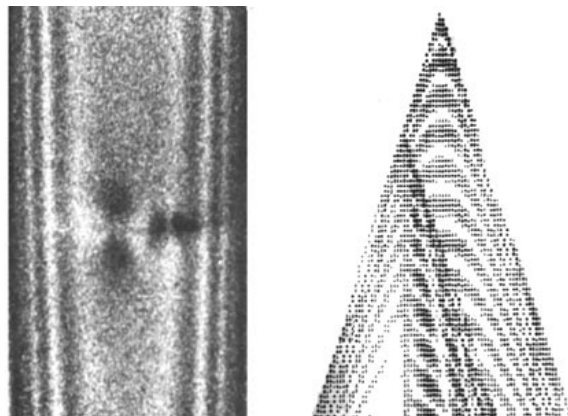


Рис.3.18. а)-Изображение 60-градусной дислокации, перпендикулярной поверхности образца. Ось дислокации смещена на $1/4$ ширины треугольника Бормана из его середины. (Остальные данные те же, что и на рис.3.16б); б)-Распределение интенсивности в плоскости рассеяния для случая дислокации, перпендикулярной поверхности образца. Ось дислокации смещена из центра треугольника Бормана.

Природа теневого изображения дислокаций в условиях аномального прохождения рентгеновских лучей. В поглощающих кристаллах, когда до выходной поверхности доходит только одна слабо поглощающаяся блоховская волна, изображение дислокаций на рентгеновских топограммах имеет вид светлой тени, окаймленной с одной стороны более темным по сравнению с фоном ореолом. Ширина тени и ее форма существенным образом зависят от ориентации в треугольнике Бормана. В случае дислокаций, наклонных к поверхности выхода, контраст может иметь осциллирующий характер.

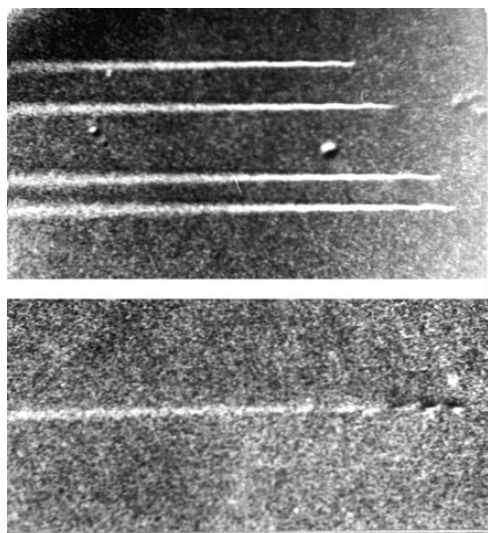


Рис.3.19. Рентгеновское изображение 60-градусных дислокаций в клиновидном кристалле. Ось дислокаций $[101]$, входная поверхность образца (111) , излучение CuK_{α} , $\mu t = 5 \div 13$ (по клину). а) - дислокации в общем положении. Вектор отражения $[220]$; б) - дислокация в особом положении. Вектор отражения $[202]$ [50].

Соответствующий пример приведен на рис.3.19. Дислокационный контраст имеет здесь вид кометы (см.рис.3.19а) с осцилляциями интенсивности в области подхода дислокации к поверхности выхода. Если ось дислокации параллельна вектору дифракции (см.рис.3.19б), ширина ее изображения не зависит от глубины залегания. Исключение составляет лишь область вблизи выхода дислокации на поверхность кристалла, где контраст осциллирует. Для объяснения этого типа изображения

предлагались различные механизмы [50]. Среди них следует назвать абсорбционный механизм, связанный с аномально высоким поглощением в сильно искаженной области дислокационного поля, и механизм, обусловленный выталкиванием траекторий блоховских волн из области сильных дислокаций. Однако, как показали исследования последних лет [51,52], определяющую роль в формировании теневого контраста играет механизм перекачки энергии из аномально проходящей блоховской волны в нормальную за счет межзонного рассеяния в сильно искаженной области. Если толщина части кристалла, расположенной над дислокацией, достаточно велика, до дислокации дойдет лишь одна слабо поглощающаяся блоховская волна, и в сильно искаженной области вблизи ядра дислокации она испытывает межзонное рассеяние. В результате возбуждается новое волновое поле, состоящее из двух типов блоховских волн, которое в дальнейшем распространяется в практически совершенной решетке. Естественно поэтому, что в области выхода дислокации на поверхность кристалла, то есть в том месте, где существуют две блоховские волны, происходит интерференция и наблюдаются экстинкционные модули. С увеличением расстояния от дислокации до выходной поверхности образца сильно поглощающаяся волна быстро затухает, соответственно затухают осцилляции изображения и остается одна блоховская волна, ослабленная межзонным рассеянием. Величина интегральной яркости контраста в этом случае должна сильно зависеть от четности величины $(\mathbf{gb})$, так как фаза дифрагированной блоховской волны в ближнем поле дислокации меняется скачком на величину $\pi(\mathbf{gb})$. Поэтому для нечетных значений $(\mathbf{gb})$ аномально проходящая волна в ближнем поле дислокации превращается в нормальную, что и приводит к снижению интенсивности под дислокацией, в то время как для четных $(\mathbf{gb})$ скачок фазы кратен 2π , межзонное рассеяние при этом не возникает, и интенсивность в центре профиля под дислокацией практически равна фоновому значению. На рис.3.20 приведены профили изображения дислокаций, рассчитанные для различных значений $(\mathbf{gb})$ на основе межзонного механизма.

Экспериментальные исследования величины контраста для дислокаций различного типа и различных значений вектора дифракции блестяще подтвердили межзонный механизм формирования теневого контраста [52]. Было установлено, что наиболее устойчивой характеристикой типа дислокаций, не зависящей от геометрии эксперимента, является интегральная яркость изображения. На основе этой модели была разработана методика идентификации типа дислокаций по величине интегральной яркости контраста. Здесь следует подчеркнуть, что для случая теневого изображения, возникающего в условиях аномального прохождения, этот метод определения типа дислокаций является практически единственным, так как использовать правила погасаний контраста обычно не удастся из-за ограниченного набора возможных отражений.

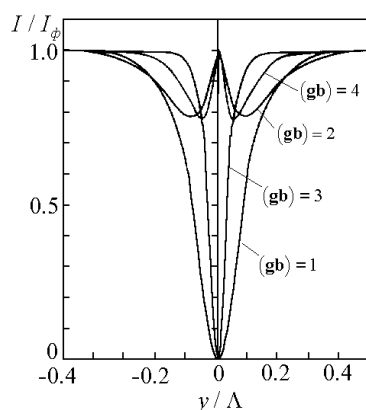


Рис.3.20. Профили теневого бормановского изображения дислокаций с различными значениями (gb) , рассчитанные для случая плоской падающей волны.

Выше были рассмотрены различные типы дислокационного контраста, обсуждались различные дифракционные механизмы, ответственные за образование дифракционного изображения. Было показано, что механизмы, определяющие формирование изображения в области дальнего и ближнего поля, имеют совершенно разную физическую природу. Если в области дальнего поля, где градиенты деформаций невелики и рентгеновское волновое поле успевает приспособливаться к изменениям кристаллической решетки, основной причиной контраста является смещение и деформация траекторий блоховские волн, и, следовательно, механизмы, формирующие изображение, являются экстинкционно-фазовые, абсорбционные и амплитудные эффекты, то вблизи ядра, где дислокационное поле меняется резко, основной физической причиной контраста является межзонное рассеяние блоховских волн и связанные с ним эффекты фокусировки, каналирования и отражения блоховских волн.

3.4. ЛИТЕРАТУРА

1. B.K.Tanner, M.A.Phil.
X-Ray Diffraction Topography
Pergamon Press, New-York, 1966, p.763.
2. Уманский Я.С.,
Рентгенография металлов,
Москва, Металлургия, 1967, с.236
3. С.Амелинкс,
Методы прямого наблюдения дислокаций,
Москва, Мир, 1968
4. A.P.Turner, T.Vreeland, D.P.Pope,
Experimental Techniques for Observing Dislocations by Berg-Barrett Method,
Acta Cryst. 1968, A24, 4, 452-458
5. A.R.Lang,
The Projection Topograph. A New Method in X-ray Diffraction Micrography,
Acta Cryst. 12, 249-250, (1959)
6. U.Bonse,
Zur Rontgenographischen Bestimmung des Typs Einzelner Versetzungen in Einkristallen
Z.Phys. 153, 2, 278-296, (1958)
7. K.Kora,
An Application of Asymmetric Reflection for Obtaining X-ray Beams of Extremely Narrow Angular Spread,
J.Phys.Soc., 1962, 17, 589-590
8. K.Kora, S.Kikuta,
A method of Obtaining an Extremely Parallel X-ray Beam by Successive Asymmetric Diffractions and its
Applications,
Acta Cryst., 1968, A24, 200-205
9. A.Authier,
Contrast of Dislocation images in X-ray Transmission Topography,
Adv. X-Ray Analysis, 10, 9-31, 1967.
10. Дифракционные и микроскопические методы в материаловедении,
под редакцией С.Амелинка,
Москва, Металлургия, 1984
11. В.Л.Инденбом, Ф.Н.Чуховский,
Проблема изображения в рентгеновской оптике,
УФН, 107, 2, 126 229-265 (1972)
12. Jun-ichi Chikawa, I.Fujimoto, T.Abe
X-ray Topographic Observation of Moving Dislocations in Silicon Crystals,
Appl.Phys.Lett., 21, 6, 296-298, 1972
13. Jun-ichi Chikawa,
Technique for the Video Display of X-ray Topographic Images and its Application to the Study of Crystal Growth,
J.Crys.Growth, 24, 25, 61-68, 1974,
14. В.Н.Игнал, Л.Л.Гаврилова,

Опыт применения рентгентелевизионной топографической установки для наблюдения изображения дефекторов кристаллов в условиях аномального прохождения рентгеновских лучей,
Зав.Лаб.53,9,60-63,(1987)

15. Э.Роув, Дж.Уивер
Использование синхротронного излучения,
УФН, 1978,126,2,269-286

16. T.Tuomi, K.Naukkarinen, P.Rabe
Use of Synchrotron Radiation in X-ray Diffraction Topography,
Phys.Stat.Sol.(a)1974,25,1,93-106

17. Л.Н.Данильчук, Т.А.Смородина.
Наблюдение полей напряжений вокруг отдельных дислокаций методом аномального прохождения рентгеновских лучей,
ФТТ,7,4,1245-1247,1965.

18. Л.Н.Данильчук, А.И.Георгиев.
Рентгеновское наблюдение переходного слоя при эпитаксиальном росте германия,
Крист.11,2,349-352,1966.

19. Л.Н.Данильчук, В.И.Никитенко.
Прямое наблюдение винтовых дислокаций, перпендикулярных поверхности монокристаллов кремния,
ФТТ,9,7,2027-2034,1967.

20. С.Ш.Генделев, Л.М.Дедух, В.И.Никитенко, В.И.Половинкина, Э.В.Суворов,
Связь доменной структуры монокристаллов ИЖГ с несовершенствами их строения,
Известия АН СССР,35,серия физическая,6,1210-1215,1971

21. С.Ш.Генделев, Л.М.Дедух, В.И.Никитенко, В.И.Половинкина, Э.В.Суворов,
Рентгенодифракционное изучение реальной атомно-кристаллической и доменной структур монокристаллов ИЖГ, выращенных из раствора в расплаве,
Известия АН СССР,38,серия физическая,11,2428-2430,1974

22. S.Takagi,
Dynamical Theory of Diffraction Applicable to Crystals With Any Kind of Small Distortion,
Acta Cryst.15,10,1311-1312,1962.

23. D.Toupin,
Prevision de Quelques Images de Dislocations Par Transmission des Rayens X (Cas de Laue Symetrique),
Acta Cryst.23,1,25-35,1967.

24. F.Balibar, A.Authier,
Etude Theorique et Experimentale du Contraste des Images de Dislocations,
Phys.Stat.Sol.21,2,413-422,1967.

25. Y.Epelboin,
Problem in the Numerical Calculation of the Contrast of Defects in X-ray Traverse Topographs,
Acta Cryst.A33,1,758-767,1979.

26. Y.Epelboin,
Contribution of Diffraction to the Contrast of Dislocation in X-ray Topography,
Acta Cryst.A35,1,38-44,1979.

27. J.R.Patel,
Computer-Simulation Methods in X-ray Topography,
Acta Cryst.A35,1,21-28,1979.

28. F.N.Chukovskii, A.A.Shtolberg,
On the Dynamical Theory of X-ray Images of Real Crystals,
Phys.Stat.Sol.,41,2,815-825,1970.

29. A.Authier,
Etude de la Transmission Anomale des Rayons X Dans des Cristaux de Silicium,

Bull.Soc.Franc.Mineral.Cryst.,84,51-89,1961.

30. A.Authier, F.Balibar, Y.Epelboin.
Theoretical and Experimental Study of Interbranch Scattering Observed near a Dislocation Line in X-ray Topography,
Phys.Stat.Sol.41,3,225-238,1970.

31. N.Kato,
Dynamical Diffraction Theory of Waves in Distorted Crystals. I.General Formulation and Treatment for Perfect Crystals,
Acta Cryst.16,1,276-281,1963.

32. N.Kato,
Dynamical Diffraction Theory of Waves in Distorted Crystals. II.Perturbation Theory,
Acta Cryst.,16,282-290,1963

33. N.Kato,
Pendellosung Fringes in Distorted Crystals. I.Fermat's Principle for Bloch Waves,
J.Phys.Soc.Japan, 18,12,1785-1791,1963;

34. N.Kato,
Pendellosung Fringes in Distorted Crystals. II.Application to Two-Beam Cases,
J.Phys.Soc.Japan, 19,1,67-77,1964;

35. N.Kato,
Pendellosung Fringes in Distorted Crystals. III.Application to Homogeneously Bent Crystals,
J.Phys.Soc.Japan, 19,6,971-985,1964.

36. J.R.Patel, N.Kato,
X-ray Dynamical Diffraction Effects of Oxid Films on Silicon Substrates,
Appl.Phys.Lett.13,1,40-42,1968.

37. N.Kato, J.R.Patel, Y.Ando,
X-ray Diffraction Topographs of Silicon Crystals With Superposed Oxid Film. I.Theory and Computational Procedures,
J.Appl.Phys.,44,3,965-970,1973

38. J.R.Patel, N.Kato
X-ray Diffraction Topographs of Silicon Crystals With Superposed Oxid Film. II.Pendellosung Fringes: Comparison of Experiment With Theory,
J.Appl.Phys.,44,3,971-977,1973

39. Y.Ando, J.R.Patel, N.Kato
X-ray Diffraction Topographs of Silicon Crystals With Superposed Oxid Film. III.Intensity Distribution,
J.Appl.Phys.,44,10,4405,1973.

40. Ф.Н.Чуховский, А.А.Штольберг,
Динамическое рассеяние рентгеновских лучей на дислокациях,
ЖЭТФ,64,3,1033-1041,1973.

41. E.V.Suvorov, V.I.Polovinkina, V.I.Nikitenko, V.L.Indenbom,
Investigation of Image Formation of Straight-Line Dislokations in the Case of Extinction Contrast
Phys.Stat.Sol.26,1,385-395,1974.

42. V.L.Indenbom, V.I.Nikitenko, E.V.Suvorov, V.M.Kaganer.
Section Topography as Single-Crystal Interferometry,
Phys.Stat.Sol. (a)46,1,379-386,1978.

43. E.V.Suvorov, O.S.Gorelik, V.M.Kaganer, V.I.Indenbom.
Shape of Extinction Fringes and Determination of the Burger Vector in Single-Crystal Interferometric Techniques,
Phys.Stat.Sol.(a)54,1,29-35,1979.

44. В.Л.Инденбом, Ф.Н.Чуховский.
Геометрическая оптика рентгеновских лучей,
Крист.16,6,1101-1109,1971.

45. В.Л.Инденбом, В.А.Чамров.
Однолучевая электронная микроскопия,
Крист.25,3,465-472,980.
46. E.V.Suvorov, V.I.Polovinkina, V.I.Nikitenko, V.L.Indenbom,
Investigation of Image Formation of Straight-Line Dislocations in the Case of Extinction Contrast,
Phys.Stat.Sol.,(a)1974,26,386-395
47. Э.В.Суворов, О.С.Горелик, Р.Р.Пономарева,
Исследование тонкой структуры рентгеновского дифракционного изображения дислокаций в
однокристалльном интерферометре,
Кристаллография,1976,21,6,1151-1157
48. V.L.Indenbom, V.I.Nikitenko, E.V.Suvorov, V.M.Kaganer,
Section Topography as Single-Crystal Interferometry,
Phys.Stat.Sol.,(a)1978,46,379-386
49. E.V.Suvorov, V.I.Nikitenko, K.Yu.Mukhin,
On the Possibilities of X-ray Focussing to Study Dislocation Microstress Fields,
Phys.Stat.Sol.,(a)1978,50,213-219
50. И.Л.Шульпина, Л.И.Даценко.
Об изображении линейных дефектов в методе аномального прохождения рентгеновских лучей,
Укр.физ.журнал,12,9,1474-1482,1967.
51. В.И.Альшиц, В.Л.Инденбом, И.А.Русакова.
Эйкональное приближение в теории электронно-микроскопического изображения и его обобщения,
Крист.22,6,1157-1165,1977.
52. E.V.Suvorov, V.L.Indenbom, O.C.Gorelik, I.A.Rusakova, V.A.Chamrov.
Dislocation Contrast in the Case Anomalous X-ray Transmission,
Phys.Stat.Sol.(a)60,27,27-35,1980.
53. В.Л.Инденбом, И.Ш.Слободецкий, К.Г.Трунин.
Рентгеновский интерферометр с узким пучком,
ЖЭТФ,66,36,1110-1120,1974.
54. Э.В.Суворов, В.И.Половинкина.
Экспериментальное обнаружение явления дифракционной фокусировки рентгеновских лучей,
Письма в ЖЭТФ,20,5,326-329,1974.
55. В.Л.Инденбом, Э.В.Суворов, И.Ш.Слободецкий
Дифракционная фокусировка рентгеновских лучей,
ЖЭТФ,71,19.0,359-369,1976.
56. N.Kato, K.Usami, T.Katagava,
The X-ray Diffraction Image of a Stacking Fault,
Adv. X-ray Analysis 10,46-66,1967.
57. A.Authier, A.D.Milne, M.Sauvaga.
X-ray Dynamical Contrast of a Planar Defect,
Phys.Stat.Sol.,26,2,469-484,1968.
58. A.Authier,
Contrast of a Stacking Fault on X-ray Topographs,
Phys.Stat.Sol.,27,1,77-93,1968.
59. A.Authier, J.R.Patel,
X-ray Topography Determination of the Intrinsic or Extrinsic Nature of Stacking Faults,
Phys.Stat.Sol.(a),27,1,213-222,1975.
60. В.Л.Инденбом, Ф.Н.Чуховский, И.Ш.Слободецкий.
Рентгеновское изображение дефекта упаковки перпендикулярно поверхности кристалла,
Крист. 19,1,35-53,1974.
61. V.L.Indenbom, I.Sh.Slobodetskii.

Image of a Stocking Fault,
Phys.Stat.Sol.(b)71,3,751-756,1975

62. E.V.Suvorov, V.L.Indenbom
X-Ray Diffraction Contrast
Proc. 4-th International Specialists School on Crystal Growth, Suzdal (USSR),1980,229-250