ФИЗИКО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ ИМЕНИ А. Ф. ИОФФЕ РАН ИНСТИТУТ ПРОБЛЕМ ТЕХНОЛОГИИ МИКРОЭЛЕКТРОНИКИ И ОСОБОЧИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ РАН МОСКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ М. В. ЛОМОНОСОВА НОВГОРОДСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ ЯРОСЛАВА МУДРОГО

СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ДИФРАКЦИОННЫХ ДАННЫХ

(топография, дифрактометрия, электронная микроскопия)

Программа и материалы Третьего международного научного семинара

22-25 мая 2006 года



ВЕЛИКИЙ НОВГОРОД 2006 ФИЗИКО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ ИМЕНИ А. Ф. ИОФФЕ РАН ИНСТИТУТ ПРОБЛЕМ ТЕХНОЛОГИИ МИКРОЭЛЕКТРОНИКИ И ОСОБОЧИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ РАН МОСКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ М. В. ЛОМОНОСОВА НОВГОРОДСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ ЯРОСЛАВА МУДРОГО

СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ДИФРАКЦИОННЫХ ДАННЫХ (топография, дифрактометрия, электронная микроскопия)

Программа и материалы Третьего международного научного семинара

22-25 мая 2006 года

ВЕЛИКИЙ НОВГОРОД 2006 A.F. IOFFE PHYSICO-TECHNICAL INSTITUTE RAS INSTITUTE OF MICROELECTRONICS TECHNOLOGY AND HIGH PURITY MATERIALS RAS M.V. LOMONOSOV MOSCOW STATE UNIVERSITY YAROSLAV-THE-WISE NOVGOROD STATE UNIVERSITY DEUTSCHES ELEKTRONEN-SYNCHROTRON DESY IN DER HELMHOLTZ-GEMEINSCHAFT

MODERN METHODS

OF DIFFRACTION DATA ANALYSIS

(X-ray Topography, Diffractometry, Electron Microscopy)

Programme and Materials of the Third International Scientific Seminar

22–25 May, 2006



VELIKY NOVGOROD 2006 УДК 548.0:539.1:539.2:535 С56

Печатается по решению Программного и Организационного комитетов семинара

Составители: В. А. Ткаль, А. О. Окунев

Современные методы анализа дифракционных данных С56 (топография, дифрактометрия, электронная микроскопия): Прогр. и материалы Третьего междунар. науч. семинара, 22–25 мая 2006 г. / Сост. В. А. Ткаль, А. О. Окунев; НовГУ им. Ярослава Мудрого. – Великий Новгород, 2006. – 306 с. ISBN 5-89896-300-6

Публикуются доклады, представленные на Третьем международном семинаре «Современные методы анализа дифракционных данных (топография, дифрактометрия, электронная микроскопия)», отражающие различные аспекты теории и применения дифракционных методов в исследовании материалов.

Включена программа семинара.

УДК 548.0:539.1:539.2:535

Семинар проводится при финансовой поддержке $P\Phi\Phi U$, грант N° 06-02-26010-г, Института проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов PAH, Deutsches Elektronen-Synchrotron DESY in der Helmholtz-Gemeinschaft.

ISBN 5-89896-300-6

- © Физико-технический институт им. А. Ф. Иоффе РАН, 2006
- © Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, 2006
- © Новгородский государственный университет им. Ярослава Мудрого, 2006
- © Московский государственный университет им. М. В. Ломоносова, 2006
- © Авторы статей, 2006

Программный комитет

- 1. Бушуев В.А., МГУ председатель
- 2. Парфеньев Р.В., ФТИ РАН зам. председателя
- **3. Молодкин В.Б.,** ин-т Металлофизики НАНУ, Украина, зам. председателя
- 4. Боргардт Н.И., МИЭТ
- 5. Данильчук Л.Н., НовГУ
- 6. Квардаков В.В., РНЦ "Курчатовский институт" РАН
- 7. Кютт Р.Н., ФТИ РАН
- 8. Рощупкин Д.В., ИПТМ РАН
- 9. Сорокин Л.М., ФТИ РАН
- 10. Суворов Э.В., ИФТТ РАН
- 11. Хапачев Ю.П., КБГУ
- 12. Novikov D.V., DESY, Germany
- 13. Schulte-Schrepping H., DESY, Germany
- 14. Tschentscher T., DESY, Germany

Организационный комитет

- 1. Гавриков А.Л., НовГУ председатель
- 2. Шульпина И.Л., ФТИ РАН зам. председателя
- 3. Ткаль В.А., НовГУ, зам. председателя
- 4. Дроздов Ю.А., НовГУ
- **5. Карпов Г.П.,** ООО «Компьютерный сервис», г. Великий Новгород
- 6. Окунев А.О., НовГУ

оглавление

ПРОГРАММА СЕМИНАРА	стр. 11
АННОТАЦИИ ДОКЛАДОВ	27
ДОКЛАДЫ	51
СПИСОК ОРГАНИЗАЦИЙ – УЧАСТНИКОВ	
СЕМИНАРА	301
АЛФАВИТНЫЙ УКАЗАТЕЛЬ АВТОРОВ	304

ПАМЯТИ РОССИЙСКОГО УЧЁНОГО ПРОФЕССОРА АЛЬБЕРТА АНАТОЛЬЕВИЧА КАЦНЕЛЬСОНА



1 мая 2005 г. после тяжелой и продолжительной болезни скончался видный российский ученый, Заслуженный деятель науки Российской Федерации, Заслуженный профессор Московского университета, лауреат Федоровской премии АН СССР, профессор кафедры физики твердого тела физического факультета МГУ Альберт Анатольевич Кацнельсон.

Кацнельсон А.А. родился 14 апреля 1930 г. в г. Смоленске в семье военнослужащего. В 1947 г. он с золотой медалью окончил среднюю школу г. Москвы и в том же году поступил на Физический факультет МГУ, который закончил в 1952 г. С 1952 по 1955 г. работал в НИИ-35 МРТП, а с 1955 г - на физическом факультете МГУ им. М..В. Ломоносова. В 1960 г. защитил кандидатскую, а в 1969 - докторскую диссертации.



Профессор А.А. Кацнельсон внёс большой вклад в развитие физики твёрдого тела. Под его руководством выполнены получившие широкую известность И международное признание исследования в таких областях физики твёрдого тела, как: теория атомного упорядочения; теории атомного ближнего порядка; электронной теории кристаллов, содержащих дефекты; рентгенографии дефектных кристаллов; многоволнового интерференционного прохождения рентгеновских лучей через идеальные И реальные кристаллы; рентгенографии И физики открытых неравновесных твёрдотельных систем. В последние годы область его интересов была

тесно связана с экспериментальными и теоретическими исследованиями систем металл-водород, в которых впервые были обнаружены фазовые и структурные превращения осциллирующего типа.

Полвека проработал А.А. Кацнельсон в Московском университете, из них около 30 лет в должности профессора. Им была создана собственная научная школа. Восемь его учеников стали докторами наук и 70 защитили кандидатские диссертации. Его перу принадлежат 18 учебных пособий и монографий, три из которых переизданы в переводе на английский язык в США. Им опубликовано более 450 научных статей в



национальных И международных изданиях. Его монографии и учебные пособия стали настольными книгами для студентов, аспирантов И учёных, специализирующихся в области физики конденсированного состояния. Он вел активную педагогическую

6

деятельность, создавая новые лекционные курсы, пользующиеся неизменным успехом у слушателей.

А.А. Кацнельсон был избран действительным членом Международной академии информатизации, удостоен почётного диплома Международной ассоциации водородной энергетики, вёл большую квалификационную работу в качестве члена ряда специализированных советов по присуждению учёных степеней, был экспертом международных и национальных научных фондов, членом редколлегии ряда научных журналов.



Друзья, сотрудники по кафедре, коллеги по работе, все, кто знал и соприкасался с этим удивительным человеком, навсегда запомнят блестящего учёного и педагога, прекрасного человека, доброго и отзывчивого товарища сохранят о нём добрую память.

С профессором В.И. Ивероновой и к.ф..м.н. Н.А. Хатановой, 1980 г.



С сотрудниками кафедры, 1980 г.

С венгерским коллегой А.Сасом, 1981 г.

7



Конференция РНСЭ (2003 г.) - с доцентом Авдюхиной В.М., профессором Бушуевым В.А. и профессором Хапачевым Ю.П.

Таким он запомнился участникам Первого международного научного семинара «Современные методы анализа дифракционных данных (топография, дифрактометрия, электронная микроскопия)», Великий Новгород, ноябрь 2002 года.









Участники международного семинара у памятника 1000-летия России в Великом Новгороде, ноябрь 2002 года.

ПРОГРАММА СЕМИНАРА

Регистрация участников семинара будет организована в конференц-зале судна «Господин Великий Новгород» 22 мая 2006 года с 8 часов утра.

Участники, приезжающие на семинар 21 мая 2006 года, должны заранее сообщить в Оргкомитет точную дату и время своего приезда, чтобы организаторы смогли обеспечить встречу и своевременное поселение на судне.

Заседания семинара проводятся с 22 по 25 мая 2006 года в конференц-зале судна «Господин Великий Новгород». Судно совершает круиз по озеру Ильмень, р. Волхов, Ладожскому озеру, р. Нева до Санкт-Петербурга. Все участники семинара обеспечиваются трёхразовым питанием и в перерывах заседания *Coffee-break*.

Продолжительность заказных докладов 30 - 40 мин, устных докладов - 15 - 20 минут.

(Время доклада устанавливается Программным комитетом).

Стендовые доклады вывешиваются участниками семинара 23 мая в специально отведённых местах на судне и снимаются 25 мая. Обсуждение стендовых докладов проводится в перерывах между устными докладами, а также после ужина.

Программный и Оргкомитет проводят конкурс докладов молодых учёных, возраст которых не превышает 35 лет, и определяет победителей.

Приём статей для рецензирования и опубликования В «Поверхность. Рентгеновские, синхротронные журнале И нейтронные лаборатория. исследования» «Заводская И материалов» Программным Диагностика проводится И Организационным комитетами в период работы семинара. Решение о публикации статьи принимается Программным комитетом семинара и согласовывается с редакцией журнала. Статьи должны быть оформлены в соответствии с требованиями журналов.

ПЕРВЫЙ ДЕНЬ

ПОНЕДЕЛЬНИК, 22 МАЯ

- 10.00-12.00 Экскурсия по Великому Новгороду и Кремлю.
- 12.30-13.00 Обед

Председатель: В.А. Бушуев

14.00-14.20 Открытие семинара

Вступительное слово президента НовГУ **А.Л. Гаврикова** Вступительное слово директора ОФДП ФТИ им. А.Ф. Иоффе РАН **Р.В. Парфеньева**

14.20–15.00 X-ray free electron laser: principles of operation and scientific applications.

H. Schulte-Schrepping *HASYLAB at DESY, Hamburg, Germany*

15.00–15.20 Superconducting linear accelerators for the sources of the coherent synchrotron radiation

D. Kostin

Deutsches Elektronen-Synchrotron DESY, Hamburg, Germany

15.20–15.40 Superconducting cavities for the free-electron laser

G. Kreps *Deutsches Elektronen-Synchrotron DESY, Hamburg, Germany*

15.40–16.00 Перерыв - *Coffee-break*

Председатель: Л.М. Сорокин

16.00–16.30 Modelling the response of optical components in the XFEL photon beam

H. Schulte-Schrepping HASYLAB at DESY, Hamburg, Germany

16.30–17.00 Bragg and Laue diffraction of the X-ray free-electron laser pulses

V.A. Bushuev Moscow State University, Moscow, Russia

17.00–17.20 Time compression of X-ray pulses under conditions of Bragg diffraction

V.A. Bushuev Moscow State University, Moscow, Russia

17.20–17.40 Перерыв - Coffee-break

- **17.40–18.40** Лекция об исторических достопримечательностях древнего Новгорода Лауреат государственной премии, архитектор-реставратор Н.Н. Кузьмина
- 19.00–20.00 Концерт джаз-оркестра «Новгород» под управлением засл. деятеля культуры и искусства России А.П. Малышева
- 20.00 Ужин

ВТОРОЙ ДЕНЬ

ВТОРНИК, 23 МАЯ

- 8.00 9.00 Завтрак
- 9.00-11.00 Экскурсия по историческим местам Старой Ладоги

Председатель: Д.В. Новиков

11.00–11.30 Coherent X-ray diffraction and lensless imaging

I.A. Vartanyants *HASYLAB at DESY, Hamburg, Germany*

11.30-12.00 Recent developments in combined analyser-based and propagation-based phase-contrast imaging

K.M. Pavlov^{1,2}, Ya.I. Nesterets³, T.E. Gureyev³, D.M. Paganin² ¹Centre for Synchrotron Science, Monash University, VIC 3800, Australia ²School of Physics, Monash University, VIC 3800, Australia ³CSIRO Manufacturing and Infrastructure Technology, PB 33, Clayton South, VIC 3169, Australia

12.00–12.30 Femtosecond synchronism of visible/IR light and X-rays from a freeelectron laser

> **B.W. Adams** Argonne National Laboratory, Argonne, Illinois, USA

13.00-14.00 Обед

Председатель: А.А. Дышеков

14.00–14.20 Bragg diffraction of X-ray beam limited in 2 dimensions

V.A. Bushuev, <u>A.P. Oreshko</u> Moscow State University, Moscow, Russia

14.20–14.40 Рентгеновская рефлектометрия магнитных нанослоёв

М.А. Андреева

МГУ им. М.В.Ломоносова, физический факультет, Москва, Россия

14.40–15.00 Исследование латеральных модуляций состава и 2D – 3D структурных переходов в многослойных периодических структурах In_xGa_{1-x}As/GaAs методом высокоразрешающей рентгеновской дифрактометрии

В.П. Кладько, В.Ф. Мачулин, А.Н. Ефанов, Н.В. Слободян, В.В. Стрельчук Институт физики полупроводников им. В.Е.Лашкарева НАН Украины, Киев

15.00–15.20 Динамический расчет карт обратного пространства частично релаксированных многослойных структур некомпланарным многоволновым методом

А.Н. Ефанов¹, В.П. Кладько¹, И. С. Савельева² ¹Институт физики полупроводников им. Лашкарева НАН Украины, Киев ²Киевский национальный университет им. Тараса Шевченко, Украина

15.20–15.40 Полная интегральная отражательная способность в геометрии Брэгга монокристаллов с хаотически распределенными крупными дефектами

В.Б. Молодкин, А.И. Низкова, С.И. Олиховский, <u>С.В. Дмитриев</u>, В.Н. Венгер, А.А. Белоцкая Институт металлофизики им. Г.В. Курдюмова НАН Украины, Киев

15.40-16.00 Перерыв - Coffee-break

Председатель: Ю.П. Хапачев

16.00–16.20 Определение характеристик крупных дислокационных петель в монокристалле CZ Si после облучения высокоэнергетическими электронами

В.Б. Молодкин, **А.И. Низкова**, С.И. Олиховский, С.В. Дмитриев, В.Н. Венгер, А.А. Белоцкая Институт металлофизики им. Г.В. Курдюмова НАН Украины, Киев

16.20–16.40 Новый метод дифференциально-интегральной трехкристальной дифрактометрии микродефектов

В.Б. Молодкин, Е.Н. Кисловский, С.И. Олиховский, **Т.П. Владимирова**, О.В. Решетник, Р.Ф. Середенко, Е.В.Кочелаб Институт металлофизики им. Г.В.Курдюмова НАН Украины, Киев

16.40–17.10 Влияние дислокационных ансамблей в эпитаксиальных структурах на форму рентгеновских дифракционных пиков

Р.Н. Кютт

Физико-технический институт им. А.Ф.Иоффе РАН, С-Петербург, Россия

17.10–17.30 Simultaneous treatment of different X-ray rocking curves from multilayer heterostructures

M.A. Chuev¹, A.A. Lomov², R.M. Imamov², S.A. Sustavov³ ¹Institute of Physics & Technology, Russian Academy of Sciences, Moscow, Russia ²A.V. Shubnikov Institute of Crystallography, Russian Academy of Sciences, Moscow, Russia ³Moscow Engineering Physics Institute, Moscow, Russia

17.30–17.50 Перерыв - *Coffee-break*

Председатель: Р.Н. Кютт

17.50–18.10 Femtosecond synchronism of visible/IR light and X-rays from a freeelectron laser

B.W. Adams

Argonne National Laboratory, Argonne, Illinois, USA

18.10–18.30 Структурные параметры и качество многомезовых кремниевых лавинопролетных диодов миллиметрового диапазона

А.С. Ташилов, М.Н Барашев., А.А. Багов, <u>А.А. Дышеков</u>, Ю.П. Хапачев Кабардино-Балкарский государственный университет, г. Нальчик, Россия

18.30–18.50 Качественный анализ решений уравнений Такаги для гетероструктур с переменной электронной плотностью

А.А. Дышеков¹, Ю.П. Хапачев¹, Р.Н. Кютт² ¹Кабардино-Балкарский государственный университет, г. Нальчик, Россия ²Физико-технический институт им. А.Ф.Иоффе РАН, С-Петербург, Россия

18.50–19.20 Application of X-ray diffraction techniques to characterization of highly doped silicon wafers

S. Rouvimov¹, P. Taylor¹, S.-B. Kim¹, P. Wildes¹, R.N. Kyutt², I.L. Shulpina², L.M. Sorokin², P. Feichtinger³ ¹SUMCO USA, Salem, Oregon, USA ²Ioffe Physico-Technical Institute, St. Petersburg, Russia ³Bede X-Ray Metrology, 14 Inverness Dr East H-100, Englewood, USA

19.50 Ужин

ТРЕТИЙ ДЕНЬ

СРЕДА, 24 МАЯ

8.00-8.30 Завтрак

Председатель: А.П. Петраков

9.00–9.20 Диагностика пористых слоев методом высокоразрешающей рентгеновской дифрактометрии

<u>А.А. Ломов</u>¹, Р.М. Имамов¹, Д.Ю. Прохоров¹, D. Nohavica², Р. Gladkov² ^{1}Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, Москва, Россия ^{2}Institute of Radio Engineering and Electronics CAS, Prague, Czech Republic

9.20–9.40 Атомарная структура аморфного кремния и германия вблизи границы с кристаллом кремния

<u>Н.И. Боргардт</u>¹, М. Зайбт², К. Тиль²

¹Московский государственный институт электронной техники (технический университет), Зеленоград, Россия ²4-й Физический институт Геттингенского университета, Геттинген, ФРГ

9.40–10.00 Выявление неоднородностей структуры пироуглеродных материалов методами электронной микроскопии

В.Н. Кукин¹, Н.И. Боргардт¹, А.В. Агафонов², В.О. Кузнецов² ⁷Московский государственный институт электронной техники (технический университет), Зеленоград, Россия ²ЗАО «ТРИ Карбон», Москва, Россия

10.00–10.20 Особенности дифрактограмм нестехиометрических фторидных фаз Са_{1-x}La_xF_{2+x}

С.К. Максимов

Московский государственный институт электронной техники, г. Зеленоград, Россия.

10.20–10.40 Экспериментальные методы термоиндуцированного управления параметрами рентгеновских дифракционных максимумов кристаллов

<u>В.Н. Трушин</u>, А.С. Маркелов, Е.В. Чупрунов, А.А. Жолудев Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского, Нижний Новгород, Россия

10.40–11.00 Перерыв - Coffee-break

11.00–11.20 Моделирование рентгеновских дифракционных изображений дислокационных петель

<u>И.М. Фодчук</u>, С.Н. Новиков, Д.Г. Федорцов Черновицкий национальный университет им. Ю.Федьковича, Черновцы, Украина

11.20–11.40 Новый подход для анализа анизотропных деформаций в многослойных структурах

Н.В. Слободян, В.П. Кладько, В.Ф. Мачулин, А.Н. Ефанов, В.В. Стрельчук Институт физики полупроводников им. В.Е.Лашкарева НАН Украины, Киев

11.40-12.00 Рентгеновские исследования целлюлозы

В.В. Гузей, П.В. Мусихин, <u>А.П. Петраков</u> Сыктывкарский государственный университет, Сыктывкар, Россия

12.00–12.20 Методы микроскопии и микротомографии на длинах волн рентгеновского излучения 0,5 - 2,5 А

<u>В.Е. Асадчиков</u>, А.В. Бузмаков, Р.А. Сенин Институт кристаллографии имени А.В.Шубникова РАН, Москва, Россия

12.20–12.40 Лазерно-электронный генератор рентгеновского излучения для медицинской диагностики

И.А. Артюков¹, Е.Г. Бессонов¹, <u>А.В. Виноградов¹</u>, М.В. Горбунков¹, Б.С. Ишханов³, П.В. Кострюков², Ю.Я. Маслова¹, В.Г. Тункин², Ю.В. Шабалин¹, А.В. Посеряев³, Ю.А. Успенский¹, Р.М. Фещенко¹, В.И. Шведунов³ ¹Физический институт им. П.Н. Лебедева РАН, Москва, Россия ²Международный лазерный центр, МГУ, Москва, Россия ³Институт ядерной физики МГУ, Москва, Россия

13.10-14.00 Обед

Председатель: В.Е. Асадчиков

14.00–14.20 Исследование процессов деградации многослойных рентгеновских зеркал Sc/Si при нагреве и облучении рентгеновским лазером методами рентгеновской дифракции и электронной микроскопии

<u>**Д.Л. Воронов**</u>¹, Е.Н. Зубарев¹, Ю.П. Першин¹, В.А. Севрюкова¹, А.В. Пеньков¹, В.В. Кондратенко¹, А.В. Виноградов², И.А. Артюков², Ю.А. Успенский², G. Vaschenko³, M. Grisham³, C.S. Menoni³, and J.J. Rocca³ ¹Национальный Технический Университет "ХПИ", г. Харьков, Украина ² Физический институт им. П.Н. Лебедева РАН, Москва, Россия ³Colorado State University, Fort Collins, CO 80523, USA

14.20–14.40 Срезанные многослойные решетки как спектральные элементы в диапазоне 4,4-25 нм

Е.А. Бугаев², <u>Р.М. Фещенко¹</u>, В.В. Кондратенко², В.П. Петухов³, А.В. Виноградов¹, Д.Л. Воронов², В.А. Токарев⁴ ¹Физический институт им. П.Н. Лебедева РАН, Москва, Россия ²Харьковский политехнический институт, Харьков, Украина ³НИИ Ядерной Физики МГУ, Москва, Россия ⁴Российский Федеральный ядерный центр – Всероссийский научноисследовательский институт экспериментальной физики (РФЯЦ – ВНИИЭФ), Саров, Россия

14.40–15.00 Метод рентгеновской in-line (Габоровской) голографии на лабораторных источниках излучения

<u>Шелоков И.А.</u>, Кондаков А.С., Иржак Д.В.

Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов (ИПТМ) РАН, г. Черноголовка, Россия

15.00–15.30 Kinematical X-ray standing waves for crystal structure investigations

M. Tolkiehn¹, **D.V. Novikov**¹, S.S. Fanchenko² ¹HASYLAB at DESY, Hamburg, Germany ²RRC Kurchatov Institute, Moscow, Russia

15.30–15.50 Перерыв - Coffee-break

Председатель: Н.И. Боргардт

15.50–16.10 Динамическая теория дифракции Дарвина для латерально ограниченных структур

<u>**С.И. Колосов**</u>¹, В.И. Пунегов^{1,2} ⁷Сыктывкарский государственный университет, Сыктывкар, Россия ²Коми научный центр УрО РАН, Сыктывкар, Россия

16.10–16.30 Теория рассеяния рентгеновских лучей от пористого кристалла

В.И. Пунегов^{1,2} ¹Коми научный центр УрО РАН, Сыктывкар, Россия ²Сыктывкарский государственный университет, Сыктывкар, Россия

16.30–16.50 Численное моделирование дифракции рентгеновских лучей от пористого слоя InP

В.И. Пунегов^{1,2}, А.А. Ломов³, Д.Ю. Прохоров³, К.Д. Щербачёв⁴, D. Nohavica⁵, Р. Gladkov⁵ ¹Коми научный центр УрО РАН, Сыктывкар, Россия ²Сыктывкарский государственный университет, Сыктывкар, Россия ³Институт кристаллографии РАН, Москва, Россия ⁴Московский государственный институт стали и сплавов, Москва, Россия ⁵Institute of Radio Engineering and Electronics, Academy of Sciences CR, Prague, Czech Republic

16.50–17.10 О точных результатах в теории конденсированного состояния. Критический обзор

А.Ю. Захаров

НовГУ им. Ярослава Мудрого, Великий Новгород, Россия

17.10–17.30 Перерыв - Coffee-break

Председатель: Е.М. Труханов

17.30–17.50 Рентгенотопографические исследования микросегрегации в кристаллах

И.Ж. Безбах¹, Б.Г. Захаров¹, <u>И.А. Прохоров</u>¹, И.Л. Шульпина² ¹НИЦ «Космическое материаловедение» Института кристаллографии РАН, Калуга, Россия ²ФТИ им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия

17.50–18.10 Исследование структурных особенностей кристаллов GaSb(Si), выращенных в различных условиях тепломассопереноса, комплексом дифракционных методов

<u>И.А. Прохоров</u>¹, Ю.А. Серебряков¹, Е.Н. Коробейникова¹, Б.Г. Захаров¹, В.В. Ратников², И.Л. Шульпина² ¹НИЦ «Космическое материаловедение» Института кристаллографии РАН, Калуга, Россия ²ФТИ им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия

18.10-18.30 Дефекты и релаксация напряжений в эпитаксиальных слоях InN

<u>В.В. Ратников</u>, Р.Н. Кютт, М.П. Щеглов, В.Н. Жмерик, С.В. Иванов *ФТИ им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия*

18.30–18.50 Рентгеновская интерференционная топография эпитаксиальной системы Si/GeSi/Si (001) в условиях сферической волны

А.С. Ильин¹, А.П. Василенко¹, **Е.М. Труханов**¹, А.В. Колесников¹, А.А. Федоров² ¹Институт физики полупроводников СО РАН, Новосибирск, Россия ²L-NESS and INFM Dipartimento di Fisica del Politecnico di Milano, Italy

19.20 Ужин

ЧЕТВЕРТЫЙ ДЕНЬ

ЧЕТВЕРГ, 25 МАЯ

8.00-8.30 Завтрак

Председатель: Б.Г. Захаров

9.00–9.20 Фазовые α→β и β→α превращения в системе Pd-Cu-H

В.М. Авдюхина, <u>Г.П. Ревкевич</u> *МГУ им. М.В.Ломоносова, физический факультет, Москва, Россия*

9.20–9.40 Основные особенности структурной эволюции в гидрированных сплавах на основе палладия

В.М. Авдюхина, Г.П. Ревкевич, А.А. Кацнельсон *МГУ им. М.В.Ломоносова, физический факультет, Москва, Россия*

9.40–10.00 Особенности дифракции рентгеновских лучей на локализованных пространственно неоднородных деформациях в схемах секционной топографии

И.А. Смирнова¹, <u>Э.В. Суворов</u>¹, Е.В. Шулаков² ¹Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка, Московская область, Россия ²Институт проблем технологии микроэлектроники РАН, Черноголовка, Московская область, Россия

10.00-10.20 Влияние поглощения на контраст секционных топограмм

Е.В. Шулаков

Институт проблем технологии микроэлектроники РАН, Черноголовка, Московская область, Россия

10.20–10.40 Перерыв - *Coffee-break*

Председатель: Э.В. Суворов

10.40–11.00 Дислокации и дисклинации в цилиндрических наноструктурах

М.Ю. Гуткин^{1,2}, А.Г. Шейнерман¹

¹Институт проблем машиноведения РАН, Санкт-Петербург, Россия ²Санкт-Петербургский государственный политехнический университет, Санкт-Петербург, Россия

11.00–11.20 Упругие поля полой дислокационной трубки, перпендикулярной поверхности кристалла

А.Г. Шейнерман¹, М.Ю. Гуткин^{1,2}

¹Институт проблем машиноведения РАН, Санкт-Петербург, Россия ²Санкт-Петербургский государственный политехнический университет, Санкт-Петербург, Россия

11.20–11.50 Synchrotron X-ray Imaging for Defect Characterization in Materials

J.H. Je¹, J.M. Yi¹, T.S. Argunova^{1,2} ¹Department of Materials Science and Engineering, Pohang University of Science and Technology, Pohang, Republic of Korea ²Ioffe Physico-Technical Institute, RAS, St. Petersburg, Russia

11.50–12.10 Synchrotron X-ray study of defects associated with polytype inclusions in SiC crystals

T.S. Argunova^{1,2}, M.Yu. Gutkin³, A.G. Sheinerman³, J. M. Yi², J. H. Je², S.S. Nagalyuk¹, E.N. Mokhov¹ ¹Ioffe Physico-Technical Institute, RAS, St. Petersburg, Russia ²Department of Materials Science and Engineering, Pohang University of Science and Technology, Pohang, Republic of Korea ³Institute of Problems of Mechanical Engineering, RAS, St. Petersburg, Russia

12.10–12.30 Перерыв - Coffee-break

Председатель: Р.В. Парфеньев

12.30–12.50 The use of synchrotron X-ray imaging for the study of defects in Si:Ge crystals bonded to silicon

L.M. Sorokin¹, T.S. Argunova^{1,5}, N.V. Abrosimov^{2,3}, E. I. Belyakova¹, M.Yu. Gutkin⁴, L.S. Kostina¹, A. G. Zabrodskii¹, J.M. Yi⁵, J.H. Je⁵ ¹Ioffe Physico-Technical Institute, RAS, St. Petersburg, Russia ²Institute of Crystal Growth, Berlin, Germany ³Institute of Microelectronics Technology Problems and High Purity Materials RAS, Chernogolovka, Russia ⁴Institute of Problems of Mechanical Engineering, RAS, St. Petersburg, Russia ⁵Department of Materials Science and Engineering, Pohang University of Science and Technology, Pohang, Republic of Korea

12.50-13.10 Секционные методы рентгеновской топографии и их возможности в фундаментальных исследованиях и решении прикладных задач

И.Л. Шульпина

ФТИ им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия

13.10-13.25 Секционные изображения дислокаций, перпендикулярных поверхности монокристаллов 6H-SiC

<u>А.О. Окунев</u>, Л.Н. Данильчук, В.А. Ткаль НовГУ им. Ярослава Мудрого, Великий Новгород, Россия

13.25-13.40 Исследование линейных дефектов в монокристаллах 6H-SiC по розеткам контраста

А.О. Окунев, В.А. Ткаль, Л.Н. Данильчук, И.В. Дзюба *НовГУ им. Ярослава Мудрого, Великий Новгород, Россия*

13.40-13.55 Рентгенотопографическое, электронно-микроскопическое и металлографическое изучение процесса снятия напряжений несоответствия в гетеросистемах

Е.М. Труханов, А.В. Колесников, А.Ю. Красотин, А.К. Гутаковский, <u>М.М. Качанова</u>, А.С. Дерябин, Л.В. Соколов, А.П. Василенко Институт физики полупроводников СО РАН, Новосибирск, Россия

13.55–14.10 Перерыв - Coffe-break

Председатель: И.Л. Шульпина

14.10-14.30 Использование вэйвлет преобразования для анализа сигналов и изображений, полученных рентгеновскими методами

М.В. Чукалина¹, Х. Функе²

¹Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов РАН, г. Черноголовка, Россия ²Источник синхротронного излучения, Гренобль, Франция

14.30-14.45 Применение вейвлет-анализа для устранения фоновой неоднородности поляризационно-оптических изображений дефектов структуры монокристаллов

В.А. Ткаль, А.О. Окунев, Л.Н. Данильчук, М.Н. Петров, А.А. Андреев *НовГУ им. Ярослава Мудрого, Великий Новгород, Россия*

14.45-15.00 Вейвлет-анализ топографических изображений дефектов структуры монокристаллов

В.А. Ткаль, А.О. Окунев, Л.Н. Данильчук, М.Н. Петров, А.А. Андреев *НовГУ им. Ярослава Мудрого, Великий Новгород, Россия*

Председатель: В.А. Бушуев

15.00-15.20 Подведение итогов и принятие решения семинара

15.40 Обед

17.00-19.00 Прибытие на Речной вокзал в Санкт-Петербурге

СТЕНДОВЫЕ ДОКЛАДЫ (демонстрация с 23 по 25 мая)

1. Влияние пространственной корреляции квантовых точек на диффузное рассеяние рентгеновского излучения

В.А. Бушуев

МГУ им. М.В.Ломоносова, физический факультет, Москва, Россия

2. Динамическая теория резонансной дифракции рентгеновского излучения в геометрии Брэгга для совершенных кристаллов

А.П. Орешко

МГУ им. М.В.Ломоносова, физический факультет, Москва, Россия

3. Рентгенодифракционная диагностика дефектной структуры ионноимплантированных монокристаллов

В.Б. Молодкин, С.И. Олиховский, Е.Н. Кисловский, <u>Е.Г. Лень</u>, Т.П. Владимирова, В.Н. Венгер

Институт металлофизики им. Г.В. Курдюмова НАН Украины, Киев

4. Динамическая теоретическая модель дифракции рентгеновских лучей в несовершенных гетероструктурах

А.П. Шпак, В.Б. Молодкин, С.И. Олиховский, Е.Н. Кисловский, И.М. Фодчук, **<u>Е.С. Скакунова</u>**, Е.В. Первак

Институт металлофизики им. Г.В. Курдюмова НАН Украины, Киев

5. Прецизионное определение состава соединений с помощью случайной и компланарной многоволновых дифракций рентгеновских лучей М.Д. Борча, И.М. Фодчук, Я.Д. Гарабажив

Черновицкий национальный университет им. Ю. Федьковича, Черновцы, Украина

6. Рентгенодифракционные исследования кристаллов кремния, облученных высокоэнергетическими частицами

И.М. Фодчук, **<u>В.В. Довганюк</u>**, Б.И. Гуцуляк

Черновицкий национальный университет им. Ю. Федьковича, Черновцы, Украина

7. Рентгеновская топография и дифрактометрия кристаллов CdTe и CdHgTe **Р.А. Заплитный**, И.М. Фодчук, Т.А. Каземирский

Черновицкий национальный университет им. Ю.Федьковича, Черновцы, Украина

8. Теоретическое обоснование экспериментальных результатов дифракции рентгеновского излучения в монокристаллах при наличии температурного градиента.

В.Р. Кочарян

Институт прикладных проблем физики НАН РА, г. Ереван, Республика Армения

9. Использование обедненного урана в оптике мягкого рентгеновского излучения

И.А. Артюков¹, А.В. Виноградов¹, Д.А. Вихляев³, Д.Л. Воронов⁴, В.В. Кондратенко⁴, А.В. Липин³, В.И. Осташев³, В.А. Пронин³, С.А. Сагитов¹, А.Л. Удовский², Ю.А. Успенский¹, **Р.М. Фещенко**¹

¹Физический институт им. П.Н. Лебедева РАН, Москва, Россия ²Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова, Москва, Россия

³Российский Федеральный ядерный центр – Всероссийский научно-исследовательский институт технической физики им. Е.И. Забабахина (РФЯЦ – ВНИИТФ), Снежинск, Россия

⁴Харьковский политехнический институт, Харьков, Украина

10. Определение природы дефекта упаковки тремя независимыми методами рентгеновской топографии

В.Г. Анисимов¹, Л.Н. Данильчук¹, И.Л. Шульпина²

¹Новгородский государственный университет им. Ярослава Мудрого, Великий Новгород, Россия.

²Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, г. Санкт-Петербург, Россия

11. Влияние интерференционного поглощения на дифракционное изображение краевых дислокаций

<u>И.А. Смирнова</u>¹, Э.В. Суворов¹, Е.В. Шулаков² Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка, Россия ²Институт проблем технологии микроэлектроники РАН, Черноголовка, Россия

12. TEM study of the effect a structure of interface on crystalline quality of heteroepitaxial layers GaN

A.A. Sitnikova, S.G. Konnikov, M. Mynbaeva, M. Odnoblyudov, V. Bougrov, T. Lang Ioffe Physical-Technical Institute of RAS, Saint-Petersburg, Russia

13. Изучение дефектов структуры монокристаллических сплавов Bi+Sb методом двухкристальной топографии в геометрии Брэгга

Ю.В. Тимофеева, Л.Н. Данильчук, А.О. Окунев, В.Г. Анисимов, В.А. Ткаль Новгородский государственный университет им. Ярослава Мудрого, Великий Новгород, Россия.

14. Изучение дефектов структуры монокристаллических сплавов Bi+Sb методом рентгеновской топографии на основе эффекта Бормана

Ю.В. Тимофеева, Л.Н. Данильчук, А.О. Окунев, В.А. Ткаль

Новгородский государственный университет им. Ярослава Мудрого, Великий Новгород, Россия.

15. Анализ влияния яркостного разрешения поляризационно-оптических и топографических изображений на эффективность вейвлет-обработки

В.А. Ткаль, А.О. Окунев, М.Н. Петров, Л.Н. Данильчук, М.М. Прашка

Новгородский государственный университет им. Ярослава Мудрого, Великий Новгород, Россия

16. Теория дифракции рентгеновских лучей на многослойной структуре с поверхностным рельефом <u>А.В. Карпов¹</u>, В.И. Пунегов^{1,2}

¹Сыктывкарский государственный университет, Сыктывкар, Россия ²Коми научный иентр УрО РАН, Сыктывкар, Россия

17. Исследование плёнок CaF2, Al и 3d-металлов от Sc до Cu методом полного внешнего отражения рентгеновского излучения

В.Н. Сивков, С.В. Некипелов, А.П. Петраков, Д.В. Сивков, Л.Л. Ширяева Сыктывкарский государственный университет, Сыктывкар, Россия

18. Теория дифракции на сверхрешётке со сложным периодом <u>**Л.В. Казаков**</u>¹, В.И. Пунегов^{1,2}, Н.Н. Фалеев³ ¹Сыктывкарский государственный университет, Сыктывкар, Россия ²Коми научный центр УрО РАН, Сыктывкар, Россия ³University of Delaware, 19716 Delaware, USA, 140 Evans Hall, Newark

АННОТАЦИИ ДОКЛАДОВ

EIKONAL TAKAGI-TAUPIN THEORY FOR STRONGLY DISTURBED CRYSTALS

B.W. Adams

Argonne National Laboratory, Argonne, IL 60439, USA adams@aps.anl.gov

A theory of x-ray diffraction in disturbed crystal is presented that combines the Takagi-Taupin theory with the eikonal theory. This makes the language of perfect-crystal dynamical diffraction theory (dispersion surface, tie point, etc.) available for use with a disturbed crystal, while at the same time maintaining the full precision of the wave-optical approach of the Takagi-Taupin theory. The combined theory is based upon the introduction of an eikonal phase whose gradient is essentially a contribution to the wave vectors of the diffracting waves. By making this phase spatially dependent, the wave vectors can be made to follow the excitation regions on the locally approximated dispersion surface. The eikonal phase is determined in an optimization procedure that provides the best global approximation to the excitation points of perfect-crystal dynamical diffraction. The theory was originally developed for use with time-dependent x-ray diffraction in the context of x-ray free-electron lasers. However, given the above features, it should be interesting also for static cases.

X-RAY REFLECTIVITY FROM MAGNETIC NANOLAYERS

M.A. Andreeva

Faculty of Physics, M.V. Lomonosov Moscow State University, Moscow, Russia E-mail: marina@ttk.ru

The problems in the theoretical treatment and interpretation of the nuclear resonant reflectivity spectra and X-ray resonant magnetic reflectivity spectra are considered. The interference suppression or enhancement of different contributions to the reflectivity spectrum as well as the standing wave influence on the reflectivity spectrum is analyzed. The limitations of the kinematical and dynamical formula for the Bragg peak position are discussed. Some integral parameters of the reflectivity such as the Bragg peak position or the integrated intensity of the Bragg peak are connected with the optical functions of the resonant layers and their depth distribution (in particular with the magnetic moment of resonant atoms). The examples of the experimental spectrum treatment are given.

DETERMINATION OF NATURE OF STACKING FAULTS BY THREE INDEPENDENT X-RAY TOPOGRAPHY METHODS

V.G. Anisimov¹, L.N. Danil'chuk¹, I.L. Shul'pina² ¹Yaroslav-the-Wise Novgorod State University,

 ¹ Yaroslav-the-Wise Novgorod State University, Veliky Novgorod, Russia
² Ioffe Physical-Technical Institute of RAS, Saint-Petersburg, Russia. E-mail: dln@novsu.ac.ru

The growth stacking faults in silicon single crystal were studied by different independent methods: X-ray topography on the basis of Borrmann effect, Lang topography and double crystal topography. Nature of stacking faults determinated by these methods were of the same type.

LASER-ELECTRON X-RAY SOURCE FOR MEDICAL DIAGNOSTICS

I.A. Artyukov¹, E.G. Bessonov¹, <u>A.V. Vinogradov</u>¹, M.V.Gorbunkov¹, B.S. Ishkhanov³, P.V. Kostrykov², Yu.Ya. Maslova¹, V.G. Tunkin², Yu.V. Shabalin¹, A.V. Poseryaev³, Yu.A. Uspenskii¹, R.M. Fechtchenko¹, V.I. Shvedunov³

¹P.N. Lebedev Physical Institute, 119991 Russia, Moscow Leninskii Prospect 53

²International Laser Center of Moscow State University, 119899 Russia, Moscow, Vorobyevy Gory

³Nuclear Physics Institute of Moscow State University, 119899 Russia, Moscow, Vorobyevy Gory

E-mail: vinograd@sci.lebedev.ru

The extension of coherent X-ray sources to multikeV energies and high intensities is associated with free electron lasers (FEL). FELs under construction are large and expensive facilities and are considered as X-ray sources of unprecedented power and flux density for fundamental studies but not for practical applications. On the other hand fast developments of lasers and particle accelerators during last two decades considerably influenced medical clinical technologies in many fields including cardiology, oncology, urology et. al. Further progress is expected from combining of a laser and a particle accelerator in one device for efficient X-ray generation. We present a project of a compact repetitive dichromatic X-ray source for medical applications on the basis of novel laser and electron accelerator systems. X-rays originate from Thomson scattering of counter propagating laser and electron beams. Such a "laser-accelerator" approach is very flexible to provide X-ray beam we consider here coronary angiography - the leading method to image coronary arteries. A brief survey of recent papers devoted to laser-based hard X-ray sources for medical diagnostics will be presented.

THE USE OF DEPLETED URANIUM IN THE SOFT X-RAY OPTICS

I.A. Artioukov¹, <u>**R.M. Feshchenko**</u>¹, V.V. Kondratenko⁴, A.V. Lipin³, V.I. Ostashev³, V.A.Pronin³, S.I. Sagitov¹, A.L. Udovskii², Yu.A. Uspenskii¹, D.A. Vikhlyaev³, A.V. Vinogradov¹, D.L. Voronov⁴

¹P. N. Lebedev Physical Institute, 119991 Leninski Pr 53, Moscow, Russia

²A.A.Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science, 119991 Leninski Pr 53, Moscow, Russia

³Russian Federal Nuclear Center – VNIITF, 456770 Vasilyeva st. 13, Snezhinsk, Russia

⁴Kharkov Polytechnical Institute, 310002 Frunse st. 21, Kharkov, Ukraine E-mail: rusl@sci.lebedev.ru

The use of depleted uranium (DU) and DU-based compounds is shown to increase significantly the performance of grazing incidence and multilayer mirrors intended for the wavelength interval 3–6 nm. This advantage is caused by the unique optical constants of uranium, which has the high optical density and low absorption simultaneously over the spectral range 3-6 nm [1]. Grazing incidence mirrors covered with DU are shown to provide reflectivity as high as 50 % at the grazing angle of 10 degrees. Normal incidence multilayer mirrors based on DU enable an increase of the peak reflectivity by a factor 1.3 as compared with ones based on 3d-elements while the integral reflectivity increases by factor 2 [1]. However the high chemical reactivity of pure DU hampers its usage and forces to use compounds instead of pure depleted uranium. It was shown [1] that many DU-compounds are compatible with carbon, which makes possible the fabrication of high-quality DU/C multilayer coatings. Several attempts to deposit DU thin films with protective carbon layer or without it have been made. They demonstrated that DU tends to oxidize in the air fairy quickly [2]. In this paper the results of the new deposition experiments with depleted uranium and its compounds are also reported. Further prospects of the DU based grazing incidence and multilayer optics are considered. The present work was supported under ISTC project #2297.

[1] I.A. Artioukov, R.M. Fechtchenko, A.L. Udovskii, Y.A. Uspenskii, A.V. Vinogradov, "Soft X-ray multilayer mirrors based on depleted uranium", NIM A **517** 1-3, 372-377 (2004).

[2] I.A.Artiukov, R.M.Feshchenko, V.V.Kondratenko, A.V.Lipin, V.I.Ostashev, V.A.Pronin, S.I.Sagitov, Yu.A.Uspenskii, D.A.Vikhlyaev, A.V.Vinogradov, D.L.Voronov, Soft x-ray optics based on depleted uranium,

Izvestya Vusov (Physics) (accepted for publication), International conference Vacuum ultraviolet spectroscopy and radiation interaction with condensed matter VUVS2005, Irkutsk 18-22 July 2005.

МЕТОДЫ МИКРОСКОПИИ И МИКРОТОМОГРАФИИ НА ДЛИНАХ ВОЛН РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ 0,5 - 2,5 А

В.Е. Асадчиков, А.В. Бузмаков, Р.А. Сенин

Институт кристаллографии имени А.В.Шубникова РАН, 117333 Москва, Ленинский просп., д.59 E-mail: asad@ns.crys.ras.ru

The progress in such areas as nanotechnology, polymeric technology, microbiology and medical diagnostics, is associated with development of nondestructive methods which get to know objects internal structure, with high resolution. The most convenient, and sometimes unique, way for such analysis remains the using of X-ray irradiation. In many cases scientists require 3-D model of density distribution (or X-ray absorption) of object. The computer tomography (CT) make it's possible.

In the present work the method of tomography experiment using 0.7-2.2 E wavelengths was developed and improved. The opportunity to use X-ray diffractometers for this goal is shown. Experimental setup of laboratory microtomograph was designed and developed. Using this device provide possibility to obtain resolution 10-20 mkm at field of vision about 10 mm.

The spatial pattern of 2 bioobjects was investigated by X-ray tomography technique with resolution 0.01-0.2 mm. that is better then resolution of commercial medical tomographs. A reconstruction of human's brain epiphysis in norm and morbid affection by Altsgamer and schizophrenia was obtained. For the first time fact of significant calcium salt content decreasing in the presence of pathology was found.

For the first time reconstructions of 3-D structure of the bones of gecko Pachydactylus bibroni with typical size of details about 10 mkm was performed. All typical patterns of cannon-bones were obtained. Results of X-ray experiments and histological study don't allow making a conclusion about decalcification of these reptile's bones during space-flight.

The possibility to use 2 kind of magnifying X-ray optical elements with a laboratory X-ray source is considered.

A X-RAY TOPOGRAPHY STUDY OF MICROSEGREGATION IN CRYSTALS

I.Zh. Bezbakh¹, B.G. Zakharov¹, **I.A. Prokhorov**¹, I.L. Shul'pina²

¹Space Materials Science Research Centre of the Crystallography Institute RAS, Akademicheskaya 8, 248640 Kaluga, Russia ²Ioffe Physico-Technical Institute RAS, Politekhnicheskaya 26, 194021 St. Petersburg, Russia

E-mail: zakharov@kaluga.rosmail.com

Variations of the crystal growth rate give rise to changes in the incorporation of impurities and to the formation of growth striations. Such concentration inhomogeneities reflect peculiarities of heat/mass transfer in the vicinity of the crystallization front, and currently are the main source of information about both the crystallization process features and disturbing effects of various external factors. This modulated impurity profile induces corresponding changes in the lattice parameter and these changes can be revealed by X-ray topography. This paper presents the results of application of X-ray topography methods together with the digital image processing and spectral analysis of signals to characterize concentration microinhomogeneities in crystals. Using the crystal lattice strain peculiarities in such layered structures the methods for optimisation of conditions for X-ray topographical revealing of growth striations are suggested to obtain quantitative information about amplitude and spatial characteristics of composition fluctuations.

PRECISION DETERMINATION **OF COMPOUND STOCHIOMETRIC COMPOSITION WITH** COINCIDENTAL AND COPLANAR X-RAY MULTIPLE DIFFRACTIONS

M.D. Borcha, I.M. Fodchuk, Ya.D. Garabazhiv

Chernivtsi national university by Y.Fedkovich, 2, Kotsubinskiy str., Chernivtsi, Ukraine, 58019 E-mail: ifodchuk@chv.ukrpack.net

The technique of the absolute lattice parameter determination for the cubic single crystals has been proposed. It uses the coincidental and coplanar X-ray multiple diffractions realizable at the superposition of two multi-beam reflections at the certain stochiometric composition of the $Cd_rHg_{1,r}Te \mu Si_{1,r}Ge_r$ crystals. By the example of silicon and cadmium telluride the efficiency of this technique has been demonstrated. The algorithm for the calculation of the X-ray multiple diffractograms has been developed using semi-kinematical approximation of theory of X-ray scattering. It permits to carry out quantitative analysis of experimental results more thoroughly. Using simulation it has been determined that sensitivity of change of distance between multiple diffraction peaks to change of lattice parameter is $\Delta \phi / \Delta a \approx 13.3$ sec of arc/10⁻⁶ Å in the region of coincidental and coplanar X-ray multiple diffractions.

ATOMIC STRUCTURE OF AMORPHOUS SILICON AND GERMANIUM NEAR AN INTERFACE WITH SILICON CRYSTAL

<u>N.I. Borgardt</u>¹, M. Seibt², K. Thiel² ¹ Московский государственный институт электронной техники (технический университет), 124498, проезд 4806, д. 5, Москва, Зеленоград, Россия ² 4-й Физический институт Геттингенского университета, Геттинген, ФРГ e-mail: lemi@lemi.miee.ru

The atomic structure of the interface between amorphous silicon and crystalline Si(111) substrate was investigated by means of quantitative high-resolution electron microscopy. It was found that the symmetry of the silicon crystal effects on the position of silicon atoms in the amorphous part of the interface. The twodimensional distribution function of silicon atoms on the amorphous side of the interface is compared with that of germanium atoms.

SLICED MULTILAYER GRATINGS (SMG) AS SPECTRAL ELEMENTS FOR THE WAVELENGTH INTERVAL 4.4-25 NM

E.A. Bugaev², <u>**R.M. Feshchenko**</u>¹, V.V. Kondratenko², V.P. Petukhov³, A.V. Vinogradov¹, D.L. Voronov², V.A. Tokarev⁴

¹P. N. Lebedev Physical Institute, 119991 Leninski Pr 53, Moscow, Russia

²Kharkov Polytechnical Institute, 310002 Frunse st. 21, Kharkov, Ukraine

³Nuclear Physics Institute of MSU, 119899 Lenickie Gory, Moscow, Russia

⁴RFNC-VNIIEF, 607190 Prospect Mira 37, Sarov, Russia E-mail: rusl@sci.lebedev.ru

The soft X-ray range 4.4-25 nm has wide applications in the modern X-ray optics, plasma physics and material science. For the last 15 years new dispersive X-ray optical elements - sliced multilayer gratings (SMG) [1] have been designed fabricated and tested for the use in this spectral region. They include Mo/Si SMGs, which work for wavelengths 12.5-25 nm, as well as Co/C ones, which are specially designed for the "carbon window" of 4.4-5 nm. The latter region is of a particular interest since it is situated near the carbon K absorption edge at 4.37 nm where organic samples are relatively transparent, which enables utilizing X-ray microscopy and spectromicroscopy techniques to study biological and other organic specimens. In addition both types of sliced multilayer gratings were used to obtain plasma spectra.

In this paper the history, optical properties and future prospects of SMG gratings are presented. The recent achievements in their fabrication and testing are also reported [2-3]. The important analogy between sliced multilayer gratings and asymmetrical crystals is considered [4]. The present work was supported under ISTC project #1794.

[1] R.M. Fechtchenko, A.V. Vinogradov, D.L. Voronov, "Optical properties of sliced multilayer gratings", Opt. Commun. **210** (2001), 179-186.

[2] E. A. Bugaev, R. M. Feshchenko, A. V. Vinogradov, D. L. Voronov, V. A. Tokarev, V. P. Petukhov, Dispersive properties of *Co/C* sliced multilayer gratings for the 4.4-5 nm wavelength interval, Proc. SPIE 5974 (2005) 476-483 (Channeling 2004 2-6 November 2004 Rome Frascati).

[3] E. A. Bugaev, R. M. Feshchenko, A. V. Vinogradov, D. L. Voronov, V. A. Tokarev, V. P. Petukhov, Sliced multilayer gratings (SMG) based on Co/C multilayer coatings for the carbon window (4.4-5 nm), Proc. SPIE 5918 (2005) 309-318 (SPIE 2005 annual symposium).

[4] А.В. Виноградов, Р.М. Фещенко, В.А. Чернов, "О применении совершенных кристаллов в рентгеновской спектроскопии высокого разрешения", Письма в ЖЭТФ 78 (10) рр. 1118-1120 (2003).

BRAGG AND LAUE DIFFRACTION OF THE X-RAY FREE-ELECTRON LASER PULSES

V.A. Bushuev

M.V.Lomonosov Moscow State University, Leninskie Gori, 119992 GSP-2 Moscow, Russia E-mail: vabushuev@yandex.ru

The problem of dynamical diffraction of any X-ray pulses in the Bragg and in the Laue cases in a crystal with any thickness and coefficient of asymmetry of reflection is resolved. The analysis of transformation of the form and duration of pulses in process of diffraction and spreading in a space is conducted. It is shown, that the most optimum for exception of a reflected pulse smearing is the symmetrical Bragg case.

TIME COMPRESSION OF X-RAY PULSES UNDER CONDITIONS OF BRAGG DIFFRACTION

V.A. Bushuev

M.V.Lomonosov Moscow State University, Leninskie Gori, 119992 GSP-2 Moscow, Russia E-mail: vabushuev@yandex.ru

In the present paper on the basis of our previous results the opportunity of time compression of pulses, i.e. the reduction of their duration in the result of the Bragg reflection is investigated. It is shown, that at incidence on a crystal of a chirp pulse, the instantaneous frequency of radiation of which linearly depends on time, and the phase - as squared, it is possible practically ten-divisible reduction of duration of a reflected pulse in comparison with an incident pulse, having duration of the order 1-10 fs. The reduction of duration of a diffracted pulse is caused by that a frequency spectrum of an incident chirp wave package become wider and can be compared (or even to exceed) with spectral width of a plane-wave curve of diffraction reflection.

INFLUENCE OF SPACE CORRELATION OF QUANTUM DOTS ON X-RAY DIFFUSE SCATTERING

V.A. Bushuev

M.V.Lomonosov Moscow State University, Leninskie Gori, 119992 GSP-2 Moscow, Russia E-mail: vabushuev@yandex.ru

The statistical kinematical theory of X-ray diffuse scattering on crystals with nanometers quantum dots is constructed, which takes into account mutual correlation of a space arrangement of quantum dots.

BRAGG DIFFRACTION OF X-RAYS WITH THE TWODIMENSIONAL-LIMITED WAVEFRONT

V.A. Bushuev, A.P. Oreshko

M.V.Lomonosov Moscow State University, Physical Department, Vorob'evy Gory, 1, 119992 Moscow, Russia E-mail: oreshko@mail.ru

Design, development and optimisation of beamline x-ray optics for modern synchrotrons as well as for the emerging ERL and X-FEL sources would be hardly possible without a user software, capable of correct calculation of wavefront propagation through various types of optical elements.

One of the most complicated problems is an accurate and effective description of perfect single crystal monochromators. We have developed a fast and compact software module, based on a full analytical solution for electromagnetic field propagation through a diffracting crystal. The software can handle incoming wave with an arbitrary space distribution of the wave field amplitude and phase. Given a description of the monochromator crystal (material, reflection parameters, crystal thickness), the module delivers the outgoing wave field in the Bragg-reflected and transmitted beams on the exit surfaces and in vacuum at any distance from the monochromator.

In a case of very narrow beams there is the large divergence of the incident radiation results in a strongly oscillating amplitude across the diffracted and transmitted waves. This can make dynamically scattering single crystals unacceptable as monochromators or analysers for such types of beams. To avoid the problem, one can use crystals thinner than the extinction length. An effective choice can be the monochromator thickness equal to the half of the extinction length. Such optics ensures strong scattered amplitudes but also suppresses the oscillating behaviour of the spherical incident wave component.

The developments planned for the nearest future include diffraction in Laue geometry, reflection from mirrors and nesting of multiple optical elements.

SIMULTANEOUS TREATMENT OF DIFFERENT X-RAY ROCKING CURVES FROM MULTILAYER HETEROSTRUCTURES

M.A. Chuev¹, A.A. Lomov², R.M. Imamov², S.A. Sustavov³ ¹Institute of Physics & Technology, Russian Academy of Sciences, Nakhimovskii pr. 36-1, 117218 Moscow, Russia ²A.V. Shubnikov Institute of Crystallography, Russian Academy of Sciences, Leninskii pr. 59, 119333 Moscow, Russia ³Moscow Engineering Physics Institute, Kashirskoe Shosse 31, 115409 Moscow, Russia E-mail: chuev@ftian.oivta.ru

The X-ray diffraction method has shown high sensitivity in studies of structural distortions arising in hetero-epitaxial structures, superlattices, heterostructures with quantum layers, quantum wires and/or quantum dots due to, first of all, its non-destructive nature. The presence of thin layers with sharp interfaces in the structures studied results in the appearance of a large number of oscillations (interference beats) in X-ray rocking curves within rather wide angular range. Analysis of the experimental X-ray rocking curves allows one easily to evaluate the real structure parameters, in particular, smearing interfaces in the heterostructures investigated. However, the problem of uniqueness of the structural model found within the analysis remains to some extent.

As our preliminary studies have shown, this problem can be essentially resolved in the framework of simultaneous analysis of several X-ray rocking curves from different crystallographic planes.

In the present work, the general mathematical approach is realized for simultaneous treatment of several Xray rocking curves from different crystallographic planes. Such an analysis of experimental X-ray rocking curves for (004), (113) and (115) reflections from the single quantum well GaAs-In_xGa_{1-x}As/GaAs(001) heterostructure have been carried out. This approach allows one to restore the depth profiles of the lattice mismatch and meansquare displacements of atoms from regular positions for particular layers as well as to estimate the anisotropy of in-plane and normal-to-plane random atom displacements. The general formalism for simultaneous treatment of an arbitrary array of different experimental data can be efficiently applied not only within an analysis of several X-ray rocking curves for various reflections, but also within an analysis of experimental data obtained by different techniques which are sensitive to the same set of structural parameters. In particular, a simultaneous treatment of the high-resolution X-ray diffraction and grazing incidence X-ray scattering data seems to be very perspective.

This work was financially supported by the Russian Foundation for Basic Research (grant No. 05–02–17585) and the State Contract No. 02.43.11.7058.

QUALITATIVE ANALYSIS OF SOLUTIONS OF THE TAKAGI EQUATIONS FOR HETEROSTRUCTURES WITH A VARIABLE ELECTRONIC DENSENESS

<u>A.A. Dyshekov</u>¹, Yu.P. Khapachev¹ and R.N. Kyutt²

¹Kabardino-Balkarian state university, Nalchik, Tchernyshevskogo 173 ²Ioffe Physical-Technical Institute of RAS, Saint-Petersburg, Russia. E-mail: rsa@kbsu.ru

The qualitative analysis of possible types of solutions of the Takagi equations for heterostructures is carried out in view of a modification of a strain and electronic denseness. The possibility reduce of a problem to a case of a pure strain is shown. For heterostructures with a monotonic modification of a strain and electronic denseness the requirement of existence of a Bragg maxima is obtained in the total diffraction reflection area of a ideal crystal.

X-RAY STRUCTURE INVESTIGATIONS OF SILICON CRYSTALS IRRADIATED BY HIGH-ENERGY PARTICLES

I.M. Fodchuk, V.V. Dovganyuk, B.I. Guzulyak

Chernivtsi national university by Y.Fedkovich, 2, Kotsubinskiy str., Chernivtsi, Ukraine, 58019 E-mail: ss-dpt@chnu.cv.ua

In this work the results of research by X-ray diffractometry methods (diffraction reflection curves, x-ray acoustic resonance) of relaxation processes in Cz-Si samples irradiated by high-energy particles are given and some regularities of change of silicon monocrystals during long natural aging are determined.

SIMULATION OF X-RAY DIFFRACTION IMAGES OF DISLOCATION LOOPS

I.M. Fodchuk, S.N. Novikov, D.G. Fedortsov. Chernivtsi national university by Y.Fedkovich, 2, Kotsubinskiy str., Chernivtsi, Ukraine, 58019 E-mail: ss-dpt@chnu.cv.ua

The numerical simulation of section topographs of silicon crystals containing single gliding and prismatic dislocation loops is performed. It is shown, that in the case of different crystalographic and space location the significant transformations occur.
X-RAY INVESTIGATION OF CELLULOSE

V.V. Guzei, P.V. Musihin, A.P. Petrakov

Syktyvkar State University, Syktyvkar, 167001, Russian Federation. E-mail: petrakov@syktsu.ru

The method of Bragg reflection profiles and high resolution x-ray diffractometry are used in a study of the physics and chemical influence on structure cellulose. Cellulose come out of coniferous tree. The result of this investigation is an initial unit cell determination and on size crystallite. Quantity crystallite depend on physics and chemical influence.

DISLOCATIONS AND DISCLINATIONS IN CYLINDRICAL NANOSTRUCTURES

<u>M.Yu. Gutkin</u>^{1,2}, A.G. Sheinerman¹ ¹ Institute of Problems of Mechanical Engineering, Russian Academy of Sciences, Bolshoj 61, Vasil. Ostrov, St. Petersburg 199178, Russia ² St. Petersburg State Polytechnical University, Politekhnicheskaya 29, St. Petersburg 195251, Russia E-mail: gutkin@def.ipme.ru

We give an overview of our recent results on theoretical modeling of dislocations and disclinations in nanolayered cylindrical structures. A detailed analysis is given of the conditions for the generation of misfit-induced defects (misfit dislocations, misfit wedge disclinations and disclination dipoles, periodical arrays of misfit wedge disclinations, and misfit-dislocation walls) in two-phase cylindrical nanocomposites. It is shown that the nucleation of the above defects may be favoured in some range of parameters which include substrate and film thicknesses, misfit eigenstrain, and disclination strength or dislocation wall misorientation angle. A similar problem for a dipole of misfit dislocations, which are located at the boundaries of a misfitting nanoscale film on the cylindrical surface of an inner void in an infinite solid, is also considered. A boundary value problem in the theory of elasticity is solved for the first time for a straight wedge disclination located in the wall of a hollow nanotube. The solution is found by means of the modified method of surface virtual disclinations. The stress fields are given by Fourier series which converge fast. It is shown that the solution obtained may directly be used for calculation of the stress fields of edge dislocations in hollow nanotubes.

X-RAY INTERFERENCE TOPOGRAPHY OF EPITAXIAL SYSTEM Si/GeSi/Si (001), USING SPHERICAL WAVE CONDITIONS

A.S. Ilin¹, A.P. Vasilenko¹, <u>**E.M. Trukhanov**</u>¹, A.V. Kolesnikov¹, A.A. Fedorov²

¹Institute of Semiconductor Physics SB RAS, Novosibirsk, Lavrenteva ave. 13 ²L-NESS and INFM Dipartimento di Fisica del Politecnico di Milano Via Anzani 52, Como 22100 E-mail: trukh@isp.nsc.ru

Interference effects associated with X-ray scattering from epi-Si/GeSi/Si(001) heterosystem are investigated. The thickness of the GeSi intermediate layer is varied during the molecular beam epitaxy growth technique to demonstrate this layer influence on rocking curve and topographic image, which were got for Bragg – case geometry. Using the spherically curved monochromator results in a manifestation of rocking curves on topograph. Two topography images simulated in the framework of semikinematical approach are presented for various angle ranges (200 and 1400 arcsec.). The first of them demonstrates the main contrast peculiarities observed in the experimental topograph. The latter gives possibility to explain the nature of the angular deviations between four nonparallel interference vanishing lines. The phenomena of these angular deviations results in new possibilities for precise control of intermediate layer.

THEORY OF X-RAY DIFFRACTION ON A SUPERLATICE WITH COMPLICATED LATTICE SPACING

<u>D.V. Kazakov</u>¹ V.I. Punegov^{1,2}, N.N. Faleev³ Syktyvkar State University, Syktyvkar, 167001, Russian Federation.

²Komi Scientific Center Uralian Branch RAS, Syktyvkar, 167001, Russian Federation. ³University of Delaware, 19716 Delaware, USA, 140 Evans Hall, Newark. E-mail: kazakovdimv@mail.ru

The statistical kinematical X-ray diffraction theory is considered to describe reciprocal-space maps (RSMs) from superlatice with complicated lattice spacing. The general solutions for coherent and diffuse components of the scattered intensity in reciprocal space are obtained. By simulation of measured scattering the superlattice with complicated lattice spacing is investigated. Using the framework of a mosaic crystal model the diffuse contribution is estimated.

THE THEORY OF X-RAY DIFFRACTION ON MULTILAYERS WITH SURFACE RELIEF

<u>**A.V. Karpov**</u>¹, V.I. Punegov^{1,2} 'Syktyvkar State University, Syktyvkar, 167001, Russian Federation. ²Komi Scientific Center Uralian Branch RAS, Syktyvkar, 167001, Russian Federation. E-mail: punegov@syktsu.ru

The theory of x-ray diffraction on multilayers with a surface relief is developed. The analytical solutions for sinusoidal, rectangular and trapezium profiles of surface gratings are obtained. The numerical modeling of xray diffraction for a different kind of relief s is carried out. The features of angular distribution of scattered intensity for considered multilayer diffraction gratings are shown.

HRXRD INVESTIGATIONS OF LATERAL MODULATION OF **COMPOSITION AND 2D – 3D STRUCTURAL TRANSITIONS IN** MULTILAYERED PERIODIC STRUCTURES In_xGa_{1-x}As/GaAs

V.P.Kladko, V.F.Machulin, O.M.Yefanov, M.V.Slobodyan, V.V.Strelchuk V.Lashkaryov Institute of Semiconductors Physic NAS of Ukraine, 03028 pr. Nauki 45. Kviv, Ukraine

Methods HRXRD investigate multilayered structures In_xGa_{1-x}As/GaAs with the quantum wells, received MBE. Heterogeneity of structure of quantum holes on thickness, and also on the area is established. Influence of variations of structure of a firm solution on distribution of elastic deformations in layers, and also on transition from two-dimensional (2D) pseudomorphic growth to three-dimensional (3D) – islands is analyzed.

DARWIN DYNAMICAL DIFFRACTION THEORY FOR LATERAL **STRUCTURES**

<u>S.I. Kolosov</u>¹, V.I. Punegov^{1,2} ¹Syktyvkar State University, Syktyvkar, 167001, Russian Federation. ²Komi Scientific Center Uralian Branch RAS, Syktyvkar, 167001, Russian Federation. E-mail: punegov@syktsu.ru

The method of Darwin's recursion formulae for the description of dynamical diffraction in planar crystals is generalized on the lateral structures. The numerical calculations for diffraction curve are carried out. It is shown, that with increase lateral sizes of a crystal the diffraction curve is transformed in «Darwin's table».

SUPERCONDUCTING LINEAR ACCELERATORS FOR THE SOURCES OF THE COHERENT SYNCHROTRON RADIATION

D. Kostin for the TESLA Collaboration

Deutsches Elektronen-Synchrotron DESY, Notkestrasse 85, 22607 Hamburg Germany E-mail: dkostin@mail.desy.de

Many scientific disciplines ranging from physics, chemistry and biology to material sciences, geophysics and medical diagnostics need a powerful X-ray source with pulse lengths in the femtosecond range. This would allow, for example, time-resolved observation of chemical reactions with atomic resolution. Such radiation of extreme intensity, and tunable over a wide range of wavelengths, can be accomplished using high-gain freeelectron lasers (FEL).

Successfully put into operation, the VUF-FEL at DESY with a wavelength of 32 nm, with ultra-short pulses (25 fs FWHM), a peak power at the Gigawatt level, and a high degree of transverse and longitudinal coherence. This is the shortest wavelength achieved with an FEL to date and an important milestone towards a user facility designed for wavelengths down to 6 nm. With a peak brilliance exceeding the state-of-the-art of synchrotron radiation (SR) sources by seven orders of magnitude, this device opens a new field of experiments, and it paves the way towards sources with even shorter wavelengths, such as the European X-ray Free Electron Laser Facility XFEL in Hamburg, Germany. Linac based XFELs should provide transverse coherent X-rays at wavelengths down to 1 Å in pulses of 100 fs duration with dark intervals between pulses ranging from nanoseconds up to seconds in a most flexible way. Peak brilliances would exceed those of third generation SR sources by over ten orders of magnitude.

A basic description of the FEL process and the photon beam properties are presented. Main operating parameters of the VUV-FEL and XFEL are listed. The superconducting linear accelerator (linac) technology used to drive the FELs is explaned.

SUPERCONDUCTING CAVITIES FOR THE FREE-ELECTRON LASER

G.R. Kreps

DESY, Notkestr. 85, 22607 Hamburg, E-mail: guennadi.kreps@desy

For an X –ray laser to work, an electron beam of extremely high quality is required and superconducting accelerating cavities is making it possible. Superconductive technology has advantage to conventional approach because low level wake fields and an effective delivery of the power to the beam. A cavity design combines a large aperture and well damping of high order modes (HOM). The power dissipation in the walls is less then 0.1% to accelerating power at temperature low then 2 K but the high heat conductivity is needed and it is the reason that the cavities are fabricated from a high purity niobium with RRR > 300. All steps of the cavity production and treatment have the goal to make high purity and remove all particles from the niobium surface. A damage layer 150-200 μ m is removed from the inner surface and about 30 μ m from the outer surface by electro polishing and chemical etching (Buffered Chemical Polishing BCP). Heat vacuum treatments at 800 °C and 1400 °C are drive out the gases like hydrogen, oxygen and nitrogen from the niobium. Many steps of high pressure (100 bars) rinsing remove the dirt and dust from the surface. After successfully RF test the cavity is welded in the helium vessel and 8 cavities are mounted in one module.

INVESTIGATIONS OF STRUCTURE INHOMOGENEITY OF PYROCARBON MATERIALS BY ELECTRON MICROSCOPY TECHNIQUES

<u>V.N. Kukin</u>¹, N.I. Borgard¹, A.V. Agafonov², V.O. Kuznetsov²

¹Moscow State Institute of Electronic Technology, Proezd 4806, 5, Moscow, Zelenograd, Russia. ²AO "ТРИ Карбон", 125254, ул. Гончарова, д.5, Москва, Россия E-mail: kukin@lemi.miee.ru

Inhomogeneity of structure of pyrocarbon materials and their phase composition on a different scale were studied by a combination of electron microscopy techniques including electron diffraction, electron energy-loss spectroscopy, bright- and dark-field imaging with diffraction contrast, high-resolution microscopy and scanning microscopy.

HIGH–RESOLUTION X-RAY DIFFRACTOMETRY CHARACTERIZATION OF POROUS InP(001) LAYERS

<u>A.A. Lomov</u>, R.M. Imamov, D. Yu. Prohorov D. Nohavica¹, P. Gladkov¹ Shubnikov Institute of Crystallography, RAS, Leninsky pr. 59, 119333 Moscow, Russia ¹Institute of Radio Engineering and Electronics CAS, Chaberska 57, 18251 Prague 8, Czech Republic

E-mail: a.lomov@ns.crys.ras.ru

The porous InP crystal layer is a very perspective material due to new optoelectronic properties. Therefore structural characterization of this material is of great interest for clarification not only formation mechanism but influence of pore and crystallite sizes on physical properties. The structural properties of (001) oriented InP *n*-type porous layers have been investigated using high-resolution X-ray diffractometry and reflectometry. Porous layers containing current- oriented and crystallographic-oriented pores were prepared by electrochemical etching in aqueous HCl solution at room temperature under different conditions. X-ray reflectivity applied to both type porous layers allows the estimation layer thickness, the porosity depth profile and interface roughness. Triple crystal X-ray diffractometry has been used to obtain cross sections of reciprocal lattice point both substrate and porous layer. From these study the main properties of porous layers: thickness, porosity and deformation of layer; shape, orientation and size of pores; correlation length, pores crystallographic odering were deduced. The obtained X-ray data are compared with electron microscopy results to discuss the influence of the substrate orientation and etching conditions on the porous structure.

SPECIFIC FEATURES OF DIFFRACTION PATTERNS OF NON-STOICHIOMETRY Ca_{1-x}La_xF_{2+x}.

S.K. Maksimov

Moscow State Institute of Electronic Technology Proezd 4806, 5, Moscow, Zelenograd, Russia. E-mail: maksimov@zelnet.ru

It was studied electron diffraction patterns from specimens of $Ca_{1-x}La_xF_{2+x}$ and it was demonstrated in this compound can spring up precipitates of ordering phase and twins. Diffraction patterns from crystals with precipitates and twins have anomalies concerned with regular suppression of reflections. This suppression was observed in diffraction patterns corresponding to matrix, twins and precipitates. It was assumed that suppression in all cases has the same reason caused by dynamic conditions of diffraction.

NEW METHOD OF THE DIFFERENTIAL-INTEGRATED TRIPLE-CRYSTAL DIFFRACTOMETRY OF MICRODEFECTS

V.B. Molodkin, E.N. Kislovskii, S.I. Olikhovskii, <u>**T.P. Vladimirova**</u>, O.V. Reshetnyk, R.F. Seredenko, E.V. Kochelab

G. V. Kurdyumov Institute for Metal Physics of National Academy of Sciences of the Ukraine (IMP NASU), 36, Academician Vernadsky Blvd., Kyiv, Ua-03680, Ukraine

emician vernadsky Bivd., Kylv, Ua-03680, Ul

E-mail: tvlad@imp.kiev.ua

The proposed new method of the differential-integrated triple-crystal X-ray diffractometry of imperfect single crystals has been justified theoretically and experimentally. In Bragg case of X-ray diffraction by single crystals containing homogeneously distributed defects, the formulas have been obtained which establish the analytical relations between the ratio of the integrated intensities of diffuse and coherent peaks at different angular deviations of the investigated crystal, on the one hand, and the ratio of the differential diffuse and coherent scattering intensities both integrated over the Evald sphere near the reciprocal lattice point and expressed via the characteristics of various kind defects, on the other hand. The obtained formulas have been applied to the highly informative characterization of defects by using the angular dependences of the integral parameters of TCD intensity profiles measured from the annealed silicon single crystal which contains chaotically distributed microdefects.

DETERMINATION OF THE LARGE DISLOCATION LOOPS PARAMETERS IN CZ SI AFTER IRRADIATION BY HIGH-POWER ELECTRONS

V.B. Molodkin, <u>A.I. Nizkova</u>, S.I. Olikhovskii, S.V. Dmitriev, V.N. Venger, A.A. Belotskaya

G.V. Kurdyumov Institute for Metal Physics of NASU, 36, Academician Vernadsky Blvd., Kyiv, UA-03680, Ukraine E-mail: nizkova@imp.kiev.ua

The profile of the essensially ununiform distribution of the microdefects in the dislocationsfree Si single crystals have been obtained by measurings of the total integrated reflective power (TIRP) in different conditions of X-ray diffraction, i. e. for the different volumes of the single crystal, enlighted by the beam. In the tach case of diffraction the quantitative determination of the defects statistical characteristics have been fulfiled for the enlighted volume with the using of dynamical theorie for the single crystal with the randomly distributed in the volume microdefects (RDM) and with the disturbed surface layer (DSL). A presence on the surface of single crystal of the remaining broken layer was taken into account by using of the proposed in work DSL model.

TOTAL INTEGRATED REFLECTIVE POWER IN BRAGG GEOMETRY OF SINGLE CRYSTALS WITH RANDOMLY DISTRIBUTED LARGE MICRODEFECTS

V.B. Molodkin, A.I. Nizkova, S.I. Olikhovskii, S.V. Dmitriev, V.N. Venger,

A.A. Belotskaya G.V. Kurdyumov Institute for Metal Physics of NASU, 36, Academician Vernadsky Blvd., Kyiv, UA-03680, Ukraine E-mail: nizkova@imp.kiev.ua

Experimental approbation of diagnostic possibilities of the total integrated refflective power (TIRP) method have been carried out in the Bragg geometry in the case of large randomly distributed microdefects (RDM). The interference absorption coefficient μ_i considerably increases at the increase of degree of asymmetry of reflection In those cases When the upper limit of the Huang scattering region k_m is approximately equal μ_i the TIRP value must be maximal at the aslantsymmetrycal reflection and diminish with the increase of degree of

asymmetry of reflections. Thus asymmetry of azimuthal dependence of normalized TIRP ($r=R_i/R_i$ perf.) RDM appears and grows with the increase of middle radius. This will give in such cases the possibility of diagnostics of the RDM parameters.

X-RAY DIFFRACTION DIAGNOSTICS OF DEFECT STRUCTURE OF ION-IMPLANTED SINGLE CRYSTALS

V.B. Molodkin, S.I. Olikhovskii, E.N. Kislovskii, <u>E.G. Len</u>, T.P. Vladimirova, V.M. Venger

G.V. Kurdyumov Institute for Metal Physics of National Academy of Sciences of the Ukraine (IMP NASU), 36, academician Vernadsky blvd., Kyiv, ua-03680, Ukraine E-mail: len@imp.kiev.ua

The theoretical model of X-ray diffraction in single crystals with structurally disturbed subsurface layer has been developed. The model takes into account diffuse scattering (DS) from defects in the disturbed layer and attenuation of the coherent scattering intensity due to DS. The DS from defects in the crystal bulk has been taken into account as well. Measurements of rocking curves (RCs) from ion-implanted gadolinium gallium garnet single crystals have been carried out. The treatment of measured RCs by using the developed theory has allowed determining both the parameters of strain profiles and the characteristics of structural defects in disturbed layer and crystal bulk of the investigated sample.

SECTION TOPOGRAPHS OF DISLOCATIONS PERPENDECULAR TO SURFACES OF 6H-SIC SINGLE CRYSTALS

A.O. Okunev, L.N. Danil'chuk, V.A. Tkal

Yaroslav-the-Wise Novgorod State University, Veliky Novgorod, Russia E-mail: oao@novsu.ac.ru

Presence of highly perfect crystals with small density of dislocations among SiC crystals which has been grown up by Lely method, allows to carry out the special diffraction experiments directed on finding-out of mechanisms of formation of X-ray diffraction contrast from defects. In this paper results of research of contrast from edge and screw dislocations in SiC, registered by a method of section Lang topography are submitted. Section topographs of edge and screw dislocations with lines along a [0001] direction in 6H-SiC single crystals are received and interpreted. Features of contrast are experimentally investigated at a various positions of dislocations within the Borrmann fan. It is shown, that it is possible to define a signs of Burgers vectors of dislocations from their images on section topographs in this case. The contribution of a long-range deformation field to section images of edge and screw dislocations, perpendicular to crystal surfaces is revealed.

CHARACTERIZATION OF LINEAR DEFECTS IN 6H-SiC SINGLE CRYSTALS BY ROSETTES OF CONTRAST

A.O. Okunev, V.A. Tkal, L.N. Danil'chuk, I.V. Dzjuba

Yaroslav-the-Wise Novgorod State University, Veliky Novgorod, Russia E-mail: oao@novsu.ac.ru

Studying of the linear defects leaving on a surface of SiC substrates has the great importance because such defects, as a rule, will penetrate into epitaxial layers. For the studying of dislocations leaving on a surface of sample, application of a method of the X-ray topography based on the phenomenon of anomalous X-ray transmission (Borrmann effect) is perspective. Under certain diffraction conditions the image of defect looks like the characteristic rosette of intensity. Definition of all main parameters of defect can be carried out from features of the rosette of contrast. In this paper features of X-ray intensity rosettes in a case of dislocation line deviations from a perpendicular to a crystal surface are considered also.

The stress optical method of revealing of defects has shown the efficiency at research of edge and mixedtype dislocations in SiC crystals. It has specially been shown, that this method does not register the screw dislocations having Burgers vector, equal to one parameter c of lattice SiC. At our research of SiC single crystals grown by the modified Lely method birefringence images corresponding to linear defects of various capacity, perpendicular or inclined to surfaces of wafers have been revealed. Rosettes of contrast of the greatest size correspond to micropipes. Birefringence images show, that stress fields around of these specific defects are completely similar to stress fields around of edge dislocations, i.e. show presence of a shear plane $\{1\ \overline{1}\ 00\}$ or

 $\{11\overline{2}0\}$. Investigation of these crystals by a method of back-reflection X-ray topography also show absence of the central symmetry of a deformation field that should be expected from pure screw dislocations. These results contradicts the interpretation of micropipes accepted now as only screw dislocations with a Burgers vectors, multiple to parameter of a cell *c* and forces to assume presence of edge component at these defects. Measurement of stress by a senalmont compensator has shown, that the shear associated to micropipes, accordingly, in 50-150 times more, than for elementary edge dislocations.

THE DYNAMICAL RESONANT X-RAY DIFFRACTION THEORY IN THE BRAGG GEOMETRY FOR THE PERFECT CRYSTALS

A.P. Oreshko

M.V.Lomonosov Moscow State University, Physical Department, Vorob'evy Gory, 1, 119992 Moscow, Russia E-mail: oreshko@mail.ru

Resonant X-ray diffraction is intensively developing method to study details of structural, magnetic and electronic properties of solids. However now analysis of the received results is carried out only on the base of the kinematical diffraction theory, that fact essentially narrows a spectrum of the considered phenomena.

The resonant phenomena of x-ray diffraction are observed near to absorption edges of atoms where, as against usual x-ray diffraction it is impossible to neglect anisotropy of absorption and rotation of a plane of polarization. In this case x-ray polarizability of a crystal is a second rank tensor, containing non zero not diagonal components.

In the present work the dynamical X-ray resonant diffraction theory in the perfect crystals is constructed. It is shown, that the basic equations of the usual dynamical diffraction theory are a special case of the resonant dynamical theory. The possibility of abnormal transmission of radiation with the energy close to energy of absorption edges is shown.

RECENT DEVELOPMENTS IN COMBINED ANALYSER-BASED AND PROPAGATION-BASED PHASE-CONTRAST IMAGING

K.M. Pavlov^{1,2}, Ya.I. Nesterets³, T.E. Gureyev³, D.M. Paganin²

Centre for Synchrotron Science, Monash University, VIC 3800, Australia

²School of Physics, Monash University, VIC 3800, Australia

³CSIRO Manufacturing and Infrastructure Technology, PB 33, Clayton South, VIC 3169, Australia

E-mail: Konstantin.Pavlov@sci.monash.edu.au

X-ray phase contrast imaging (PCI) is a relatively new modality of X-ray imaging that was historically based on absorption contrast. The fast development of PCI was stimulated, in part, by the difficulty of absorption-based imaging to obtain satisfactory contrast for low Z materials, together with the coming on-line of third-generation synchrotron sources. Nowadays, the most developed variants of the X-ray PCI techniques are interferometry, propagation-based PCI (PBPCI) and analyser-based PCI (ABPCI). Usually, the propagation-based and analyser-based PCI methods have been used independently, and only quite recently they were combined into a hybrid technique. It is the purpose of this paper to review this hybrid technique. As shown in recent experimental studies, the new hybrid technique may compensate respective deficiencies of ABPCI (sensitivity to phase variations along one direction only) and PBPCI (more noisy image) whilst combining the advantages of each technique: ABPBI's greater sensitivity and rejection of small-angle scattering, with PBPCI's sensitivity to phase variations in two transverse directions and simplicity of setup. The theoretical approaches developed for the cases of slowly varying transfer functions and the weak-object approximation can be used to solve the inverse problems for the case of a monochromatic source. The polychromaticity and divergence of the source, along with the finite resolution of the detector, can be also taken into account.

X-RAY DIFFRACTION STUDY OF STRUCTURAL FEATURES OF GaSb(Si) SINGLE CRYSTALS GROWN AT DIFFERENT HEAT AND MASS TRANSFER CONDITIONS

I.A. Prokhorov¹, Yu.A. Serebryakov¹, E.N. Korobeynikova¹, B.G. Zakharov¹, V.V. Ratnikov², I.L. Shul'pina²

 ¹ Space Materials Science Research Centre of the Crystallography Institute RAS, Akademicheskaya 8, 248640 Kaluga, Russia
 ² Ioffe Physico-Technical Institute RAS, Politekhnicheskaya 26, 194021 St. Petersburg, Russia E-mail: zakharov@kaluga.rosmail.com

Structural and concentration inhomogeneities, which are normally revealed in crystals by various analytical methods, reflect peculiarities of heat and mass transfer in the vicinity of the crystallization front, and currently are the main source of information about both the crystallization process features and disturbing effects of various external factors. This paper presents the results of application of X-ray topography, double- and triple crystal diffractometry methods together with the digital image processing and spectral analysis of signals to study of structural features of GaSb(Si) single crystals grown at different heat and mass transfer conditions. The crystals under investigation were grown by the vertical Bridgman method with an axisymmetric supply of heat from the top under condition of reduced natural convection and by the Czochralski method characterized by intense non-stationary convection. It has been shown that microinhomogeneity of crystals is defined not only by formation of growth striation caused by non-stationary convection, but also by specific peculiarities of dislocation structure of crystals.

THEORY OF X-RAY DIFFRACTION FROM PORIOUS CRYSTAL

V.I. Punegov^{1,2}

¹Syktyvkar State University, Syktyvkar, 167001, Russian Federation. ²Komi Scientific Center Uralian Branch RAS, Syktyvkar, 167001, Russian Federation. E-mail: punegov@syktsu.ru

The theory of x-ray diffraction from a porous crystal is developed as applied to triple crystal diffractometry. The solutions for coherent and diffuse scattering are obtained within the framework of the statistical dynamical theory Kato. The cylindrical pore model is offered, for which the correlation function is obtained, and also the analytical solutions for correlation volume and correlation area are found. The numerical modeling of x-ray diffraction from a porous layer on a substrate with the account coherent and diffuse components of scattering intensity is carried out.

NUMERICAL MODELING OF X-RAY DIFFRACTION FROM A POROUS LAYER InP

<u>V.I. Punegov</u>^{1,2}, A.A. Lomov³, D.Yu. Prokhorov³, K.D. Shcherbachev⁴, D. Nohavica⁵, P. Gladkov⁵

¹Коми Научный Центр УрО РАН, ул. Коммунистическая д.24, Сыктывкар, Россия
 ²Сыктывкарский государственный университет, Октябрьский проспект 55, Сыктывкар, Россия
 ³⁾Институт кристаллографии РАН, Ленинский пр. 59, Москва, Россия
 ⁴Московский государственный институт стали и сплавов, Ленинский пр. 4, Москва, Россия
 ⁵Institute of Radio Engineering and Electronics, Academy of Sciences CR, Prague, Czech Republic E-mail: punegov@syktsu.ru

The experimental measurements of reciprocal space maps from the wafer with the porous layer InP for two azimuth orientation of the sample are carried out. On the basis of the statistical dynamical theory of x-ray scattering the modeling of diffraction in a porous crystal InP is made. In numerical calculations we took into account the coherent and diffuse scattering. It is shown, that in one of lateral direction the porous layer has quasi periodic structure. The results of calculations are compared to experimental measurements.

DEFECTS AND STRAIN RELAXATION IN INN EPITAXIAL LAYERS

V.V. Ratnikov, R.N. Kyutt, M.P. Scheglov, V.N. Jmerik, S.V. Ivanov

A.F. Ioffe Physical-Technical Institute of RAS Politecnicheskaya 26, St. Petersburg, Russia E-mail: Ratnikov@mail.ioffe.ru

InN layers have been grown by plasma-assisted MBE on Al_2O_3 (0001) substrates using different buffer fabrication techniques: thermo-activated In diffusion into nitrated sapphire during InN buffer annealing, deposition of 20 nm $Al_xIn_{1-x}N$ (x = 0.1 – 0.5) buffer layers and GaN- template on sapphire. Different In / N flux ratio and growth substrate temperature are emploid. The detailed X – ray study of InN samples has performed on double- and triple diffractometers. Strain state and dislocation structure are discussed.

Метод рентгеновской in-line (Габоровской) голографии на лабораторных источниках излучения

<u>Шелоков И.А.¹</u>, Кондаков А.С.¹, Иржак Д.В.¹ 1 - Институт проблем технологии микроэлектроники РАН, Черноголовка e-mail: igor@ipmt-hpm.ac.ru

Few experimental schemes for X-ray in-line holography applications with the laboratory sources are proposed. The degree of spatial coherence of the incident X-ray radiation is the crucial problem for this. One of the way to solve this problem is based on the fact that only spatial coherence of the incident X-ray radiation is needed for the phase contrast image formation. So the point polychromatic radiation source can be used. Another approach to provide the necessary coherence of incident radiation is based on the using of X-ray optical elements. These elements are used to form a secondary source of coherent radiation. The first scheme of such kind was based on the grazing incidence zone plate. A focal line of the zone plate acts as secondary radiation source. Another appropriate X-ray optical element to provide the secondary source of coherent radiation is a thin film X-ray waveguide. A multimode X-ray planar waveguides were created and tested on the laboratory X-ray source with rotating anode. A method for adjusting X-ray planar waveguide in the experimental setup on the base of X-ray reflectometry was proposed.

УПРУГИЕ ПОЛЯ ПОЛОЙ ДИСЛОКАЦИОННОЙ ТРУБКИ, ПЕРПЕНДИКУЛЯРНОЙ ПОВЕРХНОСТИ КРИСТАЛЛА

А.Г. Шейнерман, ¹ М.Ю. Гуткин^{1,2} ¹Институт проблем машиноведения РАН, Большой пр. 61, В.О., Санкт-Петербург, 199178, Россия ²Санкт-Петербургский государственный политехнический университет, Политехническая ул. 29, Санкт-Петербург, 195251, Россия Email: shein@def.ipme.ru

We consider hollow dislocated pipes which arise during growth of semiconductor crystals such as silicon carbide and gallium nitride. Exact analytical expressions are derived for the displacements, strains, and stresses associated with a pipe oriented perpendicular to the free planar surface of an elastically isotropic solid. It is shown that the stress field of the dislocation in the pipe is strongly affected when the exact boundary conditions at the free cylindrical surface of the pipe are taken into account. The influence is strongest in the region around the pipe at distances of the order of the pipe radius from the pipe surface. The results obtained can be useful for a correct calculation of the diffraction contrast induced by pipes, analyzing their split and interaction with one another and other defects.

THE DYNAMICAL THEORETICAL MODEL OF X-RAY DIFFRACTION IN IMPERFECT HETEROSTRUCTURES

A.P. Shpak, V.B. Molodkin, S.I. Olikhovskii, E.N. Kislovskii,

I.M. Fodchuk, E.S. Skakunova, E.V. Pervak

G.V. Kurdyumov Institute for Metal Physics of NASU, 36, Academician Vernadsky Blvd., Kyiv, UA-03680, Ukraine E-mail: sunnydale@ukr.net

The rigorous dynamical model of X-ray diffraction in multilayered structures with defects has been developed. Such model is necessary for diffractometric investigations of heterostructures with total thicknesses commensurable with the extinction length. The recurrence relation for coherent component of reflectivity from multilayered heterostructures has been derived, which establishes connection between reflection amplitude coefficients of the neighboring layers. Also, the diffuse component of the reflectivity, which takes into account the influence of intensity redistribution between the transmitted and diffracted coherent waves, has been obtained.

The created theoretical model has been applied for analyzing the rocking curve (RC) from multilayered structure with $In_xGa_{1-x}As_{1-y}N_y$ quantum well. At the treatment of the measured RC, the model of defect structure has been used, which supposed the presence of randomly distributed clusters and dislocation loops in both substrate and each layer.

Application of the adequate theoretical model has allowed to describe correctly the measured RC and its fine structure in the whole angular range including the total reflection range. As result, the characteristics of defects in each layer of the investigated heterostructure and strains caused by them in these layers have been determined. Also, the segregation profile of In in quantum well and barrier layer, as well as the interdiffusion profile of In and Ga at the interfaces between quantum well and adjacent layers have been determined.

INFLUENCE OF ABSORPTION ON X-RAY SECTION TOPOGRAMS CONTRAST

E.V. Shulakov

Institute of microelectronics technology RAS, Chernogolovka, Russia E-mail: shulakov@jpmt-hpm.ac.ru

Problem of crystal diffraction images formation peculiarities in frames of the dynamical theory of X-ray scattering is considered. Criteria are obtained for thin and thick crystals as well as for intermediate case. It is shown, that usual absorption described by parameter $P=\mu t/\cos\theta$, doesn't influence on section topograms contrast. An example is given, when interference picture is observed at P=20 corresponding thin crystal case.

SECTION METHODS OF X-RAY TOPOGRAPHY AND THEIR POSSIBILITIES IN BASIC AND APPLIED RESEARCH

I.L. Shul'pina

Ioffe Physical-Technical Institute of RAS, Saint-Petersburg, Russia E-mail: iren.shulpina@mail.ioffe.ru

Physical bases and possibilities of two methods of x-ray topography realizing in Laue and Bragg diffraction geometry as well as principles and conditions of the observing interferometric fringes of different types caused by Pendellosung phenomenon were described. The capabilities of these methods were compared. Some examples of their application are shown in solution of material science and general physical problems.

FILMS CaF₂, AI AND 3d - METALS FROM Sc TO Cu STADIES BY X-RAY TOTAL REFLECTION METHOD

N.V. Sivkov, S.V. Nekipelov, A.P. Petrakov, D.V. Sivkov, L.L. Schirjaeva Syktyvkar State University, 167001, Syktyvkar, Oktabrskii 55.

E-mail: svn@syktsu.ru

The measurements of the density for films CaF_2 , Al and Sd-metallic from Sc to Cu have been carried out by method of X-ray total reflection. It is found that the density of films is less that the density of massive crystal and metals. The oxidation levels of metallic films have been carried out by method of infrared spectroscopy. On the basis of data obtained, the thickness and the type of the oxide on the surface films for investigated metals have been defined.

A NEW APPROACH FOR ANISOTROPIC DEFORMATION ANALYSIS IN MULTILAYER STRUCTURES

M.V. Slobodyan, V.P. Kladko, V.F. Machulin, O.M. Yefanov, V.V. Strelchuk V.Lashkaryov Institute of Semiconductors Physic NAS of Ukraine, 03028 pr. Nauki 45. Kyiv, Ukraine

A new technique was proposed for determination of gabling anisotropy in the superlattice layers based on the measurement of diffraction vector inclination while azimuthal scaning around the sample's surface normal.

EFFECT OF INTERFERENCE ABSORPTION ON THE X-RAY DIFFRACTION IMAGE OF EDGE DISLOCATIONS

I.A. Smirnova¹, E.V. Suvorov¹, E.V. Shulakov²

¹Institute of Solid State Physics, RAS (Chernogolovka, Moscow reg., Russia) ²Institute of Microelectronics Technology and High Purity Materials, RAS (Chernogolovka, Moscow reg., Russia) E-mail: irina@issp.ac.ru

Mechanisms of the image formation of dislocations arranged in the scattering plane normal to the diffraction vector have been considered in the present work. Based on the analysis of experimental and calculated images the following conclusions have been made.

The dislocation image is asymmetric relative to the X axis. The image asymmetry makes it possible to determine a sign of distortions and hence for example the Burgers vector sign using the image form.

The diffraction image of dislocations in the section topogramms does not reflect the field of local disorientations.

When increasing absorption the diffraction image dimensions of dislocations increase due to the geometric broadening of the scattering triangle basis that indicates the increase in the liner sensibility of diffraction to the lattice distortions.

SPECIFIC FEATURES OF X-RAY DIFFRACTION AT SPATIALLY LOCALIZED INHOMOGENEOUS DEFORMATIONS IN SECTION TOPOGRAPHY

I.A. Smirnova¹, <u>E.V. Suvorov</u>¹, E.V. Shulakov²

¹Institute of Solid State Physics RAS, Chernogolovka, Moscow Region, Russia ²Institute of Problems of Microelectronics Technology RAS, Chernogolovka, Moscow Region, Russia E-mail: suvorov@issp.ac.ru

Diffraction effects arising when the X-ray wave field in the crystal situated in the Bragg position interacts with the strongly distorted localized region near the dislocation nuclear have been considered experimentally and by computer simulation methods. The effects of internal reflection, interference channeling and diffraction focusing have been discussed. It has been shown that namely these effects form a direct image of a defect.

STRUCTURAL PARAMETERS AND QUALITY MULTIMESA SILICON IMPATT DIODES MM WAVES BAND

A.S. Tashilov, M.N. Barashev, A.N. Bagov,

A.A. Dyshekov and Yu.P. Khapachev

Kabardino-Balkarian state university, Nalchik, Tchernyshevskogo 173 E-mail: rsa@kbsu.ru

Usage x-ray diffractometry method of definition of deformation and its gradient has reduced in adjustment of design sizes installed at assembly of chips, and to the particular technological requirements to the class of a surface of the heat sink. In the total the record characteristics multimesa impatt diodes are achieved at the greater reliability of operation of diodes and their greater exit percent.

CHARACTERIZATION OF STRUCTURE DEFECTS IN Bi+Sb SINGLE CRYSTAL ALLOYS BY DOUBLE CRYSTAL X-RAY TOPOGRAPHY IN BACK-REFLECTION

Yu.V. Timofeeva, L.N. Danil'chuk, A.O. Okunev, V.G. Anisimov, V.A. Tkal Yaroslav-the-Wise Novgorod State University, Veliky Novgorod, Russia E-mail: dln@novsu.ac.ru

Structural imperfections of $Bi_{87}Sb_{13}$ single crystals had been investigated by double crystal x-ray topography in Bragg geometry. Crystals were grown up in a boat by a method of floating-zone refining with a seed. Structural defects of the various nature were revealed and identified from features of contrast on topographs: long-range strains, steps of split, growth striations, dislocations, simple and complex stacking faults, precipitates. The revealed single dislocations are interpreted as edge and mixed dislocations with large edge

component of Burgers vector and their axes extended along directions $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ and $\langle 112 \rangle$.

CHARACTERIZATION OF STRUCTURE DEFECTS IN Bi+Sb SINGLE CRYSTAL ALLOYS BY X-RAY TOPOGRAPHY ON THE BASIS OF BORRMANN EFFECT

Yu.V. Timofeeva, L.N. Danil'chuk, A.O. Okunev, V.A. Tkal Yaroslav-the-Wise Novgorod State University, Veliky Novgorod, Russia

E-mail: dln@novsu.ac.ru

The method of X-ray topography on the basis of Borrmann effect has been applied for investigation of single crystal alloys (Bi+Sb+Sn) with various concentration of Sb and Sn. Monocrystals have been brought up in

completely sealed-in quartz tubes with a seed. Growth striations, microdefects, dislocations of various type and also a number of other yet not identified defects have been found out. At research of the plates which have been cut out from an ingot perpendicularly of growth axis, rosettes of contrast from dislocations with axes are parallel to a growth direction were registered. Thus, the first experiments are shown, that "rosette" technique of research of dislocations and the microdefects, developed for Ge, Si, GaAs, SiC, can be applied for narrow-bandgap semiconductors on the basis of (Bi+Sb) alloys.

THE WAVELET ANALYSIS OF X-RAY TOPOGRAPHY IMAGES OF SINGLE CRYSTAL STRUCTURE DEFECTS

V.A. Tkal, A.O. Okunev, L.N. Danil'chuk, M.N. Petrov, A.A. Andreev

Yaroslav-the-Wise Novgorod State University, Veliky Novgorod, Russia E-mail: tva@novsu.ac.ru

Application of digital processing based on the wavelet analysis (the frequency analysis of a signal) to the experimental contrast allows to remove granularity of topographical images. Thus, decoding of images becomes simpler, and reliability of identification of structure defects increases. Efficiency of wavelet -processing substantially depends on a choice of wavelet and a passband of the filter. Change of image scale (processing of fragments of the topographs) allows to reveal "thin" structure of lobes of the intensity rosette, and also it enables to define position of rosette core precisely. Images of structure defects were obtained by the method of X-ray topography on the basis of Borrmann effect. The processed experimental images well correspond to theoretically simulated ones. Intensity profiles constructed for processed images have the similar law of change of intensity from a core of the rosette to its periphery, as theoretically designed profiles.

APPLICATION OF WAVELET ANALYSIS FOR ELIMINATION OF BACKGROUND INHOMOGENEITY OF STRUCTURE DEFECT BIREFRINGENCE IMAGES

V.A. Tkal, A.O. Okunev, L.N. Danilchuk, M.N. Petrov, A.A. Andreev Yaroslav-the-Wise Novgorod State University, Veliky Novgorod, Russia E-mail: tva@novsu.ac.ru

The effective method of elimination of weak contrast and background inhomogeneity of birefringence and X-ray topography images of structure defects, based on wavelet processing (a version of the frequency analysis of a signal) is offered. The described algorithm of wavelet processing allows to reveal reliably defects of structure and feature of experimental contrast in the areas earlier not accessible to the analysis. It is carried out by change of scale of images (processing of small fragments), change of their brightness characteristics, and by optimum choice of a passband of the filter.

INFLUENCE OF THE COLOR DEPTH OF BIREFRINGENCE AND X-RAY TOPOGRAPHY IMAGES ON EFFICIENCY OF WAVELET PROCESSING

V.A. Tkal, A.O. Okunev, M.N. Petrov, L.N. Danil'chuk, M.M. Prashka Yaroslav-the-Wise Novgorod State University, Veliky Novgorod, Russia E-mail: tva@novsu.ac.ru

Influence of color depth (8, 16 or 32 bits) of experimental contrast on revealing of thin features of structure defect images is considered. Birefringence and X-ray topography images of 6H-SiC single crystals were exposed to wavelet processing.

Kinematical X-ray standing waves for crystal structure investigations

M. Tolkiehn¹, <u>D. V. Novikov¹</u>, S.S. Fanchenko² ¹Hamburger Synchrotronstrahlungslabor HASYLAB at Deutsches Elektronen-Synchrotron DESY, Notkestraße 85,

D-22603 Hamburg, Germany

²RRC Kurchatov Institute, Kurchatov square 1, Moscow 123182, Russia

Dmitri.Novikov@desy.de

We persent a theoretical and experimental investigation of the X-ray standing wave formation in crystals under weak diffracted beam conditions. The standing wave phase dependence is described using the kinematical approximation and is valid for non-perfect crystals as well as for ideal crystals at large deviations from the Bragg angle. This formalism was successfully applied to experimental data from perfect GaAs and CaF₂/Si as well as mosaic Cu₃Au crystals. Based on these results, a novel method for kinematical X-ray standing wave analysis of non-perfect crystals is proposed.

X-RAY TOPOGRAPHY, ELECTRON MICROSCOPY AND **METALLOGRAPHY INVESTIGATIONS OF** MISFIT STRESS RELEASING **IN HETEROSYSTEMS**

E.M. Trukhanov, A.V. Kolesnikov, A. Yu. Krasotin, A.K. Gutakovsky, M.M. Kachanova, A.S. Dervabin, L.V. Sokolov, A.P. Vasilenko Institute of Semiconductor Physics SB RAS, Novosibirsk, Lavrenteva ave. 13

E-mail: trukh@isp.nsc.ru

The process of mechanical stress releasing with accumulation of misfit dislocations (MD) in epitaxial heterosystems GeSi/Si and InGaAs/GaAs with (001) interfaces is investigated. The Ge (111) substrates covered with Si₃N₄ and SiO₂ amorphous film are also considered. To prevent formation of threading dislocations the control over the releasing process is required. The possible operation control is the diminution in number of arising MD arrays in the range from 8 to 2. Three important operation factors are analyzed: (1) the dependence of array appearance on the crystallography direction of film mesa edges; (2) the transition of interface orientation from singular (001) one to vicinal orientations (VO); and (3) action of MD sources (modified Frank-Read and Hagen-Strunk ones) which generate the perpendicular arrays of L-shape MDs with the same Burgers vector \boldsymbol{b} . The combination of (1) and (2) factors is also used: GeSi mesa films have been grown on VO1 interfaces, which were got by rotation of the singular (001) orientation around the [110] interface direction. For the VO2 interfaces, which were got by the rotation around the [100] interface direction, the releasing process anisotropy was experimentally estimated in agreement with previous theoretical results.

To determine the nature of MD network the next dislocation contrast visibility conditions were used: (gbn)=0, gb=0, gb=1 and gb=2. The nature analyses of U-shape MDs additionally requires the condition relating to dislocation reaction. The perpendicular hands of an L-shape MD as well as the mutually perpendicular arrays generated in the case of the VO2 interface have opposite types of screw dislocation components (the right-screw and the left-screw ones). Thus, these MDs may be successfully used only for beginning stage of the releasing process. But for further process stages the perpendicular MD arrays with the same types of screw dislocation components must be used.

EXPERIMENTAL METHODS OF THE THERMO-INDUCED CONTROL OF THE PARAMETERS OF THE X-RAY DIFFRACTION PEAKS OF THE CRYSTALS

V.N. Trushin, A.S. Markelov, E.V. Chuprunov A.A., Zholudev Nizhniy Novgorod State University, 603950, Nizhniy Novgorod, Russia E-mail: trush@phys.unn.runnet.ru

The results research the influence of light beam heat effect on the shift of diffraction maximums of the crystals KDP, which correspond $K\alpha_1$, α_2 to the spectral lines of characteristic emission are presented. The possibility of using this method for decreasing the optical aberrations is shown.

STUDY OF DEGRADATION OF Sc/Si X-RAY MULTILAYER MIRRORS UNDER THERMAL HEATING AND EXTREME ULTRAVIOLET LASER IRRADIATION BY X-RAY DIFFRACTOMETRY AND ELECTRON MICROSCOPY

D.L. Voronov¹, E.N. Zubarev¹, Yu.P. Pershin¹, V.A. Sevryukova¹, A.P. Penkov¹, V.V. Kondratenko¹, A.V. Vinogradov², I.A. Artioukov², Yu.A. Uspenskii², G. Vaschenko³, M. Grisham³, C.S. Menoni³, J.J. Rocca³ ¹National Technical University "KhPI", Frunze str. 21, Kharkov 31002, Ukraine ²P.N. Lebedev Physical Institute, Leninsky Prospect 53, Moscow 119991, Russia ³Colorado State University, Fort Collins, CO 80523, USA E-mail: voronov@kpi.kharkov.ua

Degradation of Sc/Si X-ray multilayer mirrors under thermal heating and extreme ultraviolet laser irradiation was studied by cross-section transmission electron microscopy, small angle X-ray diffractometry, and scanning electron microscopy. A consecution of silicide formation during annealing was determined. Formation of amorphous ScSi silicide was observed as a result of solid-state amorphization in the 130-420°C temperature range. Crystalline Sc₃Si₅ silicide was found to form at the temperature 430°C. Utter destruction of layer structure of the mirrors was observed at the temperature 600°C. Damage of Sc/Si multilayer by focused extreme ultraviolet laser irradiation ($\lambda = 46.9$ nm, 1.2 ns pulse duration) was detected at the energy fluence of 0.08 J/cm². Melting of irradiated areas and boiling were observed at the fluences more than 0.13 J/cm². Silicide formation in the heat-affected zone was found to occur similarly to the one taking place during annealing. W-based diffusion barriers applied to scandium-silicon interfaces slow down intermixing processes and increase thermal stability of Sc/Si mirrors.

DYNAMICAL CALCULATION OF RECIPROCAL MAPS FOR PARTIALLY RELAXED MULTILAYERED STRUCTURES BY 3D MULTIBEAM METHOD

O.M. Yefanov¹, V.P. Kladko¹, I.S. Saveleva²

¹V. Lashkaryov Institute of Semiconductor Physics, NAS of Ukraine 41, Prospect Nauki, 03028 Kyiv, Ukraine ²Kyiv National University named after Taras Shevchenko

E-mail: efa@hotbox.ru

An algorithm for calculation of multibeam dynamical diffraction on partially strained multilayered structures is presented. The main features of the algorithm are: plane waves are considered; native 3D modeling of vectors in reciprocal space; a propagation equation and boundary conditions are solved without simplification; validity for any diffraction geometry (Bragg, Laue, Bragg-Laue); arbitrary angle of incidence; precise polarization calculation both for incident and diffracted beams; almost any number of reciprocal space points considered in calculation. Due to native 3D nature of presented algorithm any deviation of diffraction vectors in layers, such as strain and misorientation, may be considered.

Described algorithm used for reciprocal space maps modeling. A method of detector position calculation is described in detail. Since plane waves theory doesn't support ω -scan calculation (incident beam is monochromatic and has no angular divergence) some instrumental function must be added - at least square detector window.

Described algorithm of map modeling is suitable for stress and misorientation analysis both symmetrical an asymmetrical reflections even in n-beam case, but it does not support lateral nonuniformity of investigated stuctures.

ON SOME EXACT RESULTS IN CONDENSED MATTER THEORY. CRITICAL REVIEW

A.Yu. Zakharov

Yaroslav-the-Wise Novgorod State University, Veliky Novgorod, Russia E-mail: ayz@novsu.ac.ru

The paper contains a short analysis of existing rigorous approaches and methods to condensed matter theory. It is shown the critical limitations of these approaches and results. New results for continuous and lattice models are represented.

X-RAY TOPOGRAPHY AND DIFFRACTOMETRY CRYSTALS CdTe AND CdHgTe

R.A. Zaplitnyy, I.M. Fodchuk, T.A. Kazemyrskiy

Chernivtsi Fedkovich University, 2 Kotsyubynskogo Srt., 58012, Chernivtsi, Ukraine E-mail: <u>ss-dpt@chnu.cv.ua</u>, <u>ifodchuk@chnu.cv.ua</u>

The investigations of structural changes, which occur in the surface layers due to the ion implantation by As and its influence on the high-temperature doping and growth of the graded-band-gap epitaxial $Cd_xHg_{1-x}Te$ layers have been performed. The ion energy and radiation dose are E=100 keV and $D=1\cdot10^{15} \text{ cm}^{-2}$, correspondingly. Influence of double implantation on the structural perfection of $Cd_xHg_{1-x}Te$ grown on layers CdTe (111) substrates. Implantation was carried out the As ions with energy of E=100 keV and doses $D1=1\cdot10^{15} \text{ cm}^{-2}$ and $D=5\cdot10^{14} \text{ cm}^{-2}$. The X-ray topography and method of the double-crystal spectrometer as well as the mass-spectrometric technique of secondary ions were used for the determination of the degree of structural perfection of grown epitaxial layers $Cd_xHg_{1-x}Te$ (x=0,23) on the CdTe wafer with surface orientation (111). Methods of high-separate x-ray topography and diffractometry were used.

доклады

EIKONAL TAKAGI-TAUPIN THEORY FOR STRONGLY DISTURBED CRYSTALS

B.W. Adams

Argonne National Laboratory, Argonne, IL 60439, USA adams@aps.anl.gov

1 Introduction

X-ray diffraction in nonperfect crystals is commonly described in terms of ray optics, or of wave optics. Examples of the former are the lamellar theory [1], the Penning-Polder theory [2], and Kato's eikonal theory [3], and the most prominent example of the latter is the Takagi-Taupin theory (TTT) [4, 5]. The lamellar theory describes a distorted crystal in terms of perfectly crystalline pieces without considering the transitions between them. It is applicable only for weakly distorted crystals. Somewhat more precise are the Penning-Polder and Eikonal approaches, which both use the dispersion surface of perfect-crystal dynamical diffraction, but continuously track the changes in excitation points as the x-rays propagate through the distorted crystal. However, the concept of a dispersion surface is not strictly applicable in a disturbed crystal, and this becomes relevant for strong disturbances, i.e., when significant changes in the excitation points occur over the extinction or Pendellösung lengths. Such a situation requires a fully wave-optical approach, as provided by the TTT. This theory does not make use of dispersion surfaces, and is therefore somewhat more difficult to understand in qualitative terms.

The present theory [6, 7] provides a synthesis of the eikonal and Takagi-Taupin theories. It makes use of dispersion surfaces to the extent possible, but offers the full precision of a wave-optical approach, and, for reasons outline below, potentially even more so than the original TTT. This hybrid was developed mainly for the purposes of describing time-dependent x-ray diffraction in rapidly changing crystal structures. It is, however, useful also for purely static cases.

2 The Takagi-Taupin theory in context

The perfect-crystal dynamical diffraction theory for x-rays, as well as the TTT, start out with Maxwell's equations for a periodic, or almostperiodic, electron density (or electric susceptibility). Directly integrating these differential equations is not practical because the short wavelength would require a very small step size. In the case of a perfect crystal, this is, of course, not necessary because all of the rapid change of phase in the propagating waves can be taken up by wave vectors $\mathbf{k_0} + \mathbf{h}_i$, where \mathbf{h}_i (including **0**) are the reciprocal lattice vectors of the crystal.

In the TTT, a fixed wave vector \mathbf{k}_0 (and thus all other $\mathbf{k}_0 + \mathbf{h}_i$) is chosen, taking up most of the phases of the waves, and the remainder is left for a hyperbolic system of differential equations, one line for each reciprocal lattice vector \mathbf{h} :

$$-2i\mathbf{k}_{\mathbf{h}} \cdot \nabla \tilde{\mathbf{D}}_{\mathbf{h}} = \left[k^{2} - (\mathbf{k}_{\mathbf{h}} - \nabla \mathbf{u} \cdot \mathbf{h})^{2}\right] \tilde{\mathbf{D}}_{\mathbf{h}}$$
$$-4\pi \sum_{\mathbf{h}'} \tilde{\chi}_{\mathbf{h}-\mathbf{h}'} \left[\tilde{\mathbf{D}}_{\mathbf{h}'}\right]_{\mathbf{h}},$$
(1)

where **u** is the displacement vector describing the distortion of the crystal relative to its perfect state, $\tilde{\chi}_{\mathbf{h}}$ is the **h**-th Fourier of the electric susceptibility, $\tilde{\mathbf{D}}_{\mathbf{h}}$ is the **h**-th Bloch amplitude of the electric displacement, and $\left[\tilde{\mathbf{D}}_{\mathbf{h}'}\right]_{\mathbf{h}} = (\mathbf{k}_{\mathbf{h}} \times \tilde{\mathbf{D}}_{\mathbf{h}'} \times \mathbf{k}_{\mathbf{h}})/\mathbf{k}_{\mathbf{h}}^2$.

This remainder $\mathbf{k_h} \nabla \tilde{\mathbf{D}}_{\mathbf{h}}$ varies much more slowly than the waves themselves (in comparison, $\approx \mathbf{k}_{\mathbf{h}}^2$), thus permitting a correspondingly larger step size in a numerical integration. Just how much slower this variation is depends on the choice of $\mathbf{k}_{\mathbf{0}}$. The most common choice is to originate at the Lorentz point, i.e., the origin of the dispersion surface valid for a perfect crystal aligned with the actual crystal at the entry surface. Other choices are also possible [8], such as close to a tie region (not a tie point because there is no well-defined dispersion surface in a disturbed crystal). There are, of course, multiple tie points, one for each branch of the dispersion surface, and therefore, multiple vectors $\mathbf{k_0}$ are necessary. This choice minimizes the derivatives in the differential equations (one for each tie point) to be solved for one point in space, and thus maximizes the permissible step size there.

Such a minimization of the derivatives would be possible throughout the crystal, and not just at the entry surface, if $\mathbf{k_0}$ could be made to follow the excitation points on the dispersion surfaces of the locally approximated perfect crystal. However, such a variation in $\mathbf{k_0}$ is subject to the condition $\nabla \times \mathbf{k_0} = \mathbf{0}$, and the simplest way to do so is to express the variable contribution to $\mathbf{k_0}$ as the gradient of a scalar.

This is exactly what the eikonal does. In the eikonal Takagi-Taupin theory (ETT), a fixed wave vector \mathbf{k}_0 is chosen, and additionally, phase factors $\exp(i\phi)$ are introduced, one for each branch of the dispersion surface. This ansatz is inserted into Maxwell's equations to obtain a hyperbolic system of differential equations for each branch of the dispersion surface. These look very similar to that of the TTT:

$$-2i\mathbf{k}_{\mathbf{h}} \cdot \nabla \tilde{\mathbf{D}}_{\mathbf{h}} = \left[k^{2} - (\mathbf{k}_{\mathbf{h}} + \nabla \phi - \nabla \mathbf{u} \cdot \mathbf{h})^{2}\right] \tilde{\mathbf{D}}_{\mathbf{h}}$$
$$-4\pi \sum_{\mathbf{h}'} \tilde{\chi}_{\mathbf{h}-\mathbf{h}'} \left[\tilde{\mathbf{D}}_{\mathbf{h}'}\right]_{\mathbf{h}}.$$
(2)

However, the eikonal phase ϕ is varied in such a way that the derivatives in the differential equation are kept small (see below).

Computation of wave propagation within the eikonal Takagi-Taupin theory is done in an optimization procedure that determines the best choices of eikonal phases $\phi_i(\mathbf{r})$. There are as many eikonal phases as there are reciprocal lattice vectors in the problem, including **0**. This number corresponds to the number of sheets of the dispersion surface in the equivalent perfect-crystal diffraction problem. Just what is optimal depends on the specifics of the problem. However, the probably most useful criterion is a global minimization of the derivatives over the entire integration volume:

$$\min \stackrel{!}{=} \int \left| \sum_{\mathbf{h}} \mathbf{k}_{\mathbf{h}} \cdot \nabla \tilde{\mathbf{D}}_{\mathbf{h}} \cdot \tilde{\mathbf{D}}_{-\mathbf{h}}^{*} \right|, \qquad (3)$$

This minimization can be done either by varying the **r**-dependences of eikonal phases $\phi_i(\mathbf{r})$ between numerical integration runs, and picking the best in a minimization algorithm, where the above integral is what would be the χ^2 parameter in a data fitting problem, or one may vary $\phi(\mathbf{r})$ on the way as the integration progresses. The latter procedure will most likely yield a slightly suboptimal result (but still better than with a constant wave vector \mathbf{k}_0 and no eikonal phase), but it is a lot quicker than doing multiple integration runs.

Figures 1 to 4 illustrate the effects of different choices of $\mathbf{k_0}$ and of the eikonal.

3 Advantages of the eikonal Takagi-Taupin theory

Although, strictly speaking, a dispersion surface does not exist in a disturbed crystal, one may define one locally for each point \mathbf{r} through a fictious perfect crystal that coincides with the actual one in a small region around \mathbf{r} . The eikonal phases ϕ_i make the combined wave vectors $\mathbf{k_0} + \nabla \phi_i$



Figure 1: Illustration of the effect that a mismatch in the wave vector \mathbf{k}_0 from a tie point has on the amplitude evolution in the Takagi-Taupin theory. Propagation over a distance δx leads to a pure change in the phase of the amplitude $\mathbf{A}_{\mathbf{h}}$, leaving the modulus unchanged.



Figure 2: Choosing \mathbf{k}_0 to originate at the Lorentz point (as commonly done in Takagi-Taupin calculations) "interpolates" between the tie regions (see text), but is not matched well to any of them. The tie regions are excited at an entry surface (here in the Laue case) with a normal vector as shown in the figure.



Figure 3: \mathbf{k}_0 may be chosen to originate from the tie regions [8] (only one shown here), reducing the mismatch that leads to a phase evolution of the field amplitude (see fig. 1). However, the tie regions move along the approximate dispersion surface as the waves propagate in the crystal. This increases the mismatch accordingly.



Figure 4: Letting \mathbf{k}_0 originate anywhere (here at the Lorentz point), and briding the gaps to the tie regions with gradients $\nabla \phi_i$ of eikonal phases, which are variable throughout the crystal to best adapt to the shifting tie regions.

variable in a mathematically correct way (ensuring $\nabla \times (\mathbf{k_0} + \nabla \phi_i) = \mathbf{0}$, so they can follow the tie regions on all the branches of an approximated dispersion surface in the best way possible (as determined by the optimization criterion). Because the derivatives of the field amplitudes can be made much smaller than in the Takagi-Taupin theory itself, the step sizes in a numerical integration may be correspondingly larger, speeding up the integration (an advantage that is partially offset by the multiple integration runs necessary for a full optimization). However, another benefit of minimizing the first-order derivatives of the field amplitudes is that implicitly, this will also make the second-order derivatives smaller, which are neglected in the Takagi formalism, as well as in the ETT. Just how much of an advantage that is is hard to predict in general, but easy to check numerically during the integration.

Just as important as the above arguments regarding numerical integration is the fact that having an approximated dispersion surface and the variable tie regions available permits insights into the diffraction problem and allows qualitative predictions on how the waves evolve inside the crystal. Examples, in particular regarding interbranch scattering, are given in refs. [6] and [9].

4 Conclusion and outlook

The theory presented here combines the Takagi-Taupin and eikonal theories of x-ray diffraction. Through its ray-optical (eikonal) aspect, it makes the language of perfect-crystal dynamical diffraction theory (dispersion surface, tie point, etc.) available within the context of disturbed crystals, while at the same time maintaining the full precision of a wave-optical approach. Because the derivatives of the field amplitudes of the diffraction problem are minimized, one may even expect a higher precision than within the original Takagi-Taupin theory. A full version of the theory [6, 9] also includes time dependences when the crystal structure changes on time scales comparable to the interaction time of the x-rays with the crystal lattice (i.e., the pendellösung length or extinction depth, divided by the speed of light). Such phenomena become relevant in the context of x-ray free-electron lasers. A class of novel x-ray optical elements was proposed [9, 7], which is based upon qualitative predictions of the x-ray diffraction derived from the time-dependent eikonal-Takagi-Taupin theory. Another interesting, and quite analogous field of application might be in the calculation of light propagation in photonic crystals as their optical properties are switched electrically or with external laser pulses.

References

- J. White, "X-ray diffraction by elastically deformed crystals," J. Appl. Phys. 21, pp. 855– 859, 1950.
- [2] P. Penning and D. Polder, "Anomalous transmission of x-rays in elastically deformed crystals," *Philips Res. Repts.* 16, pp. 419–440, 1961.
- [3] N. Kato, "Pendellösung fringes in distorted crystals i. Fermat's principle for Bloch waves," *J. Phys. Soc. Japan*, 18, pp. 1785–1791, 1963.
- [4] S. Takagi, "Dynamical theory of diffraction applicable to crystals with any kind of small distortion," Acta Cryst. 15, pp. 1311–1312, 1962.
- [5] S. Takagi, "A dynamical theory of diffraction for a distorted crystal," J. Phys. Soc. Jpn. 26, pp. 1239–1253, 1969.
- [6] B. Adams, "Time-dependent Takagi-Taupin eikonal theory of x-ray diffraction in rapidly changing crystal structures," Acta Cryst. A 60, pp. 120–133, 2004.
- [7] B. Adams, "Time-dependent Takagi-Taupin eikonal theory and applications in the subpicosecond manipulation of x-rays," *Chem. Phys.* **299**, pp. 193–201, 2004.
- [8] F. Balibar, Y. Epelboin, and C. Malgrange, "Study of the new wave fields appearing in crystals deformed by large thermal gradients," *Acta Cryst. A* **31**, pp. 836–840, 1975.
- B. Adams, Nonlinear Optics, Quantum Optics, and Ultrafast Phenomena in, ch. 3. Kluwer Academic Publishers, Boston, Dordrecht, 2003.

FEMTOSECOND SYNCHRONISM OF VISIBLE/IR LIGHT AND X-RAYS FROM A FREE-ELECTRON LASER

B.W. Adams

Argonne National Laboratory, Argonne, IL 60439, USA adams@aps.anl.gov

1 Introduction

The elementary length, energy, and time scales of chemistry and solid-state physics are given by the chemical bonds. They are therefore of the order of Ångströms, electron-Volts, and femtoseconds, respectively (the latter two being reciprocal to each other). A good way to study matter at this elementary level is through pump-probe experiments, where a femtosecond pulse of visible or infrared light triggers a process, and its dynamics are probed by a correspondingly short x-ray pulse through scattering or spectroscopy. The x-rays can provide both the necessary spatial resolution and, through nearedge spectroscopy, element-specific chemical information, such as the oxidation state of a particular elemental species.

The production of few-femtosecond pulses of light is state of the art with modern laser technology, and a number of laser- and accelerator-based sources can provide subpicosecond pulses of x-rays. However, for the production of few-femtosecond xray pulses, an x-ray free-electron laser (XFEL) will be required. Two proposals to cut the natural XFEL pulse duration of ca. 100 fs down to below 10 fs are currently under discussion: The first one is to impose a strong energy chirp, i.e., a monotonic time-to-energy correlation, on the electron bunch entering the XFEL undulator. This leads to a correspondingly strong wavelength chirp of the x-rays, and a monochromator can slice a narrow section out of that. The other proposal, which is relevant here is called emittance slicing (see below).

That still leaves the problem of synchronizing the pump light to the x-rays on a level commensurate with the few-femtosecond pulse duration. This synchronism cannot be better than the timing jitter in either one of the radiation sources. Although a pulsed laser can be locked to an external clock with few-femtosecond precision, the same is not true for x-rays from an accelerator-based source. The state of the art for the latter is about one picosecond, the main challenge being the necessity to maintain submilliradian phase stability of the radiofrequency accelerator.

A way around this problem is to let the x-rays jitter in time, and to cross-correlate them with laser pulses on a shot-by-shot basis. A number of ways for doing so have been proposed, but none have yet been demonstrated to work at the few-femtosecond level. Among them are: i) Laser modification of an x-ray absorption edge, ii) laserinduced nonthermal melting to modify the x-ray diffractive properties of a crystal, and iii) electrooptic sampling of the electron bunches themselves. Option i [1, 2, 3] relies on a purely electronic effect, and could therefore easily work with fewfemtosecond precision. It is, however, by its very nature restricted to specific x-ray wavelengths. Option ii has been demonstrated [4, 5, 6], but is no faster than about 100 fs due to the time required to move atoms. Option iii has also been demonstrated [7], but only sees the entire bunch without sensitivity to energy chirps or sliced emittance. It is therefore no faster than the length of the electron bunch (tens to hundreds of fs).

Another solution to the synchronization problem is to derive light and x-rays from the same electrons in the same undulator. This is the subject matter of the present proposal. This text is intended for an audience of nonspecialists in the field of XFELs, and is therefore less technical and less detailed than the original ones [8, 9].

2 Emittance Slicing

Emittance slicing was proposed [10, 11] as a way to obtain pulses of intense coherent x-rays from an XFEL that are much shorter than the electron bunches themselves. It is based upon the fact that an energy-chirped electron bunch in a magnetic-chicane bunch compressor (which is part of an XFEL accelerator) spreads out in the transverse direction with the head of the bunch following a longer trajectory farther out than the tail. A thin slotted foil placed in the way of this bunch (see fig. 1) scatters most of the electrons except for those near the center of the bunch that go through the slot. Scattering in the foil leads to a modest emittance increase in the bunch, which is sufficient



Figure 1: Schematic of emittance slicing, reproduced from ref. [10]

to suppress the self-amplified spontaneous emission (SASE) process of the XFEL. The part of the bunch that went through the slot, and thus was not spoiled through scattering, retains its low emittance. It is therefore capable of the SASE process, and will emit intense coherent x-rays. The duration of the SASE pulse can be adjusted through the size of the slot, and can be as short as a few, possibly one femtosecond.

3 CTUR

With few-femtosecond pulses of x-rays available through the emittance-slicing scheme, the problem of correspondingly accurate synchronization comes up. In the present proposal, this is done by use of coherent transition undulator radiation (CTUR). Before proceeding to the actual synchronization issue, the concepts of, first, transition undulator radiation (TUR, [12]), and then of CTUR shall be outlined.

TUR, like its better-known cousin of transition radiation from thin foils (TR) appears when a relativistic electron encounters an obstacle that separates the electric field from the charge. In the case of TR, the electron transits the foil at almost the speed of light, while the electric field is delayed (see fig. 2) according to the dielectric properties of the foil (different frequency components of the electric field experience different delays). This leads to a longitudinal electric field connecting the delayed electric field with the charge, which radiates into the far field in the transverse direction. Relativistic compression folds this emission forward, so that it



Figure 2: Schematic of transition radiation (TR) due to a relativistic electron transiting a thin foil. The electric field, which is flattened out in the lab frame due to relativistic compression, is delayed in the foil, and a longitudinal electric field develops that connects the electron with the delayed field.



Figure 3: Schematic of transition undulator radiation (TUR) due to a relativistic electron transiting an undulator. A longitudinal electric field develops leading to far-field emission into an angle of $1/\gamma$. The polarization is radial.

peaks at an angle of $1/\gamma$, where γ is the ratio of the relativistic electron mass over its rest mass. On the beam axis the amplitude is zero.

A very similar effect occurs in an undulator: Due to the transverse excursions in the magnetic structure, the forward component of the velocity of a relativistic electron is reduced, while the electric field continues at the electron's velocity before the undulator, i.e., close to the speed of light (see fig. 3). Far-field emission into a hollow cone with an opening angle of $1/\gamma$ occurs in the same way as with TR. An important concept in the context of TR or TUR is that of the formation length. This will be discussed below.

Coherence enhancement of the TUR (or TR, for that matter) occurs when the emission from many electrons is observed in phase. The degree of phase coherence depends on both the electron phase space density over the bunch length, and on the wavelength of light that is observed. Generally, coherence enhancement is observed at wavelengths longer than the cutoff given by the spatial frequency of a distinct electron density modulation within the bunch. Most often, coherent synchrotron radiation (CSR, [13, 14, 15, 16, 17]) is discussed in terms of overall electron density, i.e., a projection from all of six-dimensional phase space onto the beam axis. An



Figure 4: Schematic of the coherence enhancement in CTUR due to a divergence contrast with the field amplitude at the observation point in the lowerright-hand corner.

obvious modulation of the electron density is that corresponding to the entire bunch length. However, especially in the case of linear accelerators where the bunches do not take on an equilibrium phase space density, distinct shorter-wavelength density modulations appear (see for example the S-shaped logo of the SPPS facility at Stanford).

What is really relevant in terms of CSR is, however, the electric field amplitude at the point of the observer. In the case of TUR from electrons at the high γ factor used in an XFEL (ca. 27000 for the LCLS at Stanford, ca. 35000 for TESLA, Hamburg), the number of electrons contributing to the field amplitude observed at an angle of $1/\gamma$ off the beam axis depends very sensitively on the electron beam divergence, as well as on their overall number. CTUR in an XFEL will therefore occur at wavelengths longer than that of an emittance contrast along the bunch that is high enough to make the divergence exceed $1/\gamma$, see fig. 4. There is, of course, also CTUR due to the overall bunch length (typically 30 microns).

4 Properties of the CTUR

The CTUR emitted from the emittancesliced bunch is a single optical cycle of infrared light, corresponding to the amplitude peak shown in fig. 4, but, depending on the spectral characteristics of the optical transport system, the duration of the pulse may be lenghtened. The center wavelength is about double the length of the unspoiled part of the bunch. CTUR differs from the more commonly used undulator radiation in several ways: Being due to a slippage between electrons and their associated electric field over the entire length of the undulator, the TUR occurs at much longer wavelengths than the usual undulator radiation, which is due to slippage at each undulator pole. Depending on the length of the unspoiled slice, coherence enhancement also is efficient only in the infrared to visible range. Because the TUR originates from a longitudinal electric field inside the undulator, it is zero on the beam axis and is polarized radially at off-axis angles.

Generation of TUR at the high γ factors of XFELs requires a rather long formation length,



Figure 5: Geometry of the formation length (see text).

i.e., a straight section, much of which should contain the undulator. This may be seen with the following argument: At an angle of $1/\gamma = 37\mu$ rad, the effective source size for one transverse mode of light at a wavelength of 1μ m is $\sigma = \gamma\lambda/2 = 13.5$ mm, which is much more than the electrom beam diameter of ca. 35 μ m in the LCLS undulator [18]. This source size is realized by a long path of $\gamma\sigma = 360$ m, looking at a straight electron beam path at an angle of $1/\gamma$ (see fig. 5).

With a divergence of $1/\gamma$ in the spoiled parts of the bunch, and much less than that (see below) in the unspoiled part, the contrast in the number of electrons that contribute to TUR at an observation point at an angle of $1/\gamma$ off the beam axis is about 50% [9]. Given further a length of 400 nm for the unspoiled part in the bunch, the CTUR will have an energy of ca. 60 nJ in a bandwidth of 50% [9].

The electron beam diameter σ and divergence σ' are related to the emittance ϵ through the β function as $\sigma = \sqrt{\beta \epsilon}$ and $\sigma' = \sqrt{\epsilon/\beta}$. With $\beta = 29 \text{m}$ and $\gamma = 26693$ (values from the LCLS database [18]), and an undisturbed slice emittance of $\epsilon = 1.2 \cdot 10^{-6} / \gamma$ m, the beam takes on $\sigma = 36 \mu \text{m}$ and $\sigma' = 1.25 \mu$ rad. The fourfold emittance increase proposed for the short-pulse SASE [10] is clearly not sufficient to increase the electron beam divergence to more than $1/\gamma = 37\mu$ rad. It is probably not practical to obtain the entire minimum 2500fold emittance increase in a single step by increasing the thickness of the scattering foil in the compressor. Such a thick foil would have strong wakefield effects on the electrons that pass through the slot, and thus would affect their emittance, too. What appears more practical is to insert a number of secondary slotted scattering foils into the drift section between the end of the accelerator and the undulator, which is more than 100 m long in both the LCLS, and the TESLA XFEL designs. These foils must be dimensioned to let the undisturbed part of the electron bunch pass through, while intercepting the outer electrons of those parts of the bunch that have a larger emittance, and thus a larger beam diameter. At least two foils, spaced at an interval of $\beta/2$ are necessary to intercept the majority of electrons in the emittance-spoiled part, and not just those that happen to be near the bunch perimeter. The best way to do this would probably be to use several more foils with successively larger slot apertures matched to the increasing emittance.

58



Figure 6: Schematic of an XFEL facility using CTUR. sf_1 is the primary scattering foil, as suggested in the emittance-slicing proposal, and sf_2 is the set of additional scattering foils that increase the emittance contrast (see text). The x-ray monochromator serves the additional purpose of delaying the x-rays (see text).



Figure 7: Schematic of a way to boost the power of the CTUR pulse.

5 Femtosecond synchronization

Given a sufficiently high emittance contrast, an emittance-sliced bunch will produce CTUR at micron wavelengths in addition to the SASE x-rays. Both types of radiation are synchronized at the femtosecond level beacuse they originate from the same electrons in the same undulator (see fig. 6). As becomes evident in the above discussion of the formation length, the long undulator of the XFEL is, in fact, ideally suited to the production of CTUR.

Coming off at an angle relative to the beam axis, the CTUR light is slightly delayed relative to the x-rays. To make the x-rays arrive after the infrared light, which is required in most pump-probe experiments, a double-crystal monochromator may be employed as an x-ray delay. Only a few cm of delay are needed in view of the ultrafast phenomena to be studied with this technique. The x-ray delay would most likely be kept fixed, and the CTUR light be sent through a scanning delay stage.

If the CTUR pulse energy of several 10 nJ is insufficient for the experiment, one may easily boost it using standard laser technology, i.e., by either sending the CTUR in a single pass through a laser crystal pumped just before the pulse arrival, or by using a parametric optical amplifier (see fig. 7). Both techniques will introduce a slight optical path length increase, which has to be compensated by an x-ray delay in the monochroamtor.

6 Summary

The study of the most elementary processes in chemistry and solid-state physics requires femtosecond time and Ångström spatial resolution, and thus ultrashort pulses of light and x-rays. The present proposal shows a way to synchronize the two types of radiation in an XFEL. This work was supported by the U.S. Department of Energy, Office of Basic Energy Sciences under Contract No. W-31-109-ENG-38.

References

- B. Adams, Nucl. Instrum. Methods A 459, 339 (2001).
- [2] L. Young, E. Landahl, private communication.
- [3] T. Glover, R. Schoenlein, A. Chin, and C. Shank, Phys. Rev. Lett. **76**, 2468 (1996).
- [4] K. Sokolowski-Tinten, J. Bialkowski, M. Boing, A. Cavalleri, and D. von der Linde, Phys. Rev. B 58, r11805 (1998).
- [5] C. Siders et al., Science **286**, 1340 (1999).
- [6] K. J. Gaffney et al., Phys. Rev. Lett. 95, 125701 (2005).
- [7] A. Cavalieri et al., Phys. Rev. Lett. 94, 114801 (2005).
- [8] B. Adams, Proceedings of the FEL2005 conference, Joint Accelerator Conferences Website (JACoW, www.jacow.org), eConf C0508213, paper THOA004, 430-433 (2005) 404, 430.
- [9] B. Adams, Rev. Sci. Instrum. 76, 063304 (2005).
- [10] P. Emma et al., Phys. Rev. Lett. 92, 074801 (2004).
- [11] M. Cornacchia et al., J. Synchrotron Rad. 11, 227 (2004).
- [12] K.-J. Kim, Phys. Rev. Lett. 76, 1244 (1996).
- [13] J. Nodvick and D. Saxton, Phys. Rev. 96, 180 (1954).
- [14] T. Nakazato et al., Phys. Rev. Lett. 63, 1245 (1989).
- [15] S. Okuda, T. Kojima, R. Taniguchi, and S.-K. Nam, Nucl. Instrum. Methods A 528, 130 (2004).
- [16] G. Williams, Rev. Sci. Instrum. 73, 1461 (2002).
- [17] M. Abo-Bakr et al., Phys. Rev. Lett. 90, 094801 (2003).
- [18] LCLS parameter database, http://wwwssrl.slac.stanford.edu/lcls/parameters.html.

SYNCHROTRON X-RAY STUDY OF DEFECTS ASSOCIATED WITH POLYTYPE INCLUSIONS IN SiC CRYSTALS

<u>T.S Argunova</u>^{1,2}, M.Yu. Gutkin³, A.G. Sheinerman³, J. M. Yi², J. H. Je², S.S. Nagalyuk¹, E.N. Mokhov¹

¹Ioffe Physico-Technical Institute, RAS, Polytekhnicheskaya st., 26, 194021 St. Petersburg, Russia ²Department of Materials Science and Engineering, Pohang University of Science and Technology, San 31 Hyoja-dong, Namku, Pohang, 790-784, Republic of Korea

³Institute of Problems of Mechanical Engineering, RAS, Bolshoy 61, 199178 St. Petersburg, Russia Corresponding author: argunova@mail.ioffe.ru and argunova2002@mail.ru

INTRODUCTION

SiC crystals grown with a modified-Lely technique [1] contain pores of different nature. Micro-scale cylindrical pores, or micropipes (MPs), are often joined with screw dislocations running parallel to the pipe axes [2]. Other pores in SiC have no dislocation content and show a big variety in shapes and sizes. Different authors attributed the formation of MPs to inclusions of foreign polytypes [3-5] - structural modifications of SiC differing in only one crystallographic direction [6]. MPs were supposed to nucleate as a result of screw dislocations interaction. The agglomeration of MPs at the polytype boundaries in SiC was observed [7, 8] that might lead to the generation of macrocracks [8]. The coalescence of MPs into pores occurring at the polytype boundaries was demonstrated using synchrotron radiation (SR) phase radiography [9] and interpreted due to the interaction of MPs with the boundaries of the inclusions. Similar explanations have recently been suggested in [10] using SEM technique. The fact that MPs interact with foreign polytype inclusions is confirmed; however, no mechanism, by which an inclusion attracts MPs from the bulk and accumulates them at its boundary, has been proposed before. In the present work, synchrotron phase sensitive radiography, optical and scanning electron microscopies and color photoluminescence have been used to study the interaction of dislocated MPs with foreign polytype inclusions in 4H-SiC bulk crystals grown on 6H-SiC substrates. (The generation of MPs at the inclusion boundary [11] is out of scope of our investigation.) A model about a polytype inclusion interacting with MPs has been developed.

SAMPLES AND TECHNIQUES

4H-SiC boules were grown by the Sublimation Sandwich method in Ar atmosphere and in the presence of Sn vapor [12] on carbon terminated face of 6H-SiC wafer. The growth temperature was 2180° C and the growth rate was 0.5 mm h⁻¹. The Sn vapor promotes the transformation of the polytype of the substrate into 4H-SiC [12]. The crystals were N doped and had an n-type conductivity. The samples were cut perpendicular to the growth axis and mechanically polished from both sides up to 0.4 mm thick. One wafer, 8° misoriented towards the basal plane, was further cut into 0.5 mm wide bars.



Fig. 1. Schematic diagram illustrating phase radiography experiment via the step-by-step rotation of a sample, 0.4 mm thick and 0.5 mm wide, to reveal the spatial orientations of MPs.

X-ray phase sensitive radiographs were taken at the Pohang Light Source, Pohang, Korea. The source with the size $60 \,\mu m(H) \times 160 \,\mu m(V)$ was located at 34 meters from the specimen. The energy of continuous spectrum changed from 6 to 40 keV. Images were recorded on CCD detector with the matrix 1600×1200 pixels after the conversion of xrays into visible light with the 200 µm thick CdWO₄ scintillator. The width of the view field defined by optics was 0.7 mm (H). The specimen to the detector distance was 6 cm. The radiography experiment was performed in two regimes: (1) via the translation of the wafer to detect MPs distribution over the area and (2) via the rotation of the bar samples to reveal the spatial orientations of MPs. In the latter case, the rotation axis was perpendicular to the beam and parallel to the long edges of the bar (Fig. 1). The rotation interval was 180 degrees with 2 degrees step. The images were recorded step by step in a sequence.

Optical micrographs were taken on a Zeiss Universal microscope supplied with a CCD. Scanning electron microscopy was done on the JEOL JSM-6330F FESEM operating at 12 kV. Photoluminescence (PhL) images of polytype inclusions were taken with the PhL microscope in visible as well as ultraviolet light under the magnifications $50 \times -200 \times$.

RESULTS

Figure 2 shows foreign polytype inclusions and typical pores located at their boundaries. Figures (a) and (d) demonstrate PhL images of the inclusions themselves. When the inclusions are located close to the wafer surface, their polytypes can be easily identified by the color of PhL. In low N doped samples, 4H polytype has green and 6H polytype - yellow PhL at room temperature [13]. In Fig. 2(a) and (d), 6H inclusions in 4H matrix are seen. MPs nearby to the inclusion interact with the inclusion boundary. Fig. 2(c) is an example of this last comment. Here the phase radiograph of the pore at the inclusion border is seen. MPs turn towards the pore, and, at the same time, remarkably deviate from the growth direction. On a molten KOH treated surface, pore's openings look like slits (Fig. 2e). By translating the sample in SR beam we evaluated the density of MPs. Around the inclusions, MPs were sparse; however, many MPs were detected throughout the wafer



Fig. 2. (a) PhL image of 6H inclusion in 4H-SiC wafer; (b) optical micrograph of the region displayed in (a); (c) phase sensitive radiograph of the region displayed in (a) and (b); (d) PhL image of another 6H inclusion in the same 4H-SiC wafer; (e) SEM image of pores located at the boundary of the 6H inclusion shown in (d); arrows indicate the slit-like opening of the pore (e) and its location at the inclusion corner (d).



Fig. 3. Phase sensitive radiograph showing MPs grouping at the boundary of 6H inclusion in 4H-SiC wafer. The right inset demonstrates PhL image of the inclusion itself. The left inset represents the cross-section of the bar sample schematically shown in Fig. 1. In the left inset the black arrow indicates the growth direction, and the circle - the area where the MP has splitted up into the branches 1 and 2. The other numbers are explained in the text.

The observations can be interpreted in the framework of the following qualitative model. Due to the lattice mismatch, the inclusions of foreign polytypes create elastic misfit strains which may effectively be relaxed through the appearance of MPs at the inclusion boundaries. When the density of MPs along such a boundary becomes high enough, they merge and form pores. Both the misfit strains (although diminished because of partial misfit relaxation) and the free surfaces of pores attract new MPs from the surrounded area to the inclusion. As a result, the pore absorbs new MPs, thus propagating along the inclusion interface as well as into the bulk of the matrix.

For the purposes of the quantitative model, it is important to find a way by which MPs accumulate at the inclusions. X-ray phase radiography well suits for this purpose because it can image spatial distribution of MPs. Figure 3 shows the representative image among the sequences of the images registered while rotating the bar sample in SR beam (Fig. 1). Grouping of MPs at the boundary of 6H inclusion in 4H SiC wafer is seen. The shape of the group follows the shape of the boundary (see the right inset of Fig. 3). When the longitudinal-cut surface of the bar was illuminated, the whole lengths of MPs were seen; and their deviations from the growth direction could be estimated (the left inset of Fig. 3). One can see that a relatively thick MP (indicated as 3 in Fig. 3) follows the growth direction, while the much thinner (and therefore

much more mobile) MP 4 inclines towards the inclusion boundary. On the other hand, thick MP 5 also bends towards the inclusion and its surface becomes step-like. MP 1 revolves about MP 2 that follows the growth direction.

Earlier the reactions of MPs — twisting and bundling — were discussed in terms of the stress fields from other surrounding MPs [14]. The stress fields in this study are supposed to be created also by the inclusions. The remarkable deviation from the growth direction, the transformation of shape and the reactions of MPs prove that they suffer strong influence of the inclusions. Attracted by the inclusions, MPs collect into bundles at the inclusion boundaries. The gathering of MPs is followed by the reduction of their density in the neighboring regions.

DISCUSSION

A parallelepipedic inclusion in a semi-infinite crystal with a flat free surface was considered. The elastic interaction of such an inclusion with a moving dislocated MP was examined. The lateral motion of the dislocated MP in the course of crystal growth was assumed to occur by producing a kink at the dislocation line near the growth front. This kink produced around itself a cylindrical cavity, resulting in the lateral MP motion. Thus, the MP motion was assumed to be realized through consecutive formation of kinks at the dislocation line and their associated steps at the cylindrical MP surface. The force exerted by the inclusion on a moving MP segment was calculated. It was found that the equilibrium positions of MPs were situated at the inclusion boundaries.

SUMMARY

SEM. optical and photoluminescence microscopies allowed to reveal and to identify foreign polytype inclusions in 4H SiC crystals. By showing spatial distribution of MPs, SR phase radiography provided evidences for MPs interaction with the inclusion boundaries. MPs that nucleated in the bulk and crossed the crystal nearby to the inclusions deviated towards them and reached them under the influence of the inclusion strain fields. At the boundaries, MPs agglomerated and merged into pores. The theoretical analysis of the elastic interaction between dislocated MPs and polytype inclusions was performed, which proved that: (1) the interfaces of polytype inclusions were the sources of long-range elastic stresses that attracted MPs; (2) the equilibrium positions of MPs were situated at the inclusion boundaries.

Experimental evidence and the model developed has provided the mechanism of MPs - inclusion interaction and explained the pore formation at the polytype inclusions in SiC.

ACKNOWLEDGEMENTS

This research is supported by the Russian Fund of Basic Research (grant 04-01-00211), RAS Program "New materials and structures" and the KOFST through the Brain Pool project.

REFERENCES

[1] Tairov, Y.M. and Tsvetkov, V.F. J. Crystal Growth, **43**, 209 (1978).

[2] Huang, X. R., Dudley, M., Vetter, W. M., Huang, W., Wang, S. and Carter, C. H. Appl. Phys. Lett., **74**, 353 (1999).

[3] Heindl, J., Strunk, H. P., Heydemann, V. D., and Pensl, G. Phys. Status Solidi A 162, 251 (1997).

[4] Augustine, G., Hobgood, H. M., Balakrishna, V., Dunne, G. and Hopkins, R. H. Phys. Status Solidi **B 202**, 137 (1997).

[5] Ohtani, N., Katsuno, M., Fujimoto, T., Aigo, T. and Yashiro, H. J. Cryst. Growth **226**, 254 (2001).

[6] Fissel, A. Phys. Rep. 379, 149 (2003).

[7] Mokhov, E. N., Ramm, M. G., Roenkov, A. D. and Vodakov, Yu. A. Mater. Sci. Eng. **B 46**, 317 (1997).

[8] Siche, D., Rost, H.-J., Doerschel, J., Schulz, D. and Wollweber, J. J. Cryst. Growth **237–239**, 1187 (2002).

[9] Argunova, T. S., Sorokin, L. M., Kostina, L. S., Je, J. H., Gutkin, M. Yu., and Sheinerman, A. G. Crystallogr. Rep. **49**, Suppl. 1, S33 (2004).

[10] Zhu, L. N., Li, H., Hu, B. Q., Wu, X., and Chen, X. L. J. Phys.: Condens. Matter **17**, L85 (2005).

[11] Dudley, M., Huang, X. R., Huang, W., Powell, A., Wang, S., Neudeck, P., and Skowronski, M. Appl. Phys. Lett. **75**, 784 (1999).

[12] Vodakov, Yu. A.,. Roenkov, A. D., Ramm, M. G., Mokhov, E. N., and Makarov, Yu. N. Phys. Status Solidi **B 202**, 177 (1997).

[13] Saparin, G. V., Obyden, S. K., Ivannikov, P. V., Shishkin, E. B., Mokhov, E. N., Roenkov, A. D., and Hofmann, D. H. Scanning **1**9, 269 (1997).

[14] Gutkin, M. Yu., Sheinerman, A. G., Argunova, T. S., Mokhov, E. N., Je, J. H., Hwu, Y., Tsai, W.-L., and Margaritondo, G. J. Appl. Phys. **94**, 7076 (2003).

BRAGG AND LAUE DIFFRACTION OF THE X-RAY FREE-ELECTRON LASER PULSES

V.A. Bushuev

M.V.Lomonosov Moscow State University, Leninskie Gori, 119992 GSP-2 Moscow, Russia e-mail: vabushuev@yandex.ru

The problem of dynamical diffraction of any X-ray pulses in the Bragg and in the Laue cases in a crystal with any thickness and coefficient of asymmetry of reflection is resolved. The analysis of transformation of the form and duration of pulses in process of diffraction and spreading in a space is conducted. It is shown, that the most optimum for exception of a reflected pulse smearing is the symmetrical Bragg case.

Introduction

In the connection with expected creation of the X-ray free-electron lasers (XFEL) with wavelength of radiation $\lambda \approx 0.1$ nm the large interest presents consideration of dynamical diffraction of a powerful femtosecond pulses for management of the radiation characteristics of radiation and for development of methods of laser pulses diagnostics. Two projects are now actively developed: TESLA in Germany [1] and LCLS in USA [2]. Accounts show [3], that in the result of self-amplification of spontaneous radiation of electrons with an energy $\approx 15 \text{ GeV}$ from undulator a large number of clots (bunches) with the duration $\approx 100-200$ fs leaves. These pulses have an irregular many-peaks structure and consist of several hundreds supershort non-synchronized sub-pulses with the duration $\tau_0 \approx 0.1$ fs, separated by time intervals $\Delta t \sim 0.3$ -0.5 fs. The cross size of the pulses $r_0 \sim 50 \,\mu\text{m}$, angular divergence $\approx 1 \,\mu\text{rad}$, peak power ≈ 10 GW, average power ≈ 40 W [3].

Early diffraction of XFEL radiation was considered in the Bragg case [4-7] and in the Laue case [6, 8, 9] in approximation of the plane (unlimited) wave front of incident δ function (in time) [4-6, 8, 9] or Gaussian [5, 7] pulse. Such approach can not in principle to take into account the availability of transverse mode structure and, that is more essential, the non-uniform distribution of a phase of a field amplitude in the cross-section of a pulse. Such phase distribution inevitably arises at large distances (hundred meters [3]) from an undulator up to the first crystal. Moreover, all above-named authors [4-9] were limited only by the analysis of a field of a reflected pulse on the exit surface of a crystal, whereas the significant practical interest presents account of space-temporal diffusion of pulses limited in space and in time during their spreading in the vacuum.

In the present article the general theory of dynamical diffraction of X-ray pulse with any spacetime structure of a field $\mathbf{E}_{in}(\mathbf{r}, t)$ in crystals with any thickness and coefficient of reflection asymmetry in the Bragg and in the Laue cases is developed (see also [10]). Such approach permits us to analyze a structure of fields $\mathbf{E}_g(\mathbf{r}, t)$ of forward-diffracted (transmitted, g = 0) and diffracted (reflected, g = h) pulses at any distances from a crystal, but also the degree of space and time coherence of these pulses and its connection with the statistical properties of a field of XFEL radiation [10].

1. Theory

We shall consider diffraction reflection and transmission of any pulse of X-ray radiation, which is incident on the plane-parallel single crystal with the thickness *d*. The field of an incident pulse on an entrance crystal surface z = 0 shall present in a form

$$E_{in}(x, t) = A_{in}(x, t) \exp(ik_{0x}x - i\omega_0 t), \qquad (1)$$

where A_{in} is a complex slowly-varying amplitude (the envelope of a wave packet), $k_{0x} = k_0 \cos\theta_{in}$, $k_0 = \omega_0/c = 2\pi/\lambda$, *c* is the light speed in vacuum; the axis *x* is directed along a crystal surface, the axis *z* is directed inside the crystal along the normal to a surface (Fig. 1).



Fig. 1. *I* - incident pulse $E_{in}(\mathbf{r}, t)$, 2 - transmitted pulse $E_0(\mathbf{r}, t)$, 3 - reflected pulse $E_h(\mathbf{r}, t)$ in the Bragg case and 4 - in the Laue case, 5 - crystal.

The angle of incidence of radiation in respect of a crystal surface $\theta_{in} = \theta_0 + s\Delta\theta$, where $\theta_0 = \theta_B + \psi$ in the Bragg case (s = 1) and $\theta_0 = \psi - \theta_B$ in the Laue case (s = 1), θ_B is the Bragg angle for the central (average) frequency ω_0 , which is determined by an expression $2k_0 \sin\theta_B = h$, where *h* is the value of the reciprocal lattice vector, $\Delta\theta$ is an angular deviation from the exact Bragg angle, ψ is an angle of an inclination of reflecting crystal planes in respect of a surface. Representation of a pulse in a form (1) is fairly, if the characteristic cross size of a pulse $r_0 >> \lambda$, and its duration $\tau_0 >> \lambda/c$. Represent the field E_{in} (1) in a form of twodimensional Fourier integral

$$E_{in}(x, t) = \iint E_{in}(k_x, \omega) \exp(ik_x x - i\omega t) dk_x d\omega, \quad (2)$$

where

$$= (2\pi)^{-2} \iint E_{in}(x, t) \exp(-ik_x x + i\omega t) dx dt.$$
(3)

Here and further all integrations are carried out in an infinite limits from $-\infty$ up to $+\infty$. A field E_{in} (1) substitute in equation (3) and enter new variables of integration

 $E_{in}(k_x, \omega) =$

$$q = k_x - k_{0x}, \quad \Omega = \omega - \omega_0. \tag{4}$$

As a result we shall receive for Fourieramplitudes of a field, that $E_{in}(k_x, \omega) = A_{in}(q, \Omega)$, where

$$A_{in}(q, \Omega) =$$

= $(2\pi)^{-2} \iint A_{in}(x, t) \exp(-iqx + i\Omega t) dx dt.$ (5)

Now we pass on to a finding of space-time distribution of fields $E_g(x, z, t)$ for transmitted (g = 0) and reflected (g = h) pulses at any point of space (x, z) and at any moment of time t. In accordance with the expression (2) on a crystal surface drops the aggregate of plain monochromatic waves with amplitudes $A_{in}(q, \Omega)$, wave-vectors $\mathbf{k} = (k_x, [k^2 - k_x^2]^{1/2})$, where $k = \omega/c$, and frequencies ω . In accordance with the known results of the plane-wave dynamical theory of X-ray diffraction each subwave in (2) is transmitted and is reflected with the amplitude coefficients of transmission $T(q, \Omega)$ and reflection $R(q, \Omega)$. As a result we shall receive, that

$$E_g(x, z, t) = \iint B_g(q, \Omega) A_{in}(q, \Omega) \times \\ \times \exp(iK_{gx}x + iK_{gz}|z| - i\Omega t) dq d\Omega,$$
(6)

where $B_0 = T$, $B_h = R$. Here it is taken into account, that owning to a condition of continuity of wave vectors tangential components at the entrance and exit crystal surfaces the values of *z*-projections of wave vectors in vacuum will take the following form:

$$K_{gz} = (k^2 - K_{gx}^{2})^{1/2}, (7)$$

where $K_{gx} = k_x + g_x$ (g = 0, h); $h_x = sh\sin\psi$, $h_z = -sh\cos\psi$; $z \le 0$ for a reflected pulse in the Bragg case and $z \ge d$ in the other cases. Hereinafter under the value of z we shall understand, that z = |z|. We shall notice, that the approach, used by us, based on the Fouruer transformations, is more simple and productive in comparison with the attraction by [4, 11, 12] of time-dependent Takagi-Taupin differential equations.

Represent a square root (7) in a form of series over small parameters q/k_0 and Ω/ω_0 with the accuracy to square-law terms and substitute this result in a two-dimensional integral (6). As a result we shall receive the following general expressions for the electric fields of X-ray pulses:

$$E_g(x, z, t) = A_g(x, z, t) \exp(i\mathbf{k}_g \mathbf{r} - i\omega_0 t), \qquad (8)$$

where $\mathbf{k}_{g} = \mathbf{k}_{0} + \mathbf{g}$, and the slow-varying amplitudes

$$A_g(x, z, t) = \iint B_g(q, \Omega) A_{in}(q, \Omega) \times \\ \times \exp(iS_g + iD_g) dq d\Omega, \tag{9}$$

 $S_g(q, \Omega) = q(x - \sigma_g \operatorname{ctg} \theta_g z) - \Omega(t - z/c\gamma_g), \quad (10)$

$$D_g(q, \Omega) = -\left[q - \sigma_g(\Omega/c)\cos\theta_g\right]^2 z/(2k_0\gamma_g^3). \quad (11)$$

Here $\gamma_g = \sin\theta_g$; in the Bragg case $\theta_h = \theta_B - \psi$, $\sigma_0 = \sigma_h = 1$; in the Laue case $\theta_h = \pi - \theta_B - \psi$, $\sigma_0 = 1$, $\sigma_h = -1$; $k_{hx} = sk_0\cos(\theta_h + b\Delta\theta)$, where $b = \gamma_0/\gamma_h$ is the asymmetry coefficient of the reflection.

The phase S_{q} (10) determines the displacement of centers of pulses over x and t in accordance with increase of the distance z from a crystal, and the phase D_g (11), which is proportional to distance z, describes diffraction smearing of pulses at their distribution in vacuum. We shall emphasize, that for the strict decision of a problem without fail the terms ~ q^2 , Ω^2 and $q\Omega$ is necessary to take into account at calculation (7). Just such consideration permits to analyze diffraction widening of pulses in space and in time. In the all previous articles [4-9, devoted to consideration of pulse 11, 12], diffraction, this the extremely important circumstance was not taken into account. Integral (9) is equivalent to the integral formula of Kirchhoff-Helmholtz, generalizing a principle of Huygens-Fresnel, since in the quasi-optical approximation the spherical wave front of a point sources approximately is replaced by parabolic wave front, that is justified in the paraxial region.

We shall cite an obvious form of reflection coefficient R and transmission coefficient T for a crystal with any thickness d. In the Bragg case

$$R = (R_1 - pR_2)/(1 - p),$$

$$T = [\exp(i\varphi_1) - p\exp(i\varphi_2)]/(1 - p), \quad (12)$$

-

where

$$R_{1,2} = (\alpha_1 \pm W)/2C\chi \overline{h},$$

$$p = (R_1/R_2)\exp[i(\varphi_1 - \varphi_2)],$$

$$\varphi_{1,2} = k_0\varepsilon_{1,2} d, \quad \varepsilon_{1,2} = (2\chi_0 + \alpha_1 \pm W)/4\gamma_0,$$

$$\alpha_1 = \alpha b - \chi_0(1 - b), \qquad W = (\alpha_1^2 + 4bC^2\chi h\chi \overline{h})^{1/2}.$$

Here χ_g are the Fourier components of the electric susceptibility of a crystal; C = 1 and $C = \cos 2\theta_B$ for σ - and π -polarized radiation, respectively; $b = k_{0z}/k_{hz}$. Parameter $\alpha = [k^2 - (\mathbf{k} + \mathbf{h})^2]/k^2$, determining a deviation from an exact Bragg condition, has the following form:

$$\alpha(q, \Omega) = 2\sin 2\theta_{\rm B} [\Delta \theta - sq/k_0\gamma_0 + s(\Omega/\omega_0)\cos\psi/\gamma_0\cos\theta_{\rm B}].$$
(13)

In the Laue case

$$B_g = A_g^{(1)} \exp(i\varphi_1) + A_g^{(2)} \exp(i\varphi_2), \qquad (14)$$

where

65

$$A_0^{(1,2)} = (W + \alpha_1)/2W$$

 $A_h^{(1,2)} = \pm Cb\chi_h/W.$

Intensities of transmitted and reflected pulses are determined by an expression $I_g(x, z t) = |A_g|^2$. It is easy to show, that the total energy of a pulse $W_g = \iint I_g dxdt$ does not depend on the distance z and the time t, that means conservation of energy during the spreading of a pulse in a vacuum:

$$W_g = (2\pi)^2 \iint |B_g(q, \Omega)|^2 |A_{in}(q, \Omega)|^2 \, dq d\Omega.$$

Hereinafter for definiteness we shall consider the Gaussian incident pulse, the amplitude of which in a chosen system of coordinates has the following form:

$$A_{in}(x, t) = \exp[-(x\gamma_0)^2/r_0^2 - (t - x\cos\theta_0/c)^2/\tau_0^2].$$
(15)

Depending on a ratio between r_0 and τ_0 it is possible to enter concepts of a long pulse, for which cross size $r_0 \ll c\tau_0 tg\theta_0$, and a short pulse with wide front, if $r_0 \gg c\tau_0 tg\theta_0$. In the first case an area of a crystal surface with $|x| \le x_0 = r_0/\gamma_0$ is exited, whereas in the second case a narrow area, illuminated by input pulse (X-ray "hare") with the size $\approx c\tau_0/\cos\theta_0 \ll x_0$ "runs" over the crystal surface with a speed, which is greater than the speed of light. Just the last situation will be realized for femtosecond pulses.

For narrow and short pulses diffraction divergence $\Delta \theta_d \approx \lambda/2r_0$ and spectral width $\Delta\Omega_0 \approx 2/\tau_0$ are comparable or can even much more exceed angular width $\Delta \theta_{\rm B} = C |\chi_h| / b^{1/2} \sin 2\theta_{\rm B}$ and spectral width $\Delta \Omega_{\rm B} = \Delta \theta_{\rm B} \omega_0 \operatorname{ctg} \theta_{\rm B}$ of an area of the Bragg reflection. It leads to the sharp change of the form and to the reduction of intensity of a reflected pulse, but also to its spreading as in a time, and as in a space. The degree of spreading in a general case is increased with the growth of distance z (see section 3). It is clearly, that for the reduction of a heat development the thickness of a crystal should be enough small $(d \leq 1 \div 3\Lambda)$ where $\Lambda = \lambda (\gamma_0 \gamma_h)^{1/2} / \pi C |\chi_h| \text{ is an extinction length), but at}$ the same time acceptable for achievement of more considerable value of reflection coefficient.

2. Results and discussion

The expressions (8)-(14) in a general case decide a problem about transmission and reflection of any X-ray pulses in the Bragg and the Laue cases. In Fig. 2 space-time distributions of amplitudes of incident (*a*) and reflected (*b*) pulses with duration $\tau_0 = 10$ fs are shown. The longitudinal size of a pulse $\tau_0 c = 3 \mu m$, that, as well as transverse size r_0 , is comparable to the X-ray extinction length Λ . Here and below accounts are executed for reflection (220) of σ -polarized radiation with $\lambda = 0.154$ nm from a silicon single crystal at an angle $\Delta \theta = 0$ ($\theta_B = 23.65^{\circ}$, at $b = 1 \Delta \theta_B = 2.56''$, $\Lambda = 2.16 \mu m$). It is clear, that after reflection a pulse is strongly expanded and its maximum intensity decrease more than in 6 times.

The duration of a pulse in a longitudinal direction does not almost vary. It is explained by that fact, that the size τ_0 exceeds some characteristic time $\tau_h = 2\Lambda \sin\theta_B/c = 5$ fs, which is equal to the time of passage of radiation at the distance equal to double extinction length with the speed $c/\sin\theta_B$ (more detail see below).



Fig. 2. Two-dimensional distribution of amplitude of a Gaussian input pulse $A_{in}(x, t)$ (*a*) and reflected pulse $|A_h(x, t)|$ (δ) in the symmetric Bragg case; $r_0 = 5 \ \mu m$, $\tau_0 = 10 \ fs$, thickness of a crystal $d = 5 \ \mu m$, distance $z = 1 \ m$.

We shall go on to the discussion of various particular cases. If the field amplitude A_{in} does not depend on x and t, then, in agree with expressions (5) and (13), $A_{in}(q, \Omega) = \delta(q)\delta(\Omega)$, $\alpha = 2\Delta\theta \sin 2\theta_B$, and we receive known result for a plane monochromatic wave: $A_g = B_g(\Delta\theta)$. Formally it means, that in (15) it should assume $r_0 \rightarrow \infty$ and $\tau_0 \rightarrow \infty$. In a real situation the approximation of a plane monochromatic wave will be realized at $r_0 >> \lambda/2\Delta\theta_B$ and $\tau_0 >> 2tg\theta_B/\Delta\theta_B \omega_0$. If, for example, $\lambda = 0.154$ nm, in the case of symmetric Bragg reflection Si(220) it leads to the following requirements: $r_0 >> 10 \ \mu m$, $\tau_0 >> 10 \ fs$.

The next approximation of monochromatic Xray beam means, that the amplitude $A_{in}(x)$ depends only on coordinate, that is in (15) $\tau_0 \rightarrow \infty$. In this case $A_{in}(q, \Omega) = A_{in}(q)\delta(\Omega), \quad \alpha = 2\sin 2\theta_{\rm B}(\Delta\theta - sq/k_0\gamma_0)$ and

$$A_g(x, z) = \int B_g(q) A_{in}(q) \exp(iS_g + iD_g) dq, \quad (16)$$

where

$$S_g = q(x - \sigma_g \operatorname{ctg} \theta_g z), \quad D_g = -q^2 z / (2k_0 \gamma_g^3).$$

The expression (16), which is fair at any *z* and *d*, is more general in comparison with received one early by a method of Green function results for diffraction reflection of a bounded X-ray beam from a half-infinite crystal at z = 0 in the Bragg case [13] and at z = d in the Laue case [14].

However the greatest interest presents the diffraction of a short pulse with a wide front. In this case it is possible to neglect boundary effects, i.e. to consider, that dependence of a field of an incident pulse from transverse coordinate is away. Then $A_{in}(x, t) = A_{in}(t - x\cos\theta_0/c)$ and, in agree with (5), $A_{in}(q, \Omega) = A_{in}(\Omega)\delta(q - \Omega\cos\theta_0/c)$. Availability of a δ function much simplifies a problem. As a result from (9) it is possible to receive, that

$$A_g(x, z, t) = \int B_g(\Omega) A_{in}(\Omega) \times \\ \times \exp(iS_g + iD_g) d\Omega,$$
(17)

where

$$S_g = (\Omega/c)[\cos\theta_0 x + (1 - \sigma_g \cos\theta_0 \cos\theta_g) z/\gamma_g] - \Omega t, \qquad (18)$$

$$D_g = -\Omega^2 F_g z, \quad F_g = (\cos\theta_0 - \sigma_g \cos\theta_g)^2 / (2k_0 c^2 \gamma_g^3). \tag{19}$$

The substitution of expression $q = \Omega \cos \theta_0 / c$ in (13) results to a known result for the value of α in the case of incident non-monochromatic plane wave:

$$\alpha(\Omega) = 2\sin 2\theta_{\rm B} [\Delta \theta + (\Omega/\omega_0) tg \theta_{\rm B}].$$
 (20)

For convenience of the analysis of a spacetime structure of amplitudes $A_g(x, z, t)$ (17) it is convenient to pass from coordinate system (x, z) to a new system of coordinates (x', z'), in which the axis z' makes with a crystal surface an angle φ_g , and the value of this angle is determined from a condition of independence of a phase S_g (18) from transverse coordinate x'. From expression (18) it is easily to receive, that

$$tg\varphi_g = (1 - \sigma_g \cos\theta_0 \cos\theta_g) / (\gamma_g \cos\theta_0).$$
(21)

In a new system of coordinates a phase $S_g = -\Omega(t - z'/v_{gr})$, where group speed

$$v_{gr} = c\gamma_g / (1 - 2\sigma_g \cos\theta_0 \cos_g + \cos^2\theta_0)^{1/2}.$$
 (22)

From expressions (19), (21) and (22) follows, that for transmitted pulses (g = 0) as in the Bragg case, and in the Laue case an angle $\varphi_0 = \theta_0$, $v_{gr} = c$, $D_0 = 0$. By the other words the incident pulse with wide front is transmitted in an initial direction \mathbf{k}_0 with the speed of light and is not deformed during the pulse transmission in vacuum, i.e. remains plane non-monochromatic wave with time dependence, distinguished in general case from $A_{in}(t)$. Quite another situation takes place for the reflected pulses. In general case a directions of a wave vector $\mathbf{k}_h = \mathbf{k}_0 + \mathbf{h}$ and a group speed \mathbf{v}_{gr} in vacuum do not coincide. It is stipulated by the fact, that at a fixed angle of incidence of a pulse the various spectral components of a field $A_h(\Omega)$ are reflected under different angles to a crystal surface. Because of availability in a vector \mathbf{k}_h of a reciprocal lattice vector with $h_x \neq 0$ the part of a longitudinal wavevector impulse is transferred to a crystal and the angle of reflection $\theta_h + \Delta \theta_h$ is not equal to an incident angle $\theta_0 + s\Delta \theta$, where

 $\Delta \theta_h(\Omega) = -(\Omega/\omega_0)(\cos\theta_0 - \sigma_h \cos\theta_h)/\gamma_h.$

Unique exception is the symmetric Bragg case (b = 1), for which $\varphi_h = \theta_0 = \theta_h = \theta_B$, $\Delta \theta_h = 0$, $v_{gr} = c$ and $D_h = 0$, i.e. the diffusion of pulses in vacuum is away. If $b \neq 1$ in the Bragg case, and in the Laue case at any degree of asymmetry, then $v_{gr} < c$ and the form of a pulse $A_h(t)$ varies during the propagation in vacuum (Fig. 3-5). In the Laue case expressions (21) and (22) were received early by Malgrange & Graeff [9], however the effects of pulse diffusion, caused by a phase D_h (19), in the article [9] were not taken into account.

The distance Z_F from a crystal, at which begins an appreciable diffusion of reflected pulses, is determined from a condition $|D_h| \approx \pi/2$, from which $Z_F \approx \pi/(2\Omega_{eff}^2 D_h)$, where

$$\Omega_{eff} = \Delta \Omega_0 \Delta \Omega_{\rm B} / (\Delta \Omega_0^2 + \Delta \Omega_{\rm B}^2)^{1/2} \, .$$

The effect of diffusion and broadening is increased with the reduction of pulse duration, when width of an incident spectrum $\Delta\Omega_0 \gg \Delta\Omega_B$ and $\Omega_{eff} \approx \Delta\Omega_B$. If, for example, $\tau_0 = 0.1$ fs, then in the Bragg case with b = 2 the distance $Z_F \approx 26$ cm.

It is clear, that since some duration of a pulse τ_0 , satisfying to a condition $\tau_0 < 2/\Delta\Omega_B$, in the area of "strong" diffraction reflection only a part of a spectrum of an incident pulse is falls. It results to its "cutting" already at z = 0, i.e. to sharp reduction of intensity in comparison with longer pulses, which, in turn, in the case of non-symmetric Bragg reflection is broadened with the moving away the crystal (Fig. 3).



Fig. 3. *1* - incident pulse, consisting from a long $(\tau_{01} = 20 \text{ fs})$ and a short $(\tau_{02} = 1 \text{ fs})$ Gaussian pulses, $r_0 = 100 \text{ }\mu\text{m}$; 2-5 - reflected pulses at z = 0 (2); 1 m (3), 2 m (4) and z = 3 m (5). The Bragg case, b = 2, $d = 5 \mu\text{m}$, $v_{er} = 0.92c$, $\varphi_h = 39^0$, $\theta_h = 15.4^0$.

Moreover, for super-short (femtosecond) pulses, unfortunately for practice, comes such situation, when the form and duration of a reflected pulse in general has stop depends from the



Fig. 4. Diffraction reflection of two pulses *1* with durations $\tau_0 = 0.1$ fs and time domain between them $\Delta t = 1$ fs. The distance from a crystal *z* (cm): *2* - 0, *3* - 2, *4* - 10, *5* - 20. The Bragg case, b = 2, d = 4 µm. On an insert it is shown the illustration of difference of directions of phase and group speeds for a reflected pulse in the case of non-symmetric Bragg diffraction.



Fig. 5. Diffraction reflection of two identical pulses *1* with $\tau_0 = 0.1$ fs and $\Delta t = 1$ fs. Distance *z* (cm): *2* - 0, *3* - 0.5, *4* - 2, *5* - 5. The Laue case, *b* = 1, *d* = 7.73 µm, $v_{gr} = 0.75c$, $\varphi_h = 17.6^{\circ}$, $\theta_h = 66.3^{\circ}$.

From Fig. 4 and Fig. 5 it is clear, that two super-short pulses after reflection are merged in one wide non-symmetric pulse with the duration $\tau_h \approx 2(\Lambda/c)\sin^2\theta_B/\gamma_h = 5$ fs (at $d > \Lambda$) and with the intensity $I_h \approx 0.2\%$. The second peak in the Bragg case in an area $t = 2(d/c)\sin^2\theta_B/\gamma_h \approx \approx 16$ fs is stipulated by reflection from the bottom surface of a crystal. It should distinctly understand, that nonsymmetric reflection in the Bragg case and as a whole the Laue geometry are not quite acceptable for diffraction control of pulses, because already at the distances from a crystal only 10-30 cm pulses is considerably diffused, though and become thus little bit more symmetric (Fig. 4, 5). The transmitted pulse $I_0(t)$ thus practically coincides over the form and intensity with the incident pulse, because the coefficient of transmission $T(\Omega) = \exp(ik_0\chi_0 d/2\gamma_0) =$ = const except the narrow area of a spectrum $|\Omega| \le \Delta \Omega_B$ (see (17)).

The coherence functions of reflected and transmitted pulses are determined by the expression

$$\Gamma_g(\rho, \tau) = I_g^{-1} |\iint |B_g(q, \Omega) A_{in}(q, \Omega)|^2 \times \exp[i(q\rho - \Omega t)] dq d\Omega|.$$

If in the region of appreciable change of a spectrum $A_{in}(q, \Omega)$ coefficients $B_g \approx \text{const}$, than the degree of coherence $\Gamma_g \approx \Gamma_{in}$, i.e. it is saved. For a short pulse, for which the width of a spectrum $\Delta\Omega_0 >> \Delta\Omega_B$, the time coherence is increased, i.e. occurs partial monochromatization, however at the same time the intensity of a reflected pulse decreases.

Thus, in the present work the most general approach to consideration of diffraction of any Xray pulses in crystals and subsequent their distribution in space is offered. Main attention is devoted to the analysis of space and time changes of the form and duration of pulses depending on the distance from a crystal. It is shown, that the unique opportunity to avoid distortion of the form and duration of reflected femtosecond pulse consists of use symmetric diffraction in the Bragg geometry.

The author is very grateful to D.Novikov and I.Vartanyants for helpful discussions.

The work is executed with the support of RFBR (grants № 04-02-16866 and № 05-02-16770).

[1] Report DESY 1997-048, ECFA 1997-182. DESY, Hamburg, Germany (1997).

[2] Report SLAC-R-521, UC-414, Stanford Linear Accelerator Center, CA 94025, USA (1998).

[3] Saldin, E. L., Schneidmiller, E. A. and Yurkov, M. V., Report TESLA-FEL 2004-02, DESY, Hamburg, Germany (2004).

[4] Chukhovskii, F. N. and Forster, E., Acta Cryst., A**51**, 668 (1995).

[5] Shastri, S. D., Zambianchi, P. and Mills, D. M., J. Synchrotron Rad., **8**, 1131 (2001).

[6] Shastri, S. D., Zambianchi, P. and Mills, D. M., Proc. SPIE, **4143**, 69 (2001).

[7] Graeff, W., J. Synchrotron Rad., 11, 261 (2004).

[8] Graeff, W., J. Synchrotron Rad., 9, 82 (2002).

[9] Malgrange, C. and Graeff, W., J. Synchrotron Rad., **10**, 248 (2003).

[10] Bushuev V.A., Izv. Acad. Sci., **69**, 1710 (2005) (in Russian).

[11] Wark, J. S. and He, H., Laser Part. Beams, **12**, 507 (1994).

[12] Wark, J. S. and Lee, R. W., J. Appl. Cryst. **32**, 692 (1999).

[13] Afanas'ev, A. M. and Kohn, V. G., Acta Cryst., A27, 421 (1971).

[14] Slobodetzkii, I. Sh. and Chukhovskii, F. N., Kristallografiya, **15**, 1101 (1970) (in Russian).

TIME COMPRESSION OF X-RAY PULSES UNDER CONDITIONS OF BRAGG DIFFRACTION

V.A. Bushuev

M.V.Lomonosov Moscow State University, Leninskie Gori, 119992 GSP-2 Moscow, Russia e-mail: vabushuev@yandex.ru

In the last years active work on creation of Xray free electron lasers (XFEL) with wavelength of radiation of the order $\lambda \sim 0.1$ nm is conducted. Theoretical accounts show, that in the result of selfinduced amplification of spontaneous radiation on an exit of undulator of XFEL are formed many peaks pulses with duration from a fraction up to tens femtosecond (see the references in [1]). Quite naturally for management of the characteristics of X-ray radiation to use the phenomenon of X-ray diffraction on ideal single crystals.

In the paper [1] the dynamic theory of diffraction of any X-ray pulses in the Bragg and the Laue cases is advanced, which permits to consider spatio-temporal distribution of reflected and transmitted pulses at any given distances from a crystal with the account of diffuse spreading of these pulses in the process of their distribution in space. It is shown, that super-short pulses with the duration about 0.1-1 fs is strongly widen in time and are deformed there form.

In the present paper on the basis of results, received in [1], opportunity of time compression of pulses, i.e. the reduction of their duration in the result of the Bragg reflection is investigated. It is shown, that at incidence on a crystal of a chirp pulse, the instantaneous frequency of radiation of which linearly depends on time, and the phase - as squared, it is possible practically ten-divisible reduction of duration of a reflected pulse in comparison with an incident pulse, having duration of the order 1-10 fs. The reduction of duration of a diffracted pulse is caused by that a frequency spectrum of an incident chirp wave package become wider and can be compared (or even to exceed) with spectral width of a plane-wave curve of diffraction reflection.

1. X-ray pulse propagation in a free space

Let on an exit from undulator in a plane $\rho = (x, y)$ at z = 0 some field is given

$$E_0(\mathbf{\rho}, t) = A_0(\mathbf{\rho}, t) \exp(-i\omega_0 t), \qquad (1)$$

where amplitude $A_0(\mathbf{p}, t)$ is a complex slowly varying function of a time (wave package), ω_0 is an average frequency. Slowness of amplitude change means, that $|dA_0/dt| \ll \omega_0|A_0|$. If τ_0 is the characteristic time of a pulse, value $\Delta\omega/\omega_0 \ll 1$, where $\Delta \omega \approx 1/\tau_0$ is the spectral width of a wave package.

It is required to find a field $E(\mathbf{r}, t)$ at any point of space $\mathbf{r} = (\mathbf{\rho}, z)$ in any moment of time *t*. Expand a field (1) into a plane waves:

$$E_0(\mathbf{\rho}, t) = \iint E_0(\mathbf{q}, \omega) \exp(i\mathbf{q}\mathbf{\rho} - i\omega t) d\mathbf{q} d\omega, \quad (2)$$

where

$$E_0(\mathbf{q}, \omega) = 1/(2\pi)^3 \iint E_0(\mathbf{p}, t) \times \\ \times \exp(-i\mathbf{q}\mathbf{p} + i\omega t) d\mathbf{p} dt.$$
(3)

Here and everywhere further the integration is carried out in infinite limits from $-\infty$ up to $+\infty$; $\mathbf{q} = (q_x, q_y)$. The field $E(\mathbf{r}, t)$ should satisfy to a wave equation $\Delta E - (1/c^2)\partial^2 E/\partial t^2 = 0$ with a boundary condition $E(\mathbf{p}, z = 0, t) = E_0(\mathbf{p}, t)$. It is easily to show, that the required field has the following general form:

 $E(\mathbf{r}, t) = \iint E_0(\mathbf{q}, \omega) \exp(i\mathbf{q}\boldsymbol{\rho} + ik_z z - i\omega t) d\mathbf{q} d\omega, \quad (4)$

where $k_z(\mathbf{q}, \omega) = (k^2 - q^2)^{1/2}, k = \omega/c.$

We shall receive expression for a field $E(\mathbf{r}, t)$ in the quasi-optical approximation, i.e. in the assumption, that the function $E_0(\mathbf{q}, \omega)$ appreciably differs from zero only at $|\mathbf{q}| \ll k$. Such approximation is justified in that case, when the characteristic cross sizes a_0 of an initial pulse is much greater the wave-length $\lambda = 2\pi/k$. In this case the value k_z is possible to expand in a series, having saved only square-law terms on q: $k_z = k_0 + \Omega/c - q^2/2k_0$, where $k_0 = \omega_0/c = 2\pi/\lambda_0$, $\Omega = \omega - \omega_0$. We shall substitute (1), (3) and k_z in a ratio (4). In a result we shall receive, that

$$E(\mathbf{r}, t) = A(\mathbf{r}, t)\exp(ik_0 z - i\omega_0 t).$$
 (5)

Here $A(\mathbf{r}, t)$ is a slowly varying complex amplitude, which has the following form:

$$A(\mathbf{r}, t) = \iint G(\boldsymbol{\rho} - \boldsymbol{\rho}', z) A_0(\boldsymbol{\rho}', t - z/c) d\boldsymbol{\rho}', \quad (6)$$

where Green function

$$G(\boldsymbol{\rho} - \boldsymbol{\rho}', z) = (1/i\lambda_0 z) \exp[i\pi(\boldsymbol{\rho} - \boldsymbol{\rho}')^2/\lambda_0 z). \quad (7)$$

In a number of cases at realization of numerical accounts, but also for the more detailed analysis of features of X-ray pulse diffraction it is convenient to use the following equivalent spectral representation for slowly varying amplitude:

$$A(\mathbf{r}, t) = \iint A_0(\mathbf{q}, \Omega) \exp(i\mathbf{q}\boldsymbol{\rho} - iq^2 z/2k_0 -$$

$$-i\Omega(t-z/c)d\mathbf{q}d\Omega,$$
(8)

where $A_0(\mathbf{q}, \Omega)$ is the Fourier amplitude of a field of a source $A_0(\mathbf{p}, t)$.

From eq. (6) it is clear, that in vacuum, as in medium without dispersion, the perturbation reaches a point of sight z through a time period z/c, and this delay does not depend on a spectral structure of a wave. By other words, the temporal structure of a pulse does not vary during the propagation in a free space, whereas the space distribution tests diffraction diffusion, connected with the limitation of cross section of a pulse.

Modification of amplitude and phase of a wave depending on the distance z we shall consider on a practically important example of the Gaussian pulse with a square-law change of an initial phase:

$$A_0(\rho, t) = \exp[-(\rho/a_0)^2 - (t/\tau_0)^2 + i\phi_0(\rho) + i\psi(t)],$$
(9)

where a_0 is a characteristic width of a pulse in a plane z = 0, τ_0 is the duration of a pulse; $\varphi_0(\rho) = \beta_{\rho}(\rho/a_0)^2$, $\psi(t) = \beta_{\tau}(t/\tau_0)^2$. Here β_{ρ} and β_{τ} are non-dimensional parameters, numerically equal to a phase at $\rho = a_0$ and $t = \tau_0$, accordingly. In the case of flat phase front the value $\beta_{\rho} = 0$. Substitution of (9) in (6) or (8) results in the following exact analytical expression for the complex amplitude:

 $A(\rho, z, t) = |A| \exp[i\varphi_z(\rho) + i\psi(t - z/c)], \quad (10)$ where

$$\begin{aligned} |A| &= (1/w) \exp[-\rho^2/r_0^2 - (t - z/c)^2/\tau_0^2], \\ w &= [(1 + \beta_{\rho}D)^2 + D^2]^{1/2}, \quad r_0 = a_0 w, \\ \varphi_z(\rho) &= \beta_z(\rho/r_0)^2 - \arctan[D/(1 + \beta_{\rho}D)], \\ \beta_z &= \beta_{\rho} + (1 + \beta_{\rho}^2)D. \end{aligned}$$

Here $D = z/L_d$ is non-dimensional diffraction length (the so called wave parameter), $L_d = \pi a_0^2 / \lambda_0$ is the distance, at which D = 1. If, for example, $a_0 = 30 \ \mu m$ and $\lambda_0 \approx 0.1 \ nm$, then $L_d \approx 30 \ m$.

As it is clear from (10), during the propagation of a pulse the wave-front of a wave is distorted. At a distances D >> 1 the amplitude of a wave decreases as $|A| \sim L_d/z$, and a cross width of a pulse grows under the linear law $r_0(z) \approx a_0(1+\beta_p^2)^{1/2}z/L_d$. The width of angular ($\Delta \vartheta_d$) and frequency spectrum ($\Delta \Omega$) do not depend on distance z and are determined by values λ_0 , a_0 and τ_0 , but also by parameters of an initial phase $\beta_p \grave{e} \beta_{\tau}$:

$$\Delta \Theta_d = (\lambda_0 / \pi a_0) (1 + \beta_0^2)^{1/2}, \qquad (11.1)$$

$$\Delta \Omega = (2/\tau_0)(1 + \beta_\tau^2)^{1/2}.$$
 (11.2)

The consideration of diffraction of any X-ray pulse of a general form (5) or a special case (10) represents a rather difficult problem. However, if the cross size of a pulse in the location of a crystal $r_0 >> \Lambda$, where Λ is the extinction length, and the width of an angular spectrum $\Delta \vartheta_d \ll \Delta \vartheta_B$, where $\Delta \vartheta_B$ is the width of diffraction reflection curve, a problem is much simplified. For example, if (as in the project TESLA in DESY), $\lambda_0 \approx 0.15$ nm, $a_0 \approx 50 \text{ µm}, \beta_{\rho} \approx \pi/2$ and the distance from the X-ray laser $z \approx 500 \text{ m}$ (D = 9.8), then $r_0 \approx 0.1 \text{ mm}$ and $\Delta \vartheta_d \approx 0.4''$, whereas for the reflection (220) from the single crystal Si values $\Lambda = 2.16 \text{ µm}$ and $\Delta \vartheta_{\rm B} = 2.56''$. In this case it is possible to neglect by the dependence of amplitude and phase of a pulse from cross coordinate *x*, to neglect by edge effects and to take into account only dependence of a field on the time *t*.

2. Time compression

In the previous section we saw, that in the case of incidence on a crystal of a super-short X-ray pulse the duration of a reflected pulse is much increased. We shall discuss an opportunity of time compression of X-ray pulse, i.e. the reception of a reflected pulse with smaller duration in comparison with the duration of an incident pulse. We shall receive also the ratio for parameters of an incident pulse and the crystal, enabling to execute time compression.

We shall present the field of incident plane quasi-monochromatic wave of X-ray pulse in a form

$$E_{in}(t) = A_{in}(t) \exp(-i\omega_0 t),$$

where $A_{in}(t)$ is slowly varying complex amplitude. We shall consider for distinctness the Gaussian pulse with square-law modulation of a phase $\varphi(t)$:

$$A_{in}(t) = \exp[-(t/\tau_0)^2 + i\varphi(t)], \qquad (12)$$

where $\varphi(t) = \beta(t/\tau_0)^2$. Here τ_0 is the duration of a pulse, β is the constant, which is numerically equal to a phase of a pulse field amplitude at times $t = \pm \tau_0$. The square-law dependence of a phase means linear dependence of an instantaneous frequency on time:

$$\omega(t) = \omega_0 - \beta t / \tau_0^2.$$

Such pulse, at which the instantaneous frequency varies in time, refers to as chirp pulse, and β is the chirp parameter.

Wavelength of a generated XFEL radiation is determined by the expression $\lambda \approx d_{un}/2\gamma^2$, where d_{un} is the space period of the undulator, $\gamma = E/mc^2$, *E* is the energy of relativistic electron [2]. It is possible to state the assumption, that the mechanism of chirp is stipulated by the loss of electron energy in undulator ($\leq 10\%$ [2]) in the result of them induced slowing down and grouping in the bunches by transfer of energy in a form of X-ray quanta in a field of magnetic-brake radiation along an axis of an electronic beam.

The frequency spectrum of an incident pulse (12) has a form

$$A_{in}(\Omega) = [\tau_0/2\pi^{1/2}(1-i\beta)^{1/2}] \times \\ \times \exp[-\Omega^2 \tau_0^{-2/4}(1-i\beta)].$$
(13)

Half-width of this spectrum at a level e^{-1} is equal to

$$\Delta \Omega_{in} = (2/\tau_0)(1+\beta^2)^{1/2}.$$
 (14)

It is clear, that at weak phase modulation

 $(\beta \ll 1)$ the width of a spectrum is determined by the pulse duration: $\Delta\Omega_{in} = 2/\tau_0$. In the case of strong modulation the width of a spectrum is increased irrespective of a sign of parameter of modulation β : $\Delta\Omega_{in} \approx 2|\beta|/\tau_0$.

We shall consider now the Bragg reflection and transmission of X-ray pulse. The spectral distribution of a reflected pulse $A_R(\Omega)$ is determined by the product (see [1])

$$A_R(\Omega) = A_{in}(\Omega)R(\Omega), \qquad (15)$$

where $R(\Omega)$ is complex amplitude coefficient of the Bragg reflection of a plane wave in the space of frequencies. The spectral width of function $R(\Omega)$ has a form

$$\Delta \Omega_{\rm B} = \omega_0 \Delta \theta_{\rm B} {\rm ctg} \theta_{\rm B}, \qquad (16)$$

where $\Delta \theta_{\rm B}$ is an angular width of the curve of diffraction reflection. In the case of symmetric reflection from a thick crystal ($d > \Lambda$, where Λ is the extinction length) the width $\Delta \theta_{\rm B} = -\lambda/2\pi\Lambda\cos\theta_{\rm B}$. In the case of a thin crystal with thickness $d << \Lambda$ (kinematical approximation) $\Delta \theta_{\rm B} = \lambda/2d\cos\theta_{\rm B}$.



Fig. 1. Spectra $|A_{in}(\Omega)| - 1-3$; $P_R \in P_T$ are the curves of the Bragg reflection and transmission. Chirp parameter β : I - 0, 2 - 10, 3 - 30; $\tau_0 = 10$ fs, $d = 3 \mu m$, reflection Si(220), $\lambda = 0.154$ nm.

In Fig. 1 a frequency spectrum of an incident X-ray pulse is shown at various values of chirp parameter β , but also it is shown the curves of reflection and transmission.

From (15) it is follows, that the spectral width of the reflected pulse $\Delta \Omega_R$ is determined approximately by the expression

$$\Delta \Omega_R \approx \Delta \Omega_{in} \Delta \Omega_B / (\Delta \Omega_{in}^2 + \Delta \Omega_B^2)^{1/2}.$$
(17)

The duration of a reflected pulse $\tau_R \approx 2/\Delta \Omega_R$ strongly depends on a ratio of spectral width $\Delta \Omega_{in}$ and $\Delta \Omega_B$. We shall consider two limiting cases.

a) The case of a long pulse, i.e. the pulse with a narrow spectrum: $\Delta\Omega_{in} \ll \Delta\Omega_{\rm B}$. In this case from (17) it is follows, that $\Delta\Omega_R \approx \Delta\Omega_{in}$ and the duration of a reflected pulse is equal to Thus, in the case of strong phase modulation $(\beta >> 1)$ it is possible significant time compression of reflected (Fig. 2) and transmitted (Fig. 3) pulses: $\tau_R << \tau_0$.



Fig. 2. *1* - incident pulse, 2 - reflected pulse at $\beta = 0$, 3 - $\beta = 10$, 4 - $\beta = 30$. Compression of a pulse in 4.4 times and his splitting is precisely clear (curve 4).



Fig. 3. *1* - incident pulse, *2* - transmitted pulse at $\beta = 0$, *3* - $\beta = 10$, *4* - $\beta = 30$. The transmitted pulse becomes higher and consists of two narrow peaks.

b) The case of a short incident pulse, i.e. the pulse with a wide spectrum: $\Delta\Omega_{in} >> \Delta\Omega_{\rm B}$. In this case from (17) follows, that $\Delta\Omega_R \approx \Delta\Omega_{\rm B}$ and the duration of a reflected pulse

$$\tau_R \approx \tau_h \equiv 2/\Delta \Omega_{\rm B}.\tag{19}$$

It is from here clear, that the duration of a reflected pulse is defined extremely by the spectral width of diffraction reflection curve. Thus, pulses with the duration $\tau_0 \ll \tau_h$ can not basically be compressed (see Fig. 4).

In the case of a thick crystal the duration $\tau_h = 2\Lambda \sin\theta_B/c$. For instance, for the symmetrical reflection Si(220) and $\lambda = 0.154$ nm the value $\tau_h \approx 5$ fs. The boundary value of τ_h can be reduced,
if to use the reflection from a thin crystal with thickness $d \ll \Lambda$, for which $\tau_h = 2d \sin\theta_{\rm B}/\pi c$. If, for example, $d = 0.1\Lambda$, then $\tau_h = 0.2$ fs. However in this case the intensity of a reflected pulse sharply decreases, because the coefficient of the Bragg reflection $|R|^2 \sim (d/\Lambda)^2$.

For super-short pulses with $\tau_0 < \tau_h$ the duration of a reflected pulse is determined, actually, by the time of delay at additional passage of a wave with speed *c* in sub-surface layer with the thickness Λ in the case of a thick crystal and in a crystal with thickness *d* in the case of a thin crystal.



Fig. 4. Dependence of a degree of compression $\Delta t_R/\tau_0$ from the chirp parameter β at $\tau_0 = 1$ fs (*I*), 10 fs (2) and 100 fs (3). Significant time compression is carried out only for incident X-ray pulses with duration $\tau_0 \sim 10$ fs.



Fig. 5. *1* - incident pulse with duration $\tau_0 = 1$ fs; 2-reflected pulse at thickness of a crystal $d = 3 \mu m$, 3 - 1 μm , 4 - 0.2 μm . Symmetrical Bragg case, Si(220), chirp parameter $\beta = 0$.

From Fig. 5 it is clear, that with the reduction of a crystal thickness the duration of a reflected pulse also decreases. Full width at half-maximum (FWHM) $\Delta t_R = 1.18$, 4.45, 2.03 and 1.21 fs for curves *1-4*, accordingly. From these data it is clear, that the condition $\tau_0 \sim \tau_h$ is executed only for a thin crystal with $d = 0.2 \mu m$ (curve 4), therefore only in this case it is possible time compression of an incident chirp pulse (see Fig. 6).

With the increase of chirp parameter β (Fig. 6) the duration of a reflected pulse decreases almost in 6 times from $\Delta t_R = 1.21$ fs at $\beta = 0$ (curve 2) up to $\Delta t_R = 0.21$ fs at $\beta = 30$ (curve 5).



Fig. 6. Time compression of a pulse reflected from a thin crystal. *1* - incident pulse, *2* - reflected pulse at $\beta = 0$, $3 - \beta = 10$, $4 - \beta = 20$, $\beta = 30$; $\tau_0 = 1$ fs, crystal thickness d = 0.2 µm.



Fig. 7. *1* - incident pulse with $\tau_0 = 0.1$ fs, 2 - reflected pulse at a crystal with thickness $d = 3 \mu m$, 3 - $d = 1 \mu m$, 4 - $d = 0.2 \mu m$. Chirp parameter $\beta = 0$.

From Fig. 7 it is clear, that the reduction of thickness of a crystal also results in reduction of duration of a reflected pulse at incidence on a crystal of a super-short pulse with $\tau_0 = 0.1$ fs, however thus the effect of time compression is not reached at any reasonable chirp parameters β , and the duration of a reflected pulse $\Delta t_R > \tau_0$ even for a thin crystal.

The work is executed at support RFBR, grants N 05-02-16770, N 04-02-16866.

[1] Bushuev V.A. Izv. Acad. Sci. Ser. Phys., **69**, 1710 (2005) (in Russian).

[2 Elton R.C. X-Ray Lasers. Academic Press, Inc. Harcourt Brace Jovanovich, Publishers, 1990.

SIMULTANEOUS TREATMENT OF DIFFERENT X-RAY ROCKING CURVES FROM MULTILAYER HETEROSTRUCTURES

M.A. Chuev¹, A.A. Lomov², R.M. Imamov², S.A. Sustavov³

¹Institute of Physics & Technology, Russian Academy of Sciences, Nakhimovskii pr. 36-1, 117218 Moscow,

Russia

² A.V. Shubnikov Institute of Crystallography, Russian Academy of Sciences, Leninskii pr. 59, 119333 Moscow,

Russia

³ Moscow Engineering Physics Institute, Kashirskoe Shosse 31, 115409 Moscow, Russia

E-mail: chuev@ftian.oivta.ru

The X-ray diffraction technique has shown high sensitivity in studies of structural distortions arising in sub-surface layers of the crystal studied under different technological perturbations (implantation, diffusion, etc.). Recently, this method is widely and successfully applied for the diagnostics of hetero-epitaxial structures, superlattices, heterostructures with quantum layers, quantum wires and/or quantum dots due to, first of all, its non-destructive nature [1-3]. A general mathematical approach developed in Ref. 7 for fitting experimental X-ray rocking curves from multilayer heterostructures allows one principally to estimate not only average values of structural parameters of particular layers, but also their meansquare errors, defining the interfaces quality with maximum possible resolution. So that one can restore the depth profiles of the doping impurity concentration and the degree of structural perfection of layers into the heterostructures studied.

However, the problem of characterization of multilayer semiconducting structures with high depth resolution (less than one nanometer) can not be considered resolved in a final form. The reasons are some restrictions in fundamental studies of the diffraction process itself in X-rav these heterostructures, first of all, due to the lack of information about the phase of diffracted waves within conventional two-wave diffraction. Although, some particular cases of well-defined in heterostructures with abrupt interfaces an essential fraction of the corresponding X-ray rocking curve contains such a phase information. Another way to solve the phase problem is usage of the multiple Xray diffraction which allows one to derive the phase information directly from the experimental data [4]. However, this method demands a very high collimation of the incident X-rays within at least two reflection planes, which result in substantial reduction of the incident beam. That is why the multiple X-ray diffraction is hardly possible to be used in practical applications for characterization of multilayer heterostructures.

Indeed, the complete set of X-ray diffraction reflections contains the exhaustive information about distortions of the sample structure. Therefore, the problem of uncertainty elimination can be successfully solved by modeling a greater number of reflections from various families of crystallographic planes. Different orders of reflection have been used before for the characterization of multilayer structures and superlattices [5,6], but the corresponding X-ray rocking curves have never been treated simultaneously in contrast to the conventional approach used for the crystal structure determination [7].

Our preliminary studies have shown that such a simultaneous treatment of the X-ray diffraction curves from various crystallographic planes provides much more reliable information about the thickness, deformation, and amorphization of layers in the heterostructure characterized [8]. In the present paper we will describe this approach in details on the example of X-ray diffraction characterization of the In_xGa_{1-x}As/GaAs(001) heterostructure with the single 12-nm-thick In_xGa_{1-x}As quantum well.

A single $In_xGa_{1-x}As$ quantum well with a thickness of l = 13 nm and an indium content of x = 0.08 was grown by molecular beam epitaxy on the surface of a GaAs(001) single crystal substrate oriented 3° off the [110] axis. In order to eliminate the diffusion of impurities and defects from substrate into the epitaxial $In_xGa_{1-x}As$ layer, the sample surface was preliminarily coated with an 0.5-thick buffer layer of GaAs. Finally, the quantum well was covered with a 100-nm thick GaAs layer.

The X-ray rocking curves were measured using $\theta/2\theta$ scans with a 6'-10' horizontal slit positioned in front of the detector in order to decrease the contribution of the diffuse scattering and background components into the signal registered. The experimental geometry is shown in Fig. 1. With allowance of the asymmetry coefficient $\beta(\psi)$ influencing the dynamical diffraction, the scans were performed in the $\Delta \theta / (1 + |\beta|) \Delta \theta$ mode where $\Delta \theta$ is the deviation from the exact value of the Bragg angle. The probing radiation was produced by an Xray tube with a copper anode. We studied the symmetric coplanar Bragg diffraction from (004) planes and the symmetric non-coplanar diffraction from (113) and (115) planes. When mounting the sample crystal in the skew-symmetric geometry, special attention was paid to provide for the adjustment corresponding to $\beta = 1$.

The experimental diffraction curves taken from different crystallographic planes are shown in Fig. 2 by vertical bars that take into account statistical errors. There are a number of oscillations observed in the rocking curves, which is typical for multiplayer structures with high-quality layers and relatively abrupt interfaces between them.



Figure 1: Schematic of the experimental setup. **X** is the X-ray tube, **M** is the collimator, **S** is the sample, **D** is the detector, **n** is the vector normal to the sample's surface, \mathbf{K}_m and \mathbf{K}_h are the reciprocal lattice vectors for the collimator and given reflection plane in the sample, respectively.

In order to extract structural characteristics of the heterostructure studied, one needs to develop an appropriate model of the structure and then to fit the experimental rocking curves with those calculated within this model. We will follow the approach developed in Refs. 1-3 where a multilayer structure is regarded as a system of homogeneous layers the number of which is not necessarily equal to the number of layers grown according to the technological conditions. The introduction of such additional sublayers is necessary for a more detailed description of a multiplayer structure. Each layer is characterized by its thickness l_i (*j* is the number of layer), the transverse component of the relative change in the lattice parameter $\Delta a_{i\perp}/a$ and the static Debye-Waller factor w_j which defines the degree of the layer amorphousness f_{hj} defined by the reciprocal lattice vector \mathbf{K}_h for a given reflection h and the vector **u** of chaotic displacement of atoms from positions regular into sublayer *j*-th $f_{hj} = \exp\left(-\left\langle (\mathbf{K}_{h}\mathbf{u})^{2}\right\rangle_{j}\right)$. The amorphization factor

describes a decrease in reflectivity of the given sublayer as a result of the crystal lattice imperfection and in the simplest approximation of isotropic distribution of the chaotic displacement **u** the factors are determined by the modulus of the corresponding vector K_h and the mean-square displacement $\overline{u}_j = \sqrt{\langle u^2 \rangle_j}$: $f_{hj} = \exp\left(-K_h^2 \overline{u}_j^2\right)$.

With that, the calculations of the X-ray rocking curves are carried out using the known formulae of X-ray dynamical theory [9] defining the X-ray transmission and reflection amplitudes through the 3K parameters l_j , a_j and f_{hj} or \overline{u}_j where K is the number of sublayers. The substrate is regarded as a single layer of infinite thickness characterized by the mean-square displacement f_{hK+1} or \overline{u}_{K+1} . Then the heterostructure studied is characterized by the resulting (3*K*+1)-dimension vector of parameters

 $\mathbf{p} = \{l_1, \ldots, l_K, \Delta a_{1\perp}/a, \ldots, \Delta a_{K\perp}/a, f_{h1}, \ldots, f_{hK}, f_{hK+1}\}.$



Figure 2. Experimental X-ray rocking curves taken from different crystallographic planes (004), (113) and (115) (vertical bars) and corresponding theoretical curves (solid lines) calculated within the four-layer model of $In_xGa_{1-x}As/GaAs(001)$ heterostructure ($\chi^2 = 2.41, 2.52$ and 2.41, respectively). The non-coherent diffuse background for each rocking curve is shown by dashed line.

In calculating the rocking curves one should take into account not only the purely diffraction scattering intensity $I^{(D)}(\theta_i)$, but also the diffuse scattering intensity $I^{(d)}(\theta_i)$ associated with the thermal phonons as well as with the crystal lattice distortions [1-3]:

 $I^{(c)}(\theta_i, \mathbf{p}, \mathbf{p}^{(d)}) = I^{(D)}(\theta_i, \mathbf{p}) + I^{(d)}(\theta_i, \mathbf{p}^{(d)})$ where the diffuse scattering contribution can be described by the piecewise smooth function with coefficients B_j which are also variable parameters forming the *m*-dimension vector

$$\mathbf{p}^{(d)} = \{B_1, ..., B_j, ..., B_m\}$$

In order to find the structural parameters we have used the well-known least-squares method according to which the parameters are evaluated by minimizing the functional

$$\chi^{2} = \frac{1}{n - M} \sum_{i=1}^{n} \frac{\left(I^{(e)}(\theta_{i}) - I^{(c)}(\theta_{i}, \mathbf{p}, \mathbf{p}^{(d)})\right)^{2}}{\sigma_{i}^{2}}$$

where *n* is the number of experimental points on the reflection curve, $I^{(e)}(\theta_i)$ is the measured intensity of the reflected wave at a given angle θ_i , σ_i is experimental errors, M = 3K+1+m is the number of adjustable parameters.

The technique described above is realized as a computer program and allows one to evaluate the structural parameters of the heterostructures studied from each measured X-ray rocking curve from a given reflection plane. As an initial approximation, we have used the parameters of the heterostructures corresponding to the growth conditions. A comparison of the calculated and experimental curves reveals that the technological characteristics were realized only approximately in the samples really grown, indicating that the real structure differs from that specified by the growth conditions. That is why in subsequent analysis, we have performed a separate fitting of the experimental diffraction curves taken from different crystallographic planes of the single quantum well GaAs-In_xGa₁. _xAs/GaAs(001) heterostructure within the initial four-layer model. The calculated curves adequately describe the experimental data throughout the entire $\Delta\theta$ range, which is also confirmed by lower values of the χ^2 parameter (2.41, 2.52 and 2.41 for the reflection planes (004), (113) and (115), respectively).

In order to further improve quality of fitting the experimental rocking curves for different reflection planes with calculated ones, we had to introduce a larger number of layers (or sublayers) into the model specified by the growth conditions. So that we have used a seven-layer model instead of initial four-layer one, the additional sublayers being describe interfaces from both the sides of the quantum well and natural distortions on the sample's surface. The results of the fitting the experimental rocking curves within the seven-layer model are shown in Figs. 2 and 3.

As seen from the figures, the structural parameters restored within such a separate analysis of the experimental rocking curves taken from different crystallographic planes are close to each other and those specified by the growth conditions. However, the corresponding deviations goes out of the reliable interval defined by the mean-square errors. Moreover, in spite of essential decrease in the χ^2 values for all the rocking curves within the sevenlayer model, there is substantial increase in the mean-square errors in determination of parameters of even major layers, which is rather natural due to increase in the correlation coefficients between the parameters of model with a larger number of layers. As far as the additional sublayers are concerned, well-defined appear to be only parameters of the upper surface sublayer while parameters of the quantum-well interfaces are completely indefinite. The latter actually means that the separate analysis the experimental rocking curves taken from different

crystallographic planes within the seven-layer model provides only minor additional information about structural characteristics of the heterostructure as compared to that obtained from the four-layer model.



Figure 3. Depth profiles of the lattice parameter evaluated from separate fitting the experimental rocking curves from different crystallographic planes (004) (solid lines), (113) (long-dashed lines) and (115) (short-dashed lines) within the seven-layer model. The parallel lines represent the mean-square errors in the determination of the parameter.

In order to treat simultaneously all the experimental data from the heterostructure studied, one has to consider a model characterized by a number of parameters completely describing all the data, some of the parameters being common for all different arrays of data while the remaining parameters are specific for only particular array of the data. In our case in the course of fitting of N Xray rocking curves adjustable parameters are the structural parameters **p**, inherent to the heterostructure studied and common for all the rocking curves, and the diffuse background parameters $\mathbf{p}_{j}^{(d)}$ (j = 1,...,N) specific only for j-th rocking curve. It is clear that in the case of isotropic distribution of the chaotic displacement **u** the structural parameters **p** must contain the mean- \overline{u}_i instead square displacement of the amorphousness factors f_{hj} so that Eq. (4) should be replaced by

$$\mathbf{p} = \{l_1, \dots, l_K, \Delta a_{1\perp}/a, \dots, \Delta a_{K\perp}/a, \overline{u}_1, \dots, \overline{u}_K, \overline{u}_{K+1}\}.$$

Then the parameters **p** and $\mathbf{p}_{j}^{(d)}$ (j = 1,...,N) can be evaluated by minimizing the modified functional

$$\chi^{2} = \frac{1}{n - M} \sum_{j=1}^{N} \sum_{i=1}^{n_{j}} \frac{\left(I_{j}^{(e)}(\theta_{ij}) - I^{(c)}(\theta_{ij}, \mathbf{p}, \mathbf{p}_{j}^{(d)})\right)^{2}}{\sigma_{ij}^{2}}$$

where $n = \sum_{i=1}^{N} n$, $M = 3K + 1 + \sum_{i=1}^{N} m$, n and m

where $n = \sum_{j=1}^{N} n_j$, $M = 3K + 1 + \sum_{j=1}^{N} m_j$, n_j and m_j

are the number of experimental points and the number of the diffuse background parameters for *j*-th reflection curve.

In complete analogy with the procedure of separate treatment of X-ray rocking curves given in previous section, we have performed a simultaneous 75

analysis of three X-ray rocking curves taken from different crystallographic planes (004), (113) and (115) within the four-layer and seven-layer models. The resulting structural parameters are shown in Fig. 4. As seen from the figure, the structural parameters within the simultaneous fitting appear to be much better defined with only slight increase in the χ^2 value. This is quite natural because of a larger array of experimental data is taken into account within the simultaneous fitting, which improves the accuracy in determining each parameter of the model as compared to a separate treatment of each rocking curve.



Figure 4. Depth profile of the lattice parameter evaluated from simultaneous fitting the experimental (004), (113) and (115) rocking curves within the seven-layer model.

This means that, in contrast to a separate treatment, the simultaneous fitting the experimental rocking curves provides a real additional information about structural characteristics of the heterostructure grown, particularly about the quantum well interfaces as clearly seen in Fig. 4.

Moreover, simultaneous fitting the experimental rocking curves taken from different crystallographic planes not only quantitatively enhance information provided by the X-ray diffraction method, but also helps one to qualitatively extend a model of structure studied. Indeed, earlier we have assumed that distribution of the chaotic displacement **u** is isotropic. However, this assumption can be not valid for multilayer heterostructures being planar systems as far as chaotic in-plane and normal-to-plane displacements can substantially differ. The simplest way to describe such an anisotropy is formal factorization of the amorphousness factors f_{hi}

$$f_{hj} = \exp\left(-K_{h\perp}^2 \overline{u}_{j\perp}^2 - K_{hz}^2 \overline{u}_{jz}^2\right)$$

where $K_{h\perp}$ and K_{hz} are the projections of the reciprocal lattice vector corresponding to *h*-th reflection onto the layer plane and normal to the plane, $\overline{u}_{j\perp} = \sqrt{\left\langle u_{\perp}^2 \right\rangle_j}$ and $\overline{u}_{jz} = \sqrt{\left\langle u_{z}^2 \right\rangle_j}$. In this case the number of adjustable structural parameters is also increased $M = 4K + 1 + \sum_{j=1}^{N} m_j$ so that

 $\mathbf{p} = \{l_1, \dots, l_K, \Delta a_{1\perp}/a, \dots, \Delta a_{K\perp}/a, \\ \overline{u}_{\perp 1}, \dots, \overline{u}_{\perp K}, \overline{u}_{\perp K+1}, \overline{u}_{z1}, \dots, \overline{u}_{zK}, \overline{u}_{zK+1} \}.$

We have performed a simultaneous analysis of three X-ray rocking curves within the initial fourlayer model with the new set of parameters. The resulting structural parameters display, that the simultaneous fitting allows us to get a new qualitative an quantitative information about anisotropy of chaotic displacements of atoms from their regular positions. In particular, the results of analysis evidence for a substantially larger amplitude of atomic displacements in the plane of layers as compared to that along to the normal to the plane. This result is qualitatively predictable for the strained structure with quantum well, however, the analysis performed provides estimates for such an anisotropy of distribution of the chaotic atomic displacements.

Thus, facilities of the X-ray diffraction method in determining characteristics of the multilayer heterostructures with nano-sized layers are strongly enhanced by means of a simultaneous treatment of several X-ray rocking curves taken from different crystallographic planes of the sample studied. Such a simultaneous analysis allows one to restore the depth profiles of the lattice parameter (doping impurity concentration) and the degree of structural perfection of layers into multilayer heterostructures with high resolution as well as anisotropy of chaotic displacements of atoms out of their regular positions. The general approach can be used in simultaneous analyzing not only an arbitrary number of X-ray rocking curves, but also an arbitrary set of experimental data obtained by different techniques. In particular, rather perspective seems to be a simultaneous treatment of data from high-resolution X-ray diffraction and grazing incidence methods.

This work was financially supported by the Russian Foundation for Basic Research (grant No. 05–02–17585) and the State Contract No. 02.43.11.7058.

[1]. Afanas'ev, A.M., Chuev, M.A., Imamov, R.M., et al., Crystallogr. Rep., 42, 514 (1997); 43, 872 (1998);

- 45, 655 (2000); 46, 707 (2001); 47, 1058 (2002); JETP Lett., 74, 498 (2001).
- [2]. Chuev, M.A., Afanas'ev, A.M., Imamov, R.M., et al., Proc. SPIE, 5401, 543 (2004).
- [3]. Lomov, A.A., Chuev, M.A., Galiev, G.B., Proc. SPIE, 5401, 590 (2004).
- [4]. Chang, S.-L., Multiple Diffraction of X-rays in Crystals, Springer-Verlag, Berlin, 1984.
- [5]. Darhuber, A.A., Stangl, J., Holy, V., et al., Thin Solid Films, **306**, 198 (1997).
- [6]. Kyutt, R.N., Shubina, T.V., Sorokin, S.V., et al., J. Phys. D, 36, A166 (2003).
- [7]. Vainshtein, B. K., Modern Crystallography, Vol. 1: Symmetry of Crystals. Methods of Structural
- Crystallography, Nauka, Moscow, 1979; Springer, New York, 1981.
- [8]. Lomov, A.A., Chuev, M.A., Ganin, G.V., Technical Phys. Lett., 30, 441 (2004).
- [9]. Pinsker Z.G., Dynamical Scattering of X-rays in Crystals, Springer-Verlag, Berlin, 1978.

Synchrotron X-ray Imaging for Defect Characterization in Materials

J.H. Je¹, J.M. Yi¹, T.S. Argunova^{1,2}

¹Department of Materials Science and Engineering, Pohang University of Science and Technology, San 31 Hyoja-dong, Namku, Pohang, 790-784, Republic of Korea

²Ioffe Physico-Technical Institute, RAS, Polytekhnicheskaya st., 26, 194021 St. Petersburg, Russia

Corresponding author: jhje@postech.ac.kr

INTRODUCTION

The advent of third-generation synchrotron sources remarkably enhanced the possibilities of traditional X-ray imaging techniques, such as X-ray topography, and opened the ways to new techniques like phase contrast radiography and tomography [1-5]. The combination of different ways provides data, which were not available when a single method was used: X-ray diffraction area maps of lattice curvature and defects structure [6], 3D imaging of lattice defects [7], a simultaneous observation of structural and compositional non-uniformities [8] etc. Despite becoming fast and simple method, synchrotron X-ray topography often suffers from a lack of intensity which interferes with real time monitoring of samples under investigation. High flux accessible at advanced synchrotron sources allows to employ a scintillator-CCD combination to Bragg diffraction [9] as well as refraction imaging [10]. Topography becomes available in on-line combination with radiography, tomography and diffractometry for studying spatial distribution of defects [11], dislocations and microdistortions [12], imperfections of dual nature, for example dislocated micropipes [10], and other defects.

In this work synchrotron radiation (SR) x-ray topography using a scintillator-CCD combination is joined with phase sensitive radiography and diffractometry. Lattice defects, micro-distortions and macro-strains in silicon and silicon carbide crystals are investigated.

SAMPLES AND TECHNIQUES

The samples under investigation were:

(1) p/p^+ Si (100) epitaxial layer 4 µm thick grown on Si substrate by chemical vapor deposition; the epilayer and the substrate were boron doped up to 6×10^{14} cm⁻³ and 7×10^{18} cm⁻³, respectively;

(2) 200 mm diameter dislocation-free Si (100) wafers [p-type (0.015 $\Omega \times cm$) and 750 μ m thick] subjected to thermal warpage tests at 1150°C for 10 min, which was equivalent to the thermal conditions of Si epitaxy in LSI processing;

(3) SiC wafers cut of 4H SiC boules grown by the sublimation sandwich method [13]; the boules were grown in Ar atmosphere at the temperature 2180° C with the growth rate 0.5 mm/h and slightly N doped (N pressure in the growth chamber was 133 mbar).

The imaging experiments were carried out on the 7B2 beamline [14] at the Pohang Light Source (PLS), Korea. The geometry of the experimental setup is schematically shown in Fig. 1. A white beam was incident on a sample with no optical elements in the beamline. A sample stage with two rotational axes and three translational motions was specially designed for Bragg diffraction as well as sample scanning. For imaging the scintillator-CCD combination system was used. The visible light produced by CdWO₄ scintillator was reflected 90° by a Si mirror and finally captured by a photon sensitive CCD camera. The scintillator-CCD stage was movable into two translational directions perpendicular to the incident beam. The distance between the CCD and the scintillator provided a field of view between 0.3-4 mm (H) for radiography and $1.5 \times 1.5 \text{ mm}^2$ for topography. X-ray topography experiments in monochromatic beam were performed at the XOR-2BM beamline of Advanced Photon Source, USA. A monochromatic beam was Si (111) provided by а double-bounce monochromator at 15 keV. The sample was set to a symmetric Si 004 reflection in the Bragg geometry. A lens-coupled high-resolution CCD camera system was used for imaging. The CCD system was set up normally to the diffracted beam and positioned 5 mm away from the sample.

RESULTS

For synchrotron white beam Laue topography using scintillator-CCD combination the optimum condition for high resolution imaging was obtained [9]. We found that, to avoid blurring, broadening and the overlap of dislocation images, the angle of incidence (θ in Fig. 1) has to be close to 30°. When boron doped Si epilayers were studied, misfit dislocations were revealed. Black and white contrast of misfit dislocations was observed and explained by orientation contrast mechanism. The distorted lattice planes around misfit dislocations close to the layer surface gave rise to convergent or divergent beams whose separation produced the variations of intensity. On high resolution topographs the detailed microstructure of misfit dislocation pile-ups was observed (Fig. 2).



Fig. 1. Schematic geometry of the white beam topography experiment. The scintillator-CCD combination was adopted as the imaging system. The inset shows the scintillator geometry with respect to the traces of diffracted beams.



Fig. 2. High resolution X-ray topograph showing misfit dislocations in p/p^+ Si epilayer on Si substrate. Reflection (400); the image was recorded by CCD.

200 mm diameter Si (100) wafer subjected to thermal warpage tests was examined with synchrotron X-ray topography in order to obtain 3D distribution of dislocations. The dislocations appeared as a result of thermal induced stress in the form of slip-bands originating at the wafer edges. The determination of dislocation lines directions was performed by using a single reflection in Bragg geometry, 004, via the rotation of a sample. The rotation axis was perpendicular to the sample surface. An analytic formula was derived to describe the transformation of dislocation configuration into its two-dimensional projection by diffraction. The series of representative rotation topographs is shown in Fig. 3. We found that <110>-zone slips were caused by the <110> 60°-dislocations. Dislocation Burgers vectors were identified from image contrast of the sets of 511 and 151 reflections by synchrotron white beam Laue topography [11].

Dislocation slip-bands and lattice plane curvature in a thermally deformed Si (001) wafer was examined by using x-ray diffractometry and topography. From the correlation between the lattice rotation and the dislocation structure, we found that the 004 lattice plane curvature was locally confined between two neighboring slip-bands, with the rotation axis parallel to the surface trace of the slipbands. Fragmented dislocation structure between the slip bands was revealed and attributed to multiplication of dislocations under a thermal induced stress.

The on-line combination of white beam topography in Bragg and Laue geometries and phase sensitive radiography was used for studying micropipes (MPs) in SiC crystals. We found a direct correlation between the shapes, sizes of MPs and the micro-strains around them. Typical topographs and the phase radiograph of MPs in SiC are shown in Fig. 4. Notwithstanding the results of Dudley *et al* [15] who reported symmetric strain fields of MPs, we observed non symmetric distribution of microstrains. Asymmetric contrasts are very likely associated with the MPs inclined towards the free surface of the wafer as it is seen in the radiograph

displayed in Fig. 4e. The dependence of the contrast on the sense of dislocation Burgers vector was analyzed. In closely spaced and interacting MP pairs the diffraction and phase images were examined and the signs of Burgers vectors were determined.



Fig. 3. A series of X-ray reflection topographs, obtained from the (001) Si wafer via rotating the sample about the diffraction vector (g=004) in 45° steps over a total range of 180°.



Fig. 4. White beam reflection topographs (a)-(d), and phase radiograph (e) of MPs in 4H-SiC wafer. In (a)-(e) the same sample region is displayed. From (a) to (d) the diffraction vector differs as shown by the arrows.

In white beam topography Laue patterns are obtained from a sample. By fitting the pattern, cozonal reflections can be recognized and zone indices assigned. From the several zones the crystal orientation is calculated. It gives the possibility to find orientation distribution of the features revealing by radiography and topography, that is: macro- and micro-strains, shapes, directions, *etc.* By this way, the inclination of MPs was found to follow certain lattice directions. Possible reasons for such MPs behavior were discussed.

CONCLUSIONS

In conclusion, the combination of X-ray synchrotron imaging techniques used in this work

was proved to be powerful for nondestructive characterization of defects in electronic materials. High resolution of synchrotron X-ray topography allows to analyze fine structures of defects. Real time monitoring simplifies positioning of the beam over a wafer area and helps to overcome the limitations caused by a relatively small beam size; it also allows to perform 3D imaging and to determine dislocation lines directions by using a single Bragg reflection. The radiography-topography combination provides thorough information about lattice defects (shape, size, orientation, strain field) and gives clues to the interpretation of their nature.

ACKNOWLEDGEMENTS

This research is supported by KOFST through the Brain Pool project and by the MOST (KOSEF) through the National Core Research Center for Systems Bio Dynamics and through the SKORE-A program, by the Korea Ministry of Commerce, Industry, and Energy, by the Korea Industrial Technology Foundation (KOTEF).

REFERENCES

[1] Snigirev, A., Snigireva, I., Kohn, V., Kuznetsov, S., and Schelokov, I. Rev. Sci. Instrum. **66**, 5486 (1995).

[2] Cloetens, P., Barrett, R., Baruchel, J., Guigay, J-P., and Schlenker, M. J. Phys. D: Appl. Phys. **29**, 133 (1996).

[3] Raven, C., Snigirev, A., Snigireva, I., Spanne, P., Souvorov, A., and Kohn V. Appl. Phys. Lett. **69**, 1826 (1996).

[4] Hwu, Y., Hsieh, H.H., Lu, M.J., Tsai, W.L., Lin, H.M., Goh, W.C., Lai, B., Je, J.H., Kim, C.K., Noh, D.Y., Youn, H.S., Tromba, G., and Margaritondo, G. J. Appl. Phys. **86**, 4613 (1999).

[5] Hwu, Y., Tsai, W-L., Groso, A., Margaritondo, G., and Je, J. H. J. Phys. D: Appl. Phys. **35**, R105 (2002).

[6] Lübbert, D., Baumbach, T., Härtwig, J., Boller, E., Pernot, E. Nuclear Instr. and Methods in Phys. Res. **B 160**, 521 (2000).

[7] Ludwig, W., Cloetens, P., Härtwig, J., Baruchel, J., Hamelin, B., and Bastie, P. J. Appl. Cryst., **34**, 62 (2001).

[8] Gastaldi, J., Agliozzo, S., Letoublon, A., Wang, J., Mancini, L., Klein, H., Hartwig, J., Baruchel, J., Fisher, I.R., Sato, T., Tsai, A.P., and de Boissieu, A.M. Phil. Mag. **83**, 1 (2003).

[9] Yi, J.M., Seol, S.K., Je, J.H., Argunova, T.S., Hwu, Y., and Tsai, W.-L. Nuclear Instrum. and Meth. in Phys. Res. A **551**, 152 (2005).

[10] Gutkin, M. Yu., Sheinerman, A. G., Argunova, T. S., Mokhov, E. N., Je, J. H., Hwu, Y., Tsai, W.-L., and Margaritondo, G. J. Appl. Phys. **94**, 7076 (2003).

[11] Yi, J.M., Je, J.H., Chu, Y. S., and Argunova, T.S. Paper accepted for the publication in J. Appl. Cryst.

[12] Yi, J. M., Je, J. H., Domagala, J., Chu, Y. S., and Argunova, T.S. Paper submitted to J. Appl. Phys.

[13] Vodakov, Yu. A.,. Roenkov, A. D., Ramm, M. G., Mokhov, E. N., and Makarov, Yu. N. Phys. Status Solidi **B 202**, 177 (1997).

[14] Baik, S., Kim, H. S., Jeong, M. H., Lee, C. S., Je, J.H., Hwu, Y., Margaritondo, G. Rev. Sci. Instrum. **75**, 4355 (2004).

[15] Huang, X. R., Dudley, M., Vetter, W. M., Huang, W., Wang, S. and Carter, C. H. Appl. Phys. Lett., **74**, 353 (1999).

SUPERCONDUCTING LINEAR ACCELERATORS FOR THE SOURCES OF THE COHERENT SYNCHROTRON RADIATION

D.Kostin¹ for the TESLA Collaboration

¹Deutsches Elektronen-Synchrotron DESY, Notkestrasse 85, 22607 Hamburg Germany dkostin@mail.desy.de

INTRODUCTION

Many scientific disciplines ranging from physics, chemistry and biology to material sciences. geophysics and medical diagnostics need a powerful X-ray source with pulse lengths in the femtosecond range. This would allow, for example, time-resolved observation of chemical reactions with atomic resolution. Such radiation of extreme intensity, and tunable over a wide range of wavelengths, can be accomplished using high-gain free-electron lasers (FEL). It is obvious that studies of time dependent phenomena can be tackled for the first time which relate the structural aspects with the transition states of those electrons which are responsible for the formation process of intra-molecular bonds. active macromolecules, clusters. biologically nanoparticles, liquids, solids or even hot dense plasmas. Structure, function and transitions will be seen with a femtosecond time-lens up to human realtime speeds. This can possibly show us directly how matter is formed out of atoms. The high brilliance per pulse (see Fig.1) is certainly the most outstanding feature of X-rays from the XFEL. It will make single pulse scattering, diffraction and spectroscopic measurements possible [1], [2], [3].



Figure 1. FEL peak brilliance compared to other SR sources

Successfully put into operation, the VUF-FEL at DESY based on the TTF linac with a wavelength of 32 nm, with ultra-short pulses (25 fs FWHM), a

peak power at the GW level, and a high degree of transverse and longitudinal coherence. This is the shortest wavelength achieved with an FEL to date and an important milestone towards a user facility designed for wavelengths down to 6 nm. With a peak brilliance exceeding the state-of-the-art of synchrotron radiation (SR) sources by seven orders of magnitude (see Fig.1), this device opens a new field of experiments, and it paves the way towards sources with even shorter wavelengths, such as the European X-ray Free Electron Laser Facility XFEL in Hamburg, Germany. Linac based XFELs should provide transverse coherent X-rays at wavelengths down to 1 Å in pulses of 100 fs duration with dark intervals between pulses ranging from nanoseconds up to seconds in a most flexible way. Peak brilliances would exceed those of third generation SR sources by over ten orders of magnitude.

A basic description of the FEL process and the photon beam properties are presented. Main operating parameters of the VUV-FEL and XFEL are listed. The superconducting linear accelerator (linac) technology used to drive the FELs is explaned.

THE FEL PRINCIPLE

The main components of a free-electron laser are an accelerator generating a bright, high-energy electron beam and a so-called undulator magnet. In the undulator, the electrons are forced on an oscillatory path by a periodic sequence of alternating transverse magnetic fields, and they emit radiation into a narrow bandwidth around a resonance wavelength λ_{ph} given by

$$\lambda_{ph} = \frac{\lambda_u}{2\gamma^2} \left(1 + \frac{K^2}{2} \right), \gamma = \frac{E}{m_e c^2}, K = \frac{eB_u \lambda_u}{2\pi m_e c} \quad (1)$$

Here, E is the electron energy, me the electron rest mass, e the elementary charge, c the speed of light in vacuum, λ_u the undulator period, and B_u is the peak magnetic field in the undulator.

While undulator radiation is widely used in synchrotron radiation sources to generate highbrilliance (photon flux per frequency bandwidth per unit phase space volume) ultraviolet and X-ray beams, a boost in intensity by many orders of magnitude is achieved in an FEL due to the interaction of the electrons with the radiation field generated in the undulator. If the charge density of the electron beam is sufficiently high and the undulator long enough, this interaction induces a periodic charge density modulation in the electron bunches with the period given by the resonance wavelength λ_{ph} . Once this so-called "microbunching" has been induced, many of the electrons start to radiate coherently at the resonant wavelength, thus increasing the radiation intensity and, in turn, the density modulation depth. This mechanism leads to an exponential growth of the radiation intensity along the undulator (see Fig.2).



Figure 2. FEL principle.

The high-gain FEL described here achieves laser amplification and saturation within a single pass of the electron bunch through the undulator and does not require a set of mirrors as is the case in conventional lasers and in the low-gain FEL. Thus, the high-gain FEL is suited for wavelengths far below the visible where suitable mirrors are not available. The lasing process can be initiated by the spontaneous undulator radiation, and the FEL works then in the so-called Self-Amplified Spontaneous Emission (SASE) mode without needing an external input signal [3], [4], [5].

Compared to storage-ring based synchrotron radiation sources, SASE FELs are capable of providing typically eight orders of magnitude higher peak brilliance with pulse lengths of about 100 fs FWHM and almost full transverse coherence. Two main advantages of the SASE FEL are revealed by Eq. (1): the tunability of the wavelength by varying the electron energy or the magnetic field and the possibility to achieve very short photon wavelengths at high electron energies. The shortest wavelength achieved with this principle up to now was 30 nm, which was promptly used for successful userexperiments.

A schematic layout of the Vacuum-Ultra-Violet Free-Electron Laser (VUV-FEL) at DESY, Hamburg is shown in Figure 3. The electron bunches are produced in a laser-driven photoinjector and accelerated to 445 MeV by a superconducting linear accelerator. Bunch charges between 0.5 and 1 nC are used. At intermediate energies of 125 and 380 MeV the electron bunches are longitudinally compressed, thereby increasing the peak current from initially 50-80 A to approximately 1-2 kA as required for the FEL operation. The 30 m long undulator consists of NdFeB permanent magnets with a fixed gap of 12 mm, a period length of $\lambda_u = 27.3$ mm and peak magnetic field $B_u = 0.47$ T. The undulator system is subdivided into six segments, each 4.5 m long. In a 60 cm long space between the segments, quadrupole magnets to focus the electron beam and electron beam diagnostics tools, such as wire scanners and beam position monitors, are installed. Achieving a perfect overlap of the electron beam with the radiation field generated inside the undulator is mandatory for the FEL process. Therefore, the utmost care is taken in aligning all the elements. A very high field quality has been achieved in the undulator modules so that the expected rms deviations of the electrons from the ideal orbit should be less than 10 µm. Finally, a dipole magnet deflects the electron beam into a dump, while the FEL radiation propagates to the experimental hall.

The VUV-FEL has been tuned to an average energy of 10μ J in the 10 fs range radiation pulse, this corresponds to an average power of 0.4 GW within the FEL pulse and approx. 1 GW inside the spikes and corresponding to 1.6×10^{12} photons. So far, pulse energies of up to 40μ J have been observed. Keeping in mind that only a small coherent fraction of the spontaneous undulator-radiation is amplified, an FEL gain of about 10^6 can be deduced from these data.

A figure of merit relevant for many experiments is the brilliance. For transversely coherent radiation sources, it is defined as *brilliance* = spectral flux / $(\lambda/2)^2$.

For the VUV-FEL photon beam described here, the peak brilliance is in the order of 10^{28} photons/(s×mm²×mrad²×0.1%bandwidth), about 7 orders of magnitude above the state-of-the-art of synchrotron radiation sources.

The XFELs with 250 m of undulators will provide transverse coherent X-rays at wavelengths down to 1 Å in pulses of 100 fs duration with dark intervals between pulses ranging from nanoseconds up to seconds, peak brilliance of 10^{33} and average brilliance of 10^{24} ph/s/mm2/mrad2/0.1%bw. The coherent flux is 10^{12} photon/bunch, photon energy – 15-0.2 keV, peak power about 10..20 GW (40..80 W average).



Figure 3. Schematic layout of the VUV-FEL (TTF linac based) at DESY, Hamburg.

SUPERCONDUCTING ACCELERATOR

The FEL process demands a bunched electron beam of extremely high quality which can be produced by linear but not circular accelerators: specifically, high peak current, small emittance, small momentum spread and short bunch length.

The VUV-FEL injector (see Fig.4) consists of a laser-driven photocathode in a $1\frac{1}{2}$ -cell radiofrequency (rf) cavity operating at 1.3 GHz with a peak accelerating field of 40 MV/m on the cathode. The Cs₂Te cathode is illuminated by a Gaussian shaped UV laser pulse with 4 ps rms duration, generated in a mode-locked solid-state laser system synchronized with the rf. Since the bunch length extends over a non-negligible fraction of the rf wavelength of 23 cm, the particles in the bunch acquire a position-dependent momentum variation during the acceleration. This energy-position correlation is utilized to reduce the bunch length in two "bunch compressors", consisting of 2 magnetic chicanes. Here, the electrons with a larger momentum travel a shorter distance than those with smaller momentum thus enabling the bunch tail to catch up with the head if the appropriate longitudinal momentum profile has been imparted to the bunch. The expected longitudinal electron distribution within the bunch consists of a 50 fs long leading spike containing some 10% of the total charge with a peak current exceeding 1 kA, and a long tail with current too small from which to expect significant FEL gain. Since the particle distribution inside the bunch is longitudinally inhomogeneous, it is to be expected that each longitudinal slice of electrons inside the bunch acquires different values of the "slice" emittance and "slice" energy spread.



Figure 4. VUV-FEL injector (RF Gun).

The evolution of the electron beam in the accelerator depends on the accelerating electric fields and the magnetic guide fields, both acting on each electron independently, and on collective forces such as space charge fields, transient wake fields generated by mirror charges in the metallic vacuum chamber and coherent synchrotron radiation. The essential goal of the FEL accelerator system is to

produce beam of high peak current, small transverse emittance resulting in small beam size and small beam divergence, small momentum spread, and short bunch length. Rapid acceleration of the electrons to relativistic energies is essential to minimize the emittance increase by repulsive space charge forces inside the bunch. The emittance ε is, broadly speaking, the product of beam size and beam divergence. The "normalized emittance" $\varepsilon_n =$ $\gamma\beta\epsilon$ (with $\beta = v/c$, v being the speed of electrons, and $\gamma = (1 - \beta^2)^{-1/2}$), is a conserved quantity in a linear accelerator, if perturbing effects are avoided. Also, any energy chirp along the bunch should be small in order to prevent degradation of the FEL gain and an increase of the width of the photon spectrum. The parameter settings meeting the FEL requirements were found with a number of numerical beam dynamics simulation tools. For the VUV-FEL bunch slice with maximum current (2 kA according to simulation of a 1 nC total charge) the normalized emittance is predicted to be $\varepsilon_n = 4 \pi \times mm - mrad$ and the energy spread 300 keV.

The VUV-FEL electron injector section is followed by a total of 5 12.2 m long accelerating modules (see Fig.5) each containing eight 9-cell superconducting niobium cavities, which provide the beam energy of 440 MeV required for 32 nm radiation wavelength according to Eq. (1). In the first three modules the electrons are accelerated on the slope of the rf wave to induce the positiondependent energy distribution within the bunch that is used for the longitudinal bunch compression. One "bunch compressor" is installed after the first accelerator module and a second one after the third accelerator module. In this way, emittance degradation due to coherent synchrotron radiation occurring in the bunch compressor dipole magnets can be minimized. The accelerator is actually capable of achieving much higher beam energy such that, in a next step of the project, wavelengths around 10 nm are planned.



Figure 5. VUV-FEL (TTF) accelerating module.

The XFEL linac will operate at 20GeV at a gradient of 23.6 MV/m with a repetition rate of 10 Hz. Since the particle beam current is 5 mA, up to

122 kW are required per cavity. The maximum beam pulse duration is 650 μ s and the cavity filling time 720 μ s. Average beam power is 650 kW. Beam normalized emittance is 1.4 mm×mrad, bunch charge 1 nC and bunch length 80 fs. Total number of the accelerating cavities is 928, in 116 modules.

The RF power source for the XFEL is a 10 MW multi beam klystron (MBK), the VUV-FEL uses at the moment three 5 MW single beam klystrons as well as one MBK to feed presenty installed 5 accelerating modules. The XFEL RF system consists of 31 RF stations (32 cavities, 4 times 8 cavities per cryogenic module, will be connected to one klystron), 29 (26 active) for the main linac and 2 for the injector. Each station can provide RF power up to 10 MW peak and 150 kW average at a frequency of 1.3 GHz and distributes the power to a number of cavities of the XFEL main linac, injector and the RF gun. Each RF station comprises a klystron, a HV modulator, which transforms the AC line power to pulsed HV power, HV pulse cables, a pulse transformer, a waveguide distribution system, a low level RF system, which controls shape, amplitude and phase of the RF, several auxiliary power supplies for the klystron and the pulse transformer, preamplifier and an interlock and control system, which protects the station and the linac [6].

ACCELERATING CAVITIES

The VUV-FEL and XFEL accelerating cavity is a 9-cell standing wave structure of about 1m length (see Fig.6) whose fundamental TM mode has a frequency of 1300 MHz. It is identical to the socalled TESLA cavity, made from solid niobium, and is bath-cooled by superfluid helium at 2 K. Each cavity is equipped with: a helium tank; a tuning system driven by a stepping motor; a coaxial RF power coupler; a pickup probe; and two higher-order mode (HOM) couplers. The superconducting resonators are fabricated from bulk niobium (Nb) with the highest critical temperature and critical magnetic field of all pure metals ($T_c=9.2$ K; superheating field of approx. 240 mT) by electronbeam (EB) welding of deep-drawn half cells. The tubes for the beam pipes and the coupler ports are made by back extrusion and are joined to the cavity by EB welds. Application of the recently highly developed cavity production and treatment techniques combined with an extremely careful handling in a clean-room environment led to acceleration gradients of more than 35 MV/m combined with cavity own quality factor Q₀ in range of 10¹⁰. The XFEL design gradient of 23.6 MV/m can be achieved reproducibly now.



Figure 6. TESLA type accelerating cavity.

At 20 GeV beam energy in the XFEL linac, an instantaneous power of 120 kW has to be transmitted to the cavity through the main coaxial power coupler to provide a gradient of 23.6 MV/m for an 650 μ s long beam pulse of 5 mA. The maximum RF pulse length is 1.37 ms, the filling time of the cavity amounts to 720 μ s. The repetition rate is 10 Hz (1.37% duty cycle) and the average power amounts to 1.6 kW. The external quality factor of the coupler is Q_{ext} = 4.6 × 10⁶ at 23.6 MV/m. All couplers and cavities must be conditioned in order to perform according to specifications [7], [8].

CONCLUSION

It was demonstrated during the first operation of the VUV-FEL based on the TTF superconducting linac at DESY that powerful, laser-like VUV radiation pulses in the 10 fs range can be produced with a simple and reliable single-pass SASE FEL scheme. The planned XFEL should provide transverse coherent X-rays at wavelengths down to 1 Å in pulses of 100 fs duration with dark intervals between pulses ranging from nanoseconds up to seconds in a most flexible way.

- [1] A VUV Free Electron Laser at the TESLA Test Facility at DESY. Conceptual Design Report, DESY, TESLA-FEL 95-03 (1995).
- [2] R. Brinkmann *et al.*, (Eds..), TESLA XFEL: First stage of the X-ray laser laboratory-Technical design report, *DESY* 2002-167 (2002) and http://xfel.desy.de.
- [3] E.L. Saldin, E.A. Schneidmiller, M.V. Yurkov, *The Physics of Free Electron Lasers*, (Springer, Berlin, 1999).
- [4] V. Ayvazyan *et al.*, Generation of GW radiation pulses from a VUV free-electron laser operating in the femtosecond regime, Phys. Rev. Lett. 88, 104802 (2002).
- [5] J. Rossbach et al., First operation of a Free-Electron Laser generating GW power radiation at 32 nm wavelength, Eur.Phys.J.D, Springer-Verlag GmbH, 2005.
- [6] R. Brinkmann et al. (eds.), TESLA Technical Design Report – Part II: The Accelerator, DESY 2001-011, pp. II-19, March 2001; http://tesla.desy.de
- [7] H. Weise, Superconducting RF Structures Test Facilites and Results, *Proc. 2003 Part. Acc. Conf.*, Portland, Oregon, 673 (2003).
- [8] L.Lilje, E.Kako, D.Kostin, A.Matheisen, W.-D.Moeller, D.Proch, D.Reschke, K.Saito, P.Schmueser, S.Simrock, K.Suzuki, Achievement of 35 MV/m in the Superconducting Nine-Cell Cavities for TESLA, Nucl.Instr.Meth. A524, p.1-12 (2004).

RECENT DEVELOPMENTS IN COMBINED ANALYSER-BASED AND PROPAGATION-BASED PHASE-CONTRAST IMAGING

K.M. Pavlov^{1,2}, Ya.I. Nesterets³, T.E. Gureyev³, D.M. Paganin²

¹Centre for Synchrotron Science, Monash University, VIC 3800, Australia

²School of Physics, Monash University, VIC 3800, Australia

³CSIRO Manufacturing and Infrastructure Technology, PB 33, Clayton South, VIC 3169, Australia

 $Konstant in. Pavlov @\,sci.monash.edu.au$

Introduction

X-ray phase contrast imaging (PCI) is a relatively new modality of X-ray imaging that was historically based on absorption contrast. The fast development of PCI was stimulated, in part, by the difficulty of absorption-based imaging to obtain satisfactory contrast for low Z materials, together with the coming on-line of third-generation synchrotron sources.

Nowadays, the most developed variants of the X-ray PCI techniques are interferometry [1,2], propagation-based PCI (PBPCI) [3-7] and analyserbased PCI (ABPCI) [8-21]. PBPCI and ABPCI have received much attention in recent years. This attention is due to a number of factors, including the ability to image large samples, together with relatively simple experimental setups which open the door to practical and robust applications of the techniques.

Usually, the propagation-based and analyserbased PCI methods have been used independently, and only quite recently they were combined into a hybrid technique [22-26]. It is the purpose of this paper to review this hybrid technique. However, it should be noted that "pure" ABPCI does not exist, because it is practically impossible to avoid the effects of free-space diffraction producing a degree of propagation-based phase contrast. Moreover, as shown in recent experimental studies [23,24], the new hybrid technique may compensate respective deficiencies of ABPCI (sensitivity to phase variations along one direction only) and PBPCI (more noisy image) whilst combining the advantages of each technique: ABPBI's greater sensitivity and rejection of small-angle scattering, with PBPCI's sensitivity to phase variations in two transverse directions and simplicity of setup.



Figure 1. Typical experimental setup for unified analyser-propagation-based phase contrast. S – source; M – monochromator; SL – slits; O – object; A – analyser; D – position sensitive detector. $r_1=z_0+z_1+z_2$; $r_2=z_3+z_4$

Theoretical formalism

Consider the hybrid PBPCI-ABPCI system shown in Fig.1. Here, a conventional ABPCI setup is augmented by having the propagation distances z_3 and z_4 sufficiently large for the registered images at D to display propagation-based phase contrast in addition to analyser-based phase contrast. If the $E_{det}^c(\tilde{q}_x, \tilde{q}_y) = \iint E_s^c(q'_x, q'_y) R_m(q_0^m + q'_x) R_F(q'_x, q'_y; r_1) E_s^c(\tilde{q}_x)$ entire imaging system can be represented as a sequence of shift-invariant systems [27] we can write, for a monochromatic source, the Fourier transform of the complex wave amplitude just before the detector [see e.g., 22,24,25] as:

$$E_{det}^{\varepsilon}\left(\tilde{q}_{x},\tilde{q}_{y}\right) = \iint E_{s}^{\varepsilon}\left(q_{x}',q_{y}'\right) R_{m}\left(q_{0}^{m}+q_{x}'\right) R_{F}\left(q_{x}',q_{y}';r_{1}\right) P_{s}^{\varepsilon}\left(\tilde{q}_{x}-q_{x}',\tilde{q}_{y}-q_{y}'\right) R_{a}\left(q_{0}^{a}+\tilde{q}_{x}\right) R_{F}\left(\tilde{q}_{x},\tilde{q}_{y};r_{2}\right) dq_{x}' dq_{y}'$$

$$\tag{1}$$

Here $E_{s}(q_{x}, q_{y})$ is the Fourier transform of the source wavefield; $R_m(q_0^m + q_x)$ is the combined amplitude reflection coefficient of the system of monochromators crystals, where q_0^m indicates the deviation of each of the monochromator crystals positions: from the corresponding Bragg $R_F(q_x, q_y; r_1)$ is the transfer function for wavefield propagation from the source to the sample (see Fig.1); $R_F(q_x, q_y; r_2)$ is the transfer function for wavefield propagation from the sample to the detector; $R_a(q_0^a + \tilde{q}_x)$ is the combined amplitude reflection coefficient of the system of analyser crystals; q_0^a corresponds to the deviation of each analyser crystal from the appropriate Bragg position; and $T(q_x, q_y) = \iint dx dy T(x, y) \exp[-i(q_x \tilde{x} + q_y \tilde{y})]$ is the Fourier transform of the complex transmission coefficient of the sample $T(x, y) = A(x, y) \exp(i\varphi(x, y)),$ where the real

If both the Takagi and Fresnel numbers are large, we

functions
$$A(x, y)$$
 and $\varphi(x, y)$ are, respectively, the
modulus and phase. Equation 1 and the subsequent
solution of the direct problem for intensity registered
by a 2D detector have been investigated for two
special cases: a) slowly-varying transfer functions
(geometrical optics approximation (GOA)) [22,24];
b) the weak-object approximation [25,26].

The first (GOA) approximation [12,14,15] explicitly introduces restrictions for the transfer functions and, implicitly (see e.g. the appropriate discussion for the propagation transfer function in [28]), for the object transmission function T(x, y). For PBPCI such an approximation corresponds to the near-field imaging regime [4,5] with large Fresnel numbers

$$(N_F \equiv 2\min\left\{\left(\lambda r_2 \left| \hat{\sigma}_{xx,yy}^2 \Phi(x,y) \right| \right)^{-1}\right\} >> 1$$
 where

 $\Phi(x, y) \equiv \varphi(x, y) - (i/2) \ln A^2(x, y)$ [24]. In order to obtain a similar criterion for our hybrid technique we introduced the Takagi number [22,24]:

intensity. For example, in the case of an incident

plane wave [22] we obtain:

$$N_T = 2\min\left\{ \left| \partial_{xx}^2 \Phi(x, y) \right|^{-1} \left| R_a(q_0 + \partial_x \Phi(x, y)) / R_a''(q_0 + \partial_x \Phi(x, y)) \right| \right\} >> 1.$$
⁽²⁾

obtain a simple expression for the registered Γ.

$$I_{det}(-x, y; q_0, r_2, \tilde{r}_2) = I(x, y) |R_a(q_0 + \partial_x \Phi(x, y))|^2 \begin{cases} 1 + \operatorname{Im}[\partial_{xx}^2 \Phi(x, y) R_a''(q_0) / R_a(q_0)] \\ -(kI(x, y))^{-1}[r\nabla(I(x, y)\nabla\varphi(x, y))] \end{cases},$$
(3)

weak-object approximation, assumes that the where $I(x, y) = A^2(x, y)$ and q_0 describes the complex transmission coefficient of the sample can deviation of the analyser crystal from the exact be represented as follows [see e.g., 25,26,30]: Bragg position. The second approximation, i.e. the $T(x, y) = A(x, y) \exp(i\varphi(x, y)) \approx [1 + i\Delta\varphi(x, y) - \Delta\mu(x, y)] \exp(-\overline{\mu}) \exp(i\overline{\varphi}),$ (4)where $\overline{\mu}$ and $\overline{\phi}$ are the averaged attenuation and such a restriction for the object function, we can obtain a relatively simple expression for the Fourier the averaged phase, accordingly. This type of transform of the intensity [26,25,30]: approximation for the object function was used in the PBPCI [29,31] and ABPCI [30]. By introducing $[I_{det}](q_x, q_y) \cong \overline{I}_{in} \left\{ [G](0, 0) \right\}^2 \delta(q_x) \delta(q_y) - 2 \left(\left| \widetilde{G}^r \right| [\Delta \mu] + \left| \widetilde{G}^i \right| [\Delta \varphi] \right) \right\}$ (5)where $\bar{I}_{in} = \exp(-2\bar{\mu})$, [G](0,0) is the system In the case of the hybrid analyser-propagation based technique, the ATF and PTF functions of the transmittance coefficient, total imaging system consist of combination of such $\left[\widetilde{G}^{r}\right]\left(q_{x},q_{y}\right)$ and $\left[\widetilde{G}^{i}\right]\left(q_{x},q_{y}\right)$ are the amplitude functions for analyser-based and propagation-based transfer function (ATF) and phase transfer function sub-systems. The corresponding ATF and PTF of the system relate to those of the sub-systems as (PTF) respectively, and [] denotes the Fourier follows [26], transform. $\begin{bmatrix} \widetilde{G}^r \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \widetilde{G}^r_{ABI} \\ \begin{bmatrix} \widetilde{G}^r_{PBI} \end{bmatrix} - \begin{bmatrix} \widetilde{G}^i_{ABI} \\ \begin{bmatrix} \widetilde{G}^i_{PBI} \end{bmatrix}; \begin{bmatrix} \widetilde{G}^i \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \widetilde{G}^r_{ABI} \\ \begin{bmatrix} \widetilde{G}^i_{PBI} \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} \widetilde{G}^i_{ABI} \\ \begin{bmatrix} \widetilde{G}^r_{PBI} \end{bmatrix}.$ (6)

The explicit expressions for the ATF and PTF, corresponding to PBI (in the paraxial approximation) and ABI, are as follows [29,30],

$$\left[\tilde{G}_{PBI}^{r}\right]\left(q_{x},q_{y};r_{2}\right) = \cos\left(\frac{r_{2}}{2k}\left(q_{x}^{2}+q_{y}^{2}\right)\right); \left[\tilde{G}_{PBI}^{i}\right]\left(q_{x},q_{y};r_{2}\right) = \sin\left(\frac{r_{2}}{2k}\left(q_{x}^{2}+q_{y}^{2}\right)\right)$$
and
$$(7)$$

$$\begin{bmatrix} \tilde{G}_{ABI}^{r} \\ q_{x}; q_{0} \end{pmatrix} = (1/2) \left\{ R_{a}(q_{0} + q_{x}) R_{a}^{*}(q_{0}) + R_{a}^{*}(q_{0} - q_{x}) R_{a}(q_{0}) \right\} \\ \begin{bmatrix} \tilde{G}_{ABI}^{i} \\ q_{x}; q_{0} \end{pmatrix} = (i/2) \left\{ -R_{a}(q_{0} + q) R_{a}^{*}(q_{0}) + R_{a}^{*}(q_{0} - q_{x}) R_{a}(q_{0}) \right\}$$
(8)

Inverse Problem

We now proceed from the forward problem of determining the image of a model object produced by a hybrid imaging system which combines propagation-based and analyser-based phase contrast, to the corresponding inverse problem of determining information regarding a sample from one or more hybrid phase-contrast images.

Within the framework of the GOA approximation, the general Equation (3) contains $\begin{aligned} \left| R_a(q_0 + \Delta q) \right|^2 &\approx \left| R_a(q_0) \right|^2 + 2 \operatorname{Re} \left[R_a^*(q_0) R_a'(q_0) \right] \operatorname{Re} \left[\Delta q \right] - 2 \operatorname{Im} \left[R_a^*(q_0) R_a'(q_0) \right] \operatorname{Im} \left[\Delta q \right] \\ &\equiv C_1(q_0) + C_2(q_0) \operatorname{Re} \left[\Delta q \right] + C_3(q_0) \operatorname{Im} \left[\Delta q \right]. \end{aligned}$ to weakly-refracting samples [13,21]. If we neglect

Note that our assumption of a linearised amplitude reflection coefficient R_a limits the resulting analysis

$$I_{det}(-x, y) = I(x, y)C_1(q_0) \begin{bmatrix} 1 - (r/k)I^{-1}(x, y)\nabla \cdot [I(x, y)\nabla\varphi(x, y)] \\ +\partial_x\varphi(x, y)C_2(q_0)/C_1(q_0) - \partial_x(\ln I(x, y))C_3(q_0)/(2C_1(q_0)) \end{bmatrix}$$
(10)

This two-dimensional linear partial differential equation can be solved for the unknown phase using various numerical techniques, such as the full multigrid algorithm [32], if I(x, y) is known. In the case of a single-material or non-absorbing object, Equation 10 can be solved using the Fourier transforms [22].

For the case of the weak-object approximation (4,5), the following formula can be used for reconstruction of the phase shift induced by the single-material object, based on a single hybrid phase-contrast image

Polychromaticity and divergence of the incident beam

The qualitative analysis of the influence of the coherence properties of the source on the formation of the image was carried out in [26] by numerical simulation of images obtained using a polychromatic point source. It has been found that each monochromatic spherical wave emitted by the point source produces a 'strip' subimage in the image. The width of the strip depends on the source-to-detector distance and the relative tilt of the analyser and the monochromator. The intensity profile in the strip was far from the expected one and contained interference fringes. The expected intensity profile was obtained only after taking into account the polychromaticity of the point source which led to partial overlapping and concatenation of the monochromatic strips. Assuming the source to be spatially incoherent, the intensity distribution in the image plane formed by a finite polychromatic source has been presented as a convolution of the spatial intensity distribution in the source plane with the intensity distribution of the image produced by the polychromatic point source.

Recently we have also theoretically investigated the general case of analyserpropagation-based imaging when the finite size and divergence of a polychromatic X-ray source, along with the detector resolution, was taken into account non-linear terms, which significantly increases the complexity of the inverse problem. Such a nonlinear equation can still be used for numerical solution of the inverse problem, e.g., in an iterative manner. In order to obtain analytical solutions, we introduce the additional strong assumption that all angular deviations are sufficiently small for R_a to be linearised about q_0 , so that:

(9)

all second-order derivatives in Equation 3 we obtain:

$$\left[\varphi\right] = \frac{1}{2} \left[\left(I_{\text{det}} / \bar{I}_{in} \right) - \left[G \right] (0,0) \right] \left(\left[\tilde{G}^r \right] \frac{\beta}{\delta} - \left[\tilde{G}^i \right] \right)^{-1} .(11)$$

Here we used the fact that for a single-material object under the projection approximation, one has $\frac{\mu(x, y)}{\varphi(x, y)} = -\frac{\beta}{\delta} = \text{constant}$ [33], where δ and β are

the real and imaginary parts of the complex decrement of the refractive index n of the material of the object, and $n = 1 - \delta + i\beta$. The solution of the inverse problem can be also obtained for a phase object and for a general case, when the phase and the amplitude of the object function are uncorrelated [30].

[25]. We have restricted our consideration to the model of a spatially incoherent source with spectral distribution function uniform in a small wavelength interval which contributes to the resultant image, and finite angular divergence of the radiation. We assumed the wavelength interval to be small enough to neglect the wavelength dependence of the freespace propagators and object's transmission function. Under these assumptions it was shown possible to introduce amplitude and phase transfer functions similar to those obtained earlier in Equations 6, 7 and 8 in the case of coherent illumination of the object. The main results of [25] closely resemble Equation 5, which presents the Fourier transform of the image intensity as a linear combination of the Fourier transforms of the object phase shift and attenuation functions multiplied by the phase and amplitude transfer functions respectively. The most important difference is in the analytical form of the crystal transfer functions for the coherent and partially coherent cases. As the general form of the Equation 5 was preserved, it allows one to solve the inverse problem in the case of the polychromatic source using the algorithms presented in [30]. It also allowed us to analyse how real experimental conditions affect phase-contrast

imaging in the case of the weak-object approximation [25].

To conclude, we have reviewed some recent developments in hybrid analyser-propagation based phase-contrast imaging. The theoretical approaches developed for the cases of slowly varying transfer functions and the weak-object approximation can be used to solve the inverse problems for the case of a monochromatic source. The polychromaticity and divergence of the source, along with the finite resolution of the detector, can be also taken into account. Applications of these approaches to experimental data are in progress.

- [1] Bonse U, Hart M. Appl. Phys. Lett. **6** 155 (1965).
- [2] Momose A Nucl. Instr. Meth. A 352 622 (1995).
- [3] Snigirev A, Snigireva I, Kohn V, Kuznetsov S and Schelokov I Rev. Sci. Instrum. 66 5486 (1995).
- [4] Wilkins S W, Gureyev T E, Gao D, Pogany A and Stevenson A W Nature (London) 384 335 (1996).
- [5] Nugent K A, Gureyev T E, Cookson D F, Paganin D and Barnea Z Phys. Rev. Lett. 77 2961 (1996).
- [6] Paganin D and Nugent K A Advances in Imaging and Electron Physics, edited by P. Hawkes (Harcourt Publishers, Kent) 118, 85-127 (2001).
- [7] Cloetens P, Barrett R, Baruchel J, Guigay J-P and Schlenker M J. Phys. D: Appl. Phys. 29 133 (1996).
- [8] Förster E, Goetz K and Zaumseil P Kris. Tech. 15 937 (1980).
- [9] Somenkov V A, Tkalich A K and Shilstein S S Sov. Phys. Tech. Phys. 36 1309 (1991).
- [10] Ingal V N and Beliaevskaya E A J. Phys. D: Appl. Phys. 28 2314 (1995).
- [11] Davis T J, Gao D, Gureyev T E, Stevenson A W and Wilkins S W Nature (London) **373** 595 (1995).
- [12] Bushuev V.A., Ingal V.N., Beliaevskaya E.A. Crystalography Reports 41, 766 (1996).
- [13] Chapman D, Thomlinson W, Johnston R E, Washburn D, Pisano D, Gmür N, Zhong Z, Menk R, Arfelli F and Sayers D Phys. Med. Biol. 42 2015 (1997).
- [14] Gureyev T E and Wilkins S W Il Nuovo Cimento **19D** 545 (1997).

- [15] Bushuev V A, Ingal V N and Beliaevskaya E A Crystallography Reports 43 538 (1998).
- [16] Bushuev V A and Sergeev A A Tech. Phys. Lett. 25 83 (1999).
- [17] Pavlov K M, Kewish C M, Davis J R and Morgan M J J. Phys. D: Appl. Phys. 34 A168 (2001).
- [18] Rigon L, Besch H-J, Arfelli F, Menk R-H, Heitner G and Plothow-Besch H J. Phys. D: Appl. Phys. 36 A107 (2003).
- [19] Pagot E, Cloetens P, Fiedler S, Bravin A, Coan P, Baruchel J, Härtwig J and Thomlinson W Appl. Phys. Lett. 82 3421 (2003).
- [20] Bravin A. J. Phys D: Appl.Phys. 36 A4 (2003).
- [21] Paganin D, Gureyev T E, Pavlov K M, Lewis R A, Kitchen M Opt. Commun. **234** 87 (2004).
- [22] K.M. Pavlov, T.E. Gureyev, D. Paganin, Ya.I. Nesterets, M.J. Morgan and R.A. Lewis J. Phys.D: Appl. Phys. **37** 2746 (2004).
- [23] Coan P., Pagot E., Fiedler S., Cloetens P., Baruchel J., Bravin A. J. Synchr. Rad. 12 241 (2005).
- [24] Pavlov K.M., Gureyev T.E., Paganin D., Nesterets Ya.I., KitchenM., Siu K.K.W., Gillam J., Uesugi K., Yagi N., Morgan M.J., Lewis R.A. Nucl. Instr. Meth. A 548 163 (2005)
- [25] Nesterets Ya.I., Gureyev T.E., Wilkins S.W. J. Phys. D: Appl. Phys. **38** 4259 (2005).
- [26] Nesterets Ya.I., Gureyev T.E., Pavlov K.M., Paganin D.M., Wilkins S.W. Opt. Commun., 259(1) 19 (2006).
- [27] Papoulis A Systems and Transforms with Applications in Optics (McGraw-Hill, New York) (1968).
- [28] Gureyev T.E., Pogany A., Paganin D.M., Wilkins S.W. Opt. Commun. 231 53 (2004).
- [29] Pogany A., Gao D., Wilkins S.W. Rev. Sci. Instrum. 68 2774 (1997).
- [30] Nesterets Ya I, Gureyev T E, Paganin D, Pavlov K M and Wilkins S W J. Phys. D: Appl. Phys. 37 1262 (2004).
- [31] Gureyev T.E., Davis T.J., Pogany A., Mayo S.C., Wilkins S.W. Applied Optics 43 2418 (2004).
- [32] Mayo S C, Miller P R, Wilikins S W, Davis T J, Gao D, Gureyev T E, Paganin D, Parry D J, Pogany A and Stevenson AW J. Microsc. 207 79 (2002).
- [33] Paganin D., Mayo S.C., Gureyev T.E., Miller P.R. and Wilkins S.W. J.Microscopy 206 33 (2002).

Modelling the response of optical components in the XFEL photon beam

H. Schulte-Schrepping

Hamburger Synchrotronstrahlungslabor HASYLAB at Deutsches Elektronen-Synchrotron DESY, Notkestraße 85, D-22603 Hamburg, Germany

horst.schulte-schrepping@desy.de

The base layout of future X-ray FEL SASE sources will be presented with an emphasis on the accompanying challenges in the design of optical components. X-ray Free electron lasers (FEL) are linear accelerator based self amplified spontaneous emission (SASE) sources generating radiation in a single pass through an undulator. The SASE process starts from the noise within a highly compressed electron bunch with a peak current of several 1000 amperes. Radiation is generated with a size σ and divergence σ' of the photon beam close to the diffraction limit of $\sigma * \sigma t \approx \lambda/4\pi$, and a peak power in a 100fs photon pulse in the 10-100 GW range.

Two SASE FEL projects in the hard X-ray regime are in progress, the Linac Coherent Light Source LCLS at Stanford, USA, and the European X-ray Free Electron Laser XFEL at DESY, Germany.



Layout of the European XFEL electron beam, undulator, and photon beam distribution area together with the experimental hall (status october 2004).

At the European XFEL, undulator systems with a length of up to 250m will provide the X-ray beam. A photon beam diagnostic station will be used to align the single 5m long undulator segments within one system. The total length of a photon beamline from the undulator exit to the sample position in the experimental hall will be up to 1000m.

A description of the generated radiation will be given in the framework of diffraction limited radiation. In this case the beam has to be propagated along the beamline and its elements. Calculated properties of the coherent beam will be shown. The implementation of typical X-ray optical elements, especially diffracting crystals, into wavefront codes is still pending. Additionally, the time response of the diffraction in crystals to ultrashort sub-fs pulses and the limitations of the model calculation will be discussed. The proposed X-ray monochromator at 1Å and a time delay setup will be shown. The description of the thermal issues in XFEL optics covers the timescales from 100fs in a photon bunch, a minimum of 200ns between bunches in a bunchtrain, and the 10Hz repetition rate between bunchtrains. Each time domain will be discussed separately in order to setup a scheme to handle the average and the corresponding peak power densities. The limiting case of damage thresholds will be discussed separately.

TEM STUDY OF THE EFFECT A STRUCTURE OF INTERFACE ON CRYSTALLINE QUALITY OF HETEROEPITAXIAL LAYERS GaN

A.A. Sitnikova, S.G. Konnikov, M. Mynbaeva, M. Odnoblyudov,

V. Bougrov, T. Lang

Ioffe Physical-Technical Institute of RAS, Saint-Petersburg, Russia

One of the main problems of the group III nitride-based technology is the lack of commercially available large-size native substrates, which leads to the density of threading dislocations exceeding 10⁹ cm⁻², when sapphire or SiC are chosen as substrate material. However, it turns out that GaN based optoelectronic devices could operate despite of the high defects concentration is present in the epilayers, and this has stimulated an extensive research towards understanding the role of crystal defects on device performance and reliability. Density of extended defects is particularly important when GaN layers are used as buffer layers for subsequent growth of InGaN based device structures. Heteroepitaxial thin films (layers) even grown on a compliant substrate are not able to relax their strain elastically by large-area slip across a pseudomorphic layer. What happens if there are either pores or pyramids on the surfaces of substrates with definite period? We believe that it could bring a k ind one or its reverse of the Grinfeld

instability. We present a report on TEM-study of the structure of heteroepitaxial GaN layers grown on the substrates with periodic relief of two varieties: a) GaN layers grown directly on conventional SiC substrates and on porous SiC buffer layers with different thickness and pore morphology; b) GaN layers consisted of GaN islands grown by consecutive low temperature-GaN deposition, which provides independent control of the size and density of the islands.

It was found that the GaN films grown on porous SiC were significantly more strain relaxed compared to those grown by the second methods, but both possibility enable production of high crystalline quality GaN films with defects density of 10^7 - 10^8 sm⁻². We discuss various growth mechanisms that can lead to these defect features in GaN layers.

THE USE OF SYNCHROTRON X-RAY IMAGING FOR THE STUDY OF DEFECTS IN Si:Ge CRYSTALS BONDED TO SILICON

L.M. Sorokin¹, T.S. Argunova^{1,5}, N.V. Abrosimov^{2,3}, E. I. Belyakova¹, M.Yu. Gutkin⁴, L.S. Kostina¹, A. G. Zabrodskii¹, J.M. Yi⁵, J.H. Je⁵

¹Ioffe Physico-Technical Institute, RAS, Polytekhnicheskaya st., 26, 194021 St. Petersburg, Russia ²Institute of Crystal Growth, 12489 Berlin, Germany

³Institute of Microelectronics Technology Problems and High Purity Materials RAS, 142432, Moscow region, Chernogolovka, Russia

⁴Institute of Problems of Mechanical Engineering, RAS, Bolshoy 61, 199178 St. Petersburg, Russia

⁵Department of Materials Science and Engineering, Pohang University of Science and Technology, San 31 Hyoja-dong, Namku, Pohang, 790-784, Republic of Korea

Corresponding author: L.M.Sorokin@mail.ioffe.ru

1. INTRODUCTION

Si/Si:Ge and Si:Ge/Ge heterojunctions are promising for the design of high-speed low-loss diodes and transistors, high voltage power devices. infrared solar cells and other electronic applications. Si:Ge monocrystalline alloys are usually grown by epitaxy on Si substrates. The availability of Si:Ge bulk crystals [1, 2] allows to explore another technology as an alternative to epitaxy - direct wafer bonding (DWB) (see, e.g., a review [3]). DWB is a process by which two mirror-polished, clean, flat, oxidized or not wafer surfaces adhere to each other without any gluing layer. In comparison to epitaxy, the method is less complex, energy consuming and allows to use wafers to be bonded with initially preset structural and electrical quality. However, lattice defects in the bonding interface and in the bulk of joined wafers induce potential barriers and affect electrical parameters. The examination of defects as well as fast and reliable control of bonding interface continuity are the key issues in DWB technology. In this work we use a combination of synchrotron x-ray imaging techniques - white beam topography (WBT) [4] and phase sensitive radiography [5] - to study lattice defects in Si:Ge bulk crystals and Si/Si:Ge bonding interfaces.

2. SAMPLES AND TECHNIQUES

The samples under investigation were Si:Ge bulk crystals grown by the Czochralski technique as well as Si:Ge to Si directly bonded compositions (Fig. 1a). The Si:Ge crystals were grown in <111> and <001> directions with Ge content 7-15 at. %. The samples were cut off perpendicular to the growth axes and mechanically and chemically polished from the both sides. The initial thickness of Si and Si:Ge wafers was 0.4 mm. After bonding, Si:Ge wafers were polished down to 0.04 mm. Each Si wafer from a pair had an artificial surface relief made by a photolithography in the form of an orthogonal net of grooves. Grooved surface bonding prevents the formation of air bubbles, reduces interfacial elastic strains and allows dislocations to escape via the free surfaces of the grooves [6-8].

Imaging experiments were performed at Pohang Light Source, Korea. The source with the size 60 µm(H) x 160 µm(V) was located at 34 meters from the specimen. The energy of continuous spectrum changed from 6 to 40 keV. The on-line combination of white beam topography and phase sensitive radiography was utilized. The topography was used to study defects and long range distortions in a crystal lattice. The radiography was applied to examine a compositional homogeneity and continuity of bonding interfaces. Switching between two imaging techniques with the sample being left fixed allowed to record radiographs and topographs of the same sample region. Radiographs were recorded on CCD detector with the 1600 x 1200 pixel matrix after the conversion of x-rays into visible light with the 200 µm thick CdWO₄ scintillator. The width of the view field defined by optics was 0.3-0.7 mm (H). The specimen - detector distance was 6 cm. Topographs were registered on the Kodak SR-45 film. The sample to the film distance varied between 7 and 15 cm; the beam size was $8 \times 8 \text{ cm}^2$. The schematic of the set up is shown in Fig. 1b.

RESULTS

Fig. 2 shows white beam topographs of typical lattice defects in Si:Ge crystals with 7 at. % Ge. The pointers with the numbers 1 to 5 successively indicate:

1-Ge impurity bands;

2-Frank-Read sources;

3-dislocations;

4-the sources of the dislocations distributed with a high density;

5-dislocation slip bands originating at the free surface of a boule.



Fig. 1. (a) Schematic diagram demonstrating the on-line combination of synchrotron white beam topography and phase sensitive radiography. Synchrotron beam is perpendicular to the sample surface (b) The sketch of the samples under investigation: a black color corresponds to Si:Ge wafers.

White radiation topography allows many reflections to be recorded at once on one film. By turning the sample around the beam (and keeping the beam perpendicular to the sample surface) we obtained a series of topographs and performed the diffraction analysis of the dislocations. The dislocation Burgers vectors and slip planes were identified. For (111) oriented wafers it was shown that the dislocations generated by the sources (4) were the loops located and expanded in the (111) plane. At the same time, the slip planes of the dislocations in the bands starting from the wafer edges (5) were inclined towards (111) plane (Fig. 2).



Fig. 2. Synchrotron white beam topographs of Si:Ge wafer with 7 at.% Ge. (a) Typical lattice defects in the wafer bulk; the explanations are given in the text. (b) Dislocation slip bands originating at the free surface of the Si:Ge boule. White arrow: the slip system (11-1), [101]; black arrow: the slip system (1-11), [110]. The wafer surface is (111).

In Si:Ge/Si bonded structures the non bonded regions were identified as follows. Since one of the wafers (Si wafer) had an artificial grooved relief, a grooved contrast was observed in the reflections from a smooth wafer in the areas where the wafer bonding was successful. This kind of contrast could be explained by orientation contrast mechanism. Two surfaces reached conformity via lattice plains



Fig. 3. (a, b) Synchrotron white beam topographs of two different regions in Si:Ge wafer bonded to silicon. The reflection of Si:Ge wafer. (c) Synchrotron phase sensitive radiograph of the area displayed in (b).

deformation close to the interface, and the distorted planes caused the variations of intensity.

In Fig. 3a the topograph from the smooth Si:Ge wafer (0.04 mm thick) is presented. One can see the grooved contrast from well bonded areas; whereas in non bonded areas the grooved contrast vanishes, and the Si:Ge wafer is warped out of the interface. In Fig. 3b one sees the fragment of an air bubble in the Si/Si:Ge structure. Inside the bubble a strong warpage of the Si:Ge wafer is seen. Fig. 3c is a phase radiograph obtained from the region presented in Fig. 3b. On the radiograph the boundary between the bonded and non bonded regions is observed.

In radiography regime, the linear defects similar to that presented in Fig. 3c were observed throughout this structure and other bonded structures. In order to explain the nature of the contrast on phase radiographs, we conducted the combined experiments in Bragg diffraction and radiographic modes. The explanation is displayed in Fig. 4. The features well seen in the radiographs are very likely associated with micro-cracks in thin Si:Ge wafers occurred during bonding and thinning of Si:Ge wafer. The cracks locate at the places where the continuity is lost.

SUMMARY

The on-line combination of synchrotron white beam topography and phase sensitive radiography reported here allowed us to characterize the lattice defects in Si:Ge bulk crystals and Si:Ge to Si directly bonded structures. The defects in Si:Ge crystals occurring during the Czochralski growth were attributed to the inhomogeneous distribution of germanium in silicon and to thermal induced stresses. The defects occurring during the bonding process designed to fabricate a high frequency bipolar transistor, were voids and micro-cracks.

Fast control of the bonding continuity is a key issue in direct wafer bonding technology. X-ray topography is a sensitive technique which suits this purpose well. It suffers however from a small beam size and insufficient intensity of diffracted beams prohibiting a real time monitoring. On the contrary, phase radiography performed with a scintillator-CCD combination allows to inspect the whole wafer area quickly. In our study we have found that microcracks caused by bonding failure, are well seen on radiographs. When the cracks and hence non bonded regions are identified, a detailed examination of lattice defects and the evaluation of the bonded area can be done with WBT without changing the sample orientation and position.

ACKNOWLEDGMENTS

This research is supported by the grant No 05-02-17768 of the Russian Fund for Fundamental Research of Russian Academy of Sciences, Program "New materials and structures" and the KOFST through the Brain Pool project.



Fig. 4. (a) Synchrotron phase radiograph of the defect located at the boundary between well bonded and non bonded areas. (b) Schematic of the defect formation mechanism; the defect is very likely associated with a micro-crack.

REFERENCES

[1] Abrosimov, N.V., Kurlov, V.N., Rossolenko, S.N. Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials, 46, 1 (2003).

[2] Abrosimov, N.V., Rossolenko, S.N., Thieme, W., Gerhardt, A., Schröder, W. J. Cryst. Growth, 174 182 (1997). [3] Plößl, A., and Kräuter, G. Mater. Sci.& Eng., R25 1 (1999).

[4] Härtwig, J., Köhler, S., Ludwig, W., Moriceau, H., Ohler, M., Prieur, E. Cryst. Res. Technol., 37, 705 (2002).

[5] Argunova, T. S., Sorokin, L. M., Kostina, L. S., Je, J. H., Gutkin, M. Yu. and Sheinerman, A. G. Crystallogr. Rep. 49, Suppl. 1, S33 (2004).

[6] Argunova, T. S., Vitman, R. F., Grekhov, I. V., Kostina, L. S., Kudryavtseva, T. V., Gutkin, M. Yu., Shturbin, A. V., Hartwig, J., Ohler, M., Kim, E. D., and Kim, S. C. Phys. Solid State, 41, 1790 (1999).

[7] Argunova, T. S., Grekhov, I. V., Kostina, L. S., Kudryavtzeva, T. V., Gutkin, M.Y., Härtwig, J., Kim, E. D., Kim, S. C., and Kim N. K. Jap. J. Appl. Phys. Part-1, 37, 6287 (1998).

[8] Argunova, T.S., Grekhov, I.V., Gutkin, M.Y., Kostina, L.S., Belyakova, E.N., Kudryavtseva, T.V., Kim, E.D., and Park, D.M. Phys. Solid State, 38 1832 (1996).

Kinematical X-ray standing waves for crystal structure investigations

M. Tolkiehn¹, <u>D. V. Novikov¹</u>, S.S. Fanchenko²

¹Hamburger Synchrotronstrahlungslabor HASYLAB at Deutsches Elektronen-Synchrotron DESY, Notkestraße 85,

D-22603 Hamburg, Germany

²RRC Kurchatov Institute, Kurchatov square 1, Moscow 123182, Russia

Dmitri.Novikov@desy.de

The majority of X-ray scattering methods are based on measuring the scattered wave intensity in the far field. Inside the object, the incident wave coherently interferes with the scattered wave and gives rise to an X-ray standing wave field. In case of Bragg scattering in crystals, the phase of the standing wave is directly dependent on the deviation from the exact Bragg conditions. This effect is used in the X-ray standing wave (XSW) method: knowing the variation of the standing wave field formed by dynamical X-ray diffraction [1] and monitoring the field intensity at atom positions through a secondary radiation, one can detect the positions of emitting atoms in the crystal unit cell [2] or analyse the crystal structure [3]. So far, X-ray standing wave studies were limited to objects that provide dynamical diffraction conditions, e.g. perfect crystals. In this work, we investigate the phase effects in a standing wave field not limited by dynamical scattering conditions.

Let us first consider the Bragg diffraction from a perfect crystal far from the Bragg angle. In this case, the scattered wave can be correctly described by the dynamical theory of X-ray diffraction [1]. The ratio of the electrical field amplitudes of incident and reflected beam is given by the parameter

$$\alpha = -\frac{|P|\sqrt{|b|}}{P} \frac{(F_{H}F_{\bar{H}})^{\frac{1}{2}}}{F_{\bar{H}}} \left(\eta \pm (\eta^2 - 1)^{\frac{1}{2}}\right), \quad (1)$$

where H is the reciprocal lattice vector and F_H the structure factor corresponding to the reflection. The dimensionless parameter η is proportional to the deviation $\Delta \theta$ from the Bragg angle θ_B , P is the polarization factor and b is the asymmetry factor [4].

For deviations from the Bragg angle which are large compared to the reflection half-width, the amplitude of the scattered wave becomes small and the kinematical approximation can be applied. Introducing a small parameter $x(\Delta\theta) = 1/\eta(\Delta\theta)$ and approximating equation (1) by the first order Taylor polynomial in x gives:

$$\alpha \approx -\frac{|P|\sqrt{|b|}}{P} \frac{(F_{H}F_{\bar{H}})^{\frac{1}{2}}}{F_{\bar{H}}} \frac{1}{2}x$$
(2a)

$$= \frac{P \Gamma F_{H}}{2\Delta \theta \sin(2\theta_B) + \Gamma F_0 \frac{1-b}{b}}.$$
 (2b)

In the region where incident and reflected beams overlap, they interfere coherently and form a standing wave field with the intensity

$$\frac{I(\mathbf{r})}{\|\mathbf{E}_0\|^2} = 1 + 2\operatorname{Re}\left(\alpha e^{-i\mathbf{H}\cdot\mathbf{r}}\right) + \underbrace{|\alpha|^2}_{\approx 0}$$
(3a)
$$\approx 1 + P^2 \Gamma \operatorname{Re}\left(\frac{F_{\mathbf{H}}e^{-i\mathbf{H}\cdot\mathbf{r}}}{\Delta\theta\sin(2\theta_B) + \Gamma F_0\frac{1-b}{2b}}\right).$$
(3b)

Using $F_0 = F'_0 + iF''_0$ equation (3) can be simplified to

$$\frac{I(\mathbf{r})}{\|\mathbf{E}_0\|^2} = 1 + \frac{P^2 \Gamma}{\sin 2\theta_B} \times \left(\frac{\Delta \theta' \operatorname{Re}(F_{\mathbf{H}} e^{-i\mathbf{H}\cdot\mathbf{r}})}{\Delta \theta'^2 + \delta^2} + \frac{\delta \operatorname{Im}(F_{\mathbf{H}} e^{-i\mathbf{H}\cdot\mathbf{r}})}{\Delta \theta'^2 + \delta^2}\right).$$
(4)

Here $\Delta \theta' = \Delta \theta + \Gamma F'_0(1 - b)/(2b \sin 2\theta_B)$ is the deviation from the Bragg angle and $\delta = \Gamma F''_0(1 - b)/(2b \sin 2\theta_B)$. For large deviations from Bragg conditions where $1/\Delta \theta'^2 \ll 1/\Delta \theta'$ and far away from absorption edges where F''_0 is small, the second term in equation (4) can be neglected.

For a crystal structure with n fluorescent atoms at positions r_j the total fluorescence yield is given by

$$Y \propto n + \sum_{j=1}^{n} \frac{P^{2}\Gamma}{\sin 2\theta_{B}} \frac{\Delta \theta' |F_{H}| \cos(\boldsymbol{H} \cdot \boldsymbol{r}_{j} - \arg F_{H})}{\Delta \theta'^{2} + \delta^{2}}$$

$$\propto 1 + \frac{P^{2}\Gamma}{\sin 2\theta_{B}} \frac{\Delta \theta' |F_{H}| f_{c} \cos(2\pi \Phi_{c} - \arg F_{H})}{\Delta \theta'^{2} + \delta^{2}},$$
(5)
(6)

where the *coherent fraction* f_c and the *coherent phase* Φ_c are defined as the amplitude and the phase of the Fourier coefficient of sublattice formed by the fluorescing atoms [2].

In the case of non-perfect mosaic crystals, the equation for the reflectivity can be obtained by direct calculation in the frame of kinematical theory. The integration of the well-known Thomson scattering formula [5] must be carried out taking into account the near field terms and the curvature of the spherical waves, as the field is calculated inside the crystal. The result after integration over the sample volume yields equation (4) with $\delta = 0$, since absorption is neglected in the classical kinematical approximation. By convolving equation (4) with a Lorentzian mosaic spread function of width σ , one obtains:

$$\frac{I(\boldsymbol{r})}{\|\boldsymbol{E}_0\|^2} = 1 + \frac{P^2 \Gamma}{\sin 2\theta_B} \frac{\Delta \theta' \operatorname{Re} \left(F_{\boldsymbol{H}} e^{-i\boldsymbol{H}\cdot\boldsymbol{r}}\right)}{\Delta \theta'^2 + \sigma^2}.$$
 (7)

The parameter σ can be determined from the half-width of the measured reflectivity curve. The result for the fluorescence yield is the same as in equation (5) where δ is replaced by σ . Details of the calculations will be published elsewhere.

At weak diffraction conditions, the form of the fluorescence yield curve depends on the dimensionless parameter

$$\Upsilon_c = |F_H| f_c \cos(2\pi \Phi_c - \arg F_H), \qquad (8)$$

which can be obtained by fitting experimental data. In order to determine both f_c and Φ_c , at least two values of Υ_c measured at different energies are needed. Varying the energy of the incident beam changes the phase of the structure factor $\arg F_H$ and leads to a simple set of equations from which both f_c and Φ_c can be calculated. However, the vicinity of absorption edges, where the phase shift of F_H is largest, has to be avoided in order to comply with the approximation of equation (4).

To demonstrate the sensitivity to structure factor phase variations multiple-energy XSW measurements on single crystalline GaAs(001) were performed. The experiments were carried out at HASYLAB at the beamlines BW1 and CEMO using a symmetrically cut double-crystal Si(111) monochromator. The Ga K_{α} fluorescence was measured with an energy-dispersive silicon drift detector. For the (002) reflection and the origin of the lattice unit cell chosen at a Ga atom, the factor $e^{-iH \cdot r_j}$ for the Ga fluorescence yield in equation (5) is always equal to one. Neglecting the Debye–Waller factor, one obtains $\Upsilon_c = \text{Re}F_{(002)}$. If $|F_{(002)}|$ is known, for instance from the Bragg reflection intensity, one can directly determine the phase of the (002) structure factor.

Fig. 1 shows a typical fluorescence yield curve for the Ga K_{α} line. The datapoints where the reflectivity is < 2% were used for the kinematical evaluation. These parts are presented magnified together with the best fit curve. The theoretical and experimental curves show an excellent agreement. The values of Υ_c obtained from the experiment at incident beam energies in the range between 10.39 keV and 11.85 keV and the corresponding theoretical curve (Fig. 2) show a good agreement in the central region between the Ga K and As K absorption edges. This energy range is suitable for the determination of both f_c and Φ_c . The deviation in the vicinity of the Ga and As absorption edges may be attributed to the limited applicability of the Henke database [6] at these energies.

Even if the experimental conditions do not allow the observation of a sufficient phase shift, a single energy measurement can provide valuable information.



Figure 1: GaAs(002) Bragg reflection at 10.39 keV: Ga K_{α} fluorescence yield (squares) and reflectivity curve (dashed line). The data points used for the kinematical data evaluation (circles) and the theoretical curve (solid line) are shown magnified by factor five.

This can be seen from kinematical XSW measurements carried out on a 18 monolayers CaF₂ film grown by molecular beam epitaxy on Si(111) [7]. Two structural models are proposed [8], which differ by the interface bond length. This difference is large enough to be distinguished by the sign of Υ_c and the knowledge of f_c is not necessary. For the experiment an incident beam energy of 8 keV was chosen, which is far above the absorption edges of Si and Ca. The X-ray standing wave field is formed by the perfect Si substrate and extends across the thin layer. The Bragg scattering from the layer itself can be neglected. Reflectivity and fluorescence were measured in the range of 0.06°



Figure 2: Real part of $F_{(002)}$ measured with kinematical XSW (dots) and theoretically calculated (line) using the Henke database [6]. The arrows mark the Ga and As absorption edges.

around the Bragg angle, the half-width of the Si(111) reflection being 0.0027° . The Ca K_{α} fluorescence yield curve is shown in Fig. 3. As in the GaAs experiment, the kinematical theory was applied for the evaluation of the tails of the curve. The central region has been also used for the standard XSW data evaluation based on the dynamical theory [2]. Although the statistical quality of the data is lower in the tails of the fluorescent yield curves, the kinematical XSW treatment provides a Υ_c value for the Ca atoms, which is in good agreement with the results of the standard XSW evaluation (table 1). The measured Υ_c value is consistent with position of the Ca atoms predicted by the long interface model [8].

	f_c	Φ_c	Υ_c
kinematical XSW			-40.1
dynamical XSW	0.66	0.53	-39.7
long interface (theory)		0.46	-38.6
short interface (theory)		0.93	36.2

Table 1: Comparison of the results for CaF₂/Si(111) from kinematical and dynamical XSW measurements with the theoretical values for the long and the short interface models [8]. The theoretical values for Υ_c have been calculated with the measured value for f_c .

For non-perfect, mosaic single crystals the reflectivity curve is drastically broadened and the dynamical theory is not applicable. The fast variation of the fluorescence yield in the vicinity of the Bragg angle, produced by kinematical scattering in periodic structures [9], also is smeared out by the mosaic spread and cannot be used for evaluation. However, the broadening effects on the slowly varying tails of the curves are much smaller, so that the kinematical XSW approach is still feasible.



Figure 3: $CaF_2/Si(111)$: Ca fluorescence yield (squares) and reflectivity curve (dashed line). The data points used for the kinematical data evaluation (circles) and the theoretical curve (solid line) are shown magnified by factor eight.



Figure 4: Cu₃Au(002) Bragg reflection at 9.2 keV: Cu K_{α} fluorescence yield (squares) and reflectivity curve (dashed line). The data points used for the kinematical data evaluation (opened circles) and the theoretical fit curve (solid line) are shown magnified by factor eight. The arrow marks the fluorescence peak from a different Bragg reflection, excluded from evaluation.

This is shown for a Cu₃Au (001) mosaic single crystal with a mosaic spread of ~ 0.1°. The energy of the incident radiation was 9.2 keV. Figure 4 shows the (002) reflectivity, the CuK_{α} fluorescence yield curves and the best fit. Taking the origin of the Cu₃Au fcc lattice at the Au atoms, the coherent position of the Cu atoms for the (002) reflection is fixed at $\Phi_c = 0$. From equation (8) the coherent fraction of the Cu atoms $f_c = 0.6 \pm 0.1$ is obtained. The low coherent fraction is typical for mosaic crystals. Its value is influenced by the local order in the sublattice as well as by displaced atoms in the block boundaries, twins and other strongly defected material regions.

The obtained results serves as a basis for a novel *kinematical X-ray standing wave* method for investigation of non-perfect single crystals [10]. It opens new possibilities in investigation of natural minerals, metallic and organic single crystals, interface and catalytic processes. In contrast to the established dynamical XSW method, it employs the standing waves far from the exact Bragg conditions and allows to overcome constraints on the crystal quality imposed by dynamical scattering conditions. Unlike normal-incidence XSW [11], the approach described here is not limited to special reflections and energies. The formalism can also be used for evaluation of X-ray holographic data from crystalline samples [12, 13].

The authors are grateful to K. Hofmann and C.R. Wang of the IHW Institut für Halbleiterbauelemente und Werkstoffe at the University of Hannover for the preparation of the CaF_2 sample and to V. Kaganer, P. Korecki and G. Materlik for helpful discussions.

- [1] M. von Laue, *Röntgenstrahlinterferenzen* (Akademische Verlagsgesellschaft, Frankfurt am Main, 1960), 3rd ed.
- [2] J. Zegenhagen, Surf. Sci. Rep. 18, 202 (1993).
- [3] M. J. Bedzyk and G. Materlik, Phys. Rev. B 32, 6456 (1985).
- [4] B. W. Batterman and H. Cole, Rev. Mod. Phys. 36, 681 (1964).
- [5] J. D. Jackson, *Classical Electrodynamics* (John Wiley, 1975), 2nd ed.
- [6] B. Henke, E. Gullikson, and J. Davis, At. Data Nucl. Data Tables 54, 181 (1993).
- [7] C. R. Wang, B. H. Müller, and K. R. Hofmann, Thin Solid Films **410**, 72 (2002).
- [8] Y. Itoh, I. Takahashi, A. Ichimiya, J. Harada, and N. S. Sokolov, J. Cryst. Growth 166, 61 (1996).
- [9] V. M. Kaganer, S. A. Stepanov, and R. Köhler, Physica B 221, 34 (1996).
- [10] M. Tolkiehn, D. V. Novikov, and S. S. Fanchenko, Phys. Rev. B 71, 165404 (2005).
- [11] D. P. Woodruff, Prog. Surf. Sci. 57, 1 (1998).
- [12] B. Adams, D. V. Novikov, T. Hiort, G. Materlik, and E. Kossel, Phys. Rev. B 57, 7526 (1998).
- [13] S. Marchesini et al., Phys. Rev. B 66, 94111 (2002).

Coherent X-ray Diffraction and Lensless Imaging

I.A. Vartanyants

HASYLAB at DESY, Notkestr. 85, D-22607 Hamburg Germany

Coherent x-ray diffraction (CXD) is a new experimental method for studying perfect and imperfect crystals. The beams coherence volume being of the order of few microns can entirely enclose a nano-size object. A coherent sum of amplitudes produces a coherent diffraction pattern originating from the real space arrangement of the sample.

In this talk it will be shown how the objective lens of the microscope can be replaced by a special iterative phase reconstruction procedure that inverts intensity measurements of the CXD pattern to real space image. In principle this method does not have any limitations on the available resolution.

Applications of this method to the study of nano-systems will be given in the talk. It will be shown that the size of the objects can be reduced to the size of the quantum dots samples if repetitive motive in the form of 2D crystal is used. It will be demonstrated that in the case of coherent illumination of these samples the correct shape and orientation of individual island can be obtained [1]. In the next example experimental results of CXD scattering on the sample of specially fabricated GeSi islands of nanometer size and in a regular array embedded to Si substrate will be shown [2]. Applying a microfocus coherent beam on our sample give rise to coherent diffraction pattern with Bragg spots and broad diffuse maxima in GID geometry. The GISAXS pattern has a typical shape resulting from the periodic array of identical islands. This diffraction pattern was used to reconstruct the average shape of the islands using a model independent phase retrieval algorithms.



Figure. An example of coherent diffraction pattern (left) measured at ID01 beamline in ESRF and reconstructed image (right).

I.A. Vartanyants, and I.K. Robinson, J. Synchrotron Rad. **10**, 409 (2003).
 I.A. Vartanyants, I.K. Robinson, et al. Phys Rev. B **71**, 245302 (2005).

ОСНОВНЫЕ ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУРНОЙ ЭВОЛЮЦИИ В ГИДРИРОВАННЫХ СПЛАВАХ НА ОСНОВЕ ПАЛЛАДИЯ

В.М. Авдюхина, Г.П. Ревкевич, А.А. Кацнельсон

Физический факультет МГУ, 119992, ГСП-2, Москва, Ленинские горы, МГУ им. М.В. Ломоносова, дом 1, строение 2, физический факультет valentina@solst.phys.msu.ru

Перспектива применения сплавов палладия, содержащих водород, требует понимания физических процессов при фазовых превращениях в этих сплавах. Актуальность работы связана с тем, что немонотонное изменение структурных параметров в открытых водородсодержащих поликристаллических системах до сих пор не имеет надежного физического описания. Поэтому накопление материала В рамках сопоставимого эксперимента особенно желательно.

Проведен цикл рентгенкинетических исследований структурных характеристик сплавов на основе палладия (W, Sm, Er, Mo, Ta, Hf, Cu) как после однократного, так и циклического гидрирования с нелью установления характера их изменения в процессе длительной релаксации.

Работа выполнена методами рентгеновской дифрактометрии автоматизированном на дифрактометре ДРОН-УМ2 с использованием монохроматизированного Си-К_{а1}-излучения. Регистрировались дифракционные линии: (111), (200), (220), (311), (222) и (400). Анализ дифракционных спектров максимумов проводился с помощью математических пакетов Origin и вейвлет – анализа. Развитый метод вейвлет-сглаживания рентгенографических данных [1] позволил уменьшить неоднозначность решения обратной задачи о профилей дифракционных разложении максимумов на составляющие простой формы, следствие. позволил надежно И. как анализировать слабые дифракционные максимумы. Насыщение палладиевых сплавов водородом проводилось электролитически при различных плотностях тока и времени наводораживания, после чего сплавы хранились на воздухе при нормальных условиях.

Установлено [2], что в результате шлифовки и полировки входной поверхности образцов сплавов палладия в них возникают дефекты, порождающие из-за сил изображения упругие напряжения, которые приводят к такому, зависящему от индексов Миллера hkl, росту межплоскостных расстояний, что рассчитываемые из эксперимента

$$a_{hkl} = d_{hkl}\sqrt{(h^2 + k^2 + l^2)}$$
(1)

имеют разные значения. Если предположить, что локальные напряжения во всех областях когерентного рассеяния (ОКР) системы одинаковы, то наблюдаемая зависимость a_{hkl} от индексов hkl имеет вид:

$$a_{hkl} = a_o + a_o \sigma K_{hkl} \tag{2},$$

где a_o - период решетки кубического кристалла в отсутствии упругих напряжений σ ,

$$K_{hkl} = S_{12} + \left(S_{11} - S_{12} - \frac{S_{44}}{2}\right) \times \frac{h^2 k^2 + k^2 l^2 + l^2 h^2}{\left(h^2 + k^2 + l^2\right)^2},$$

 S_{11} , S_{12} , S_{44} – постоянные упругой податливости. Заметим, что выражение $(S_{11} - S_{12} - S_{44}/2)$ представляет собой коэффициент анизотропии. Для деформированных образцов оказалось, что a_0 , рассчитанное из (2), больше, чем для отожженных образцов, т.е. $\sigma < 0$.

Было установлено, что абсолютная величина упругих напряжений зависит от состава сплава (минимальна для чистого палладия) и концентрации второго компонента. При электролитическом насыщении образцов водородом упругие напряжения могут изменять знак $(\sigma > \theta)$. т.е. трансформироваться в напряжения растяжения [3]. При этом величина упругих напряжений тем больше, чем больше концентрация второго компонента.

Кинетика структурных изменений (превращений) после возмущающих воздействий, вообще говоря, изучалась достаточно редко, поскольку было принято считать, что она является монотонной. Однако сейчас ситуация в этой области резко изменилась.

Сначала в [4] было установлено, что в сплаве Pd-W-Н после насыщения его водородом происходят немонотонные изменения дефектной структуры, продолжающиеся, как минимум, несколько месяцев (рис.1).

Затем в [5] было показано. что трехпараметрическая кинетика фазового перехода может быть стохастической при определенных условиях. Последняя должна наблюдаться, когда величина управляющего параметра достаточно велика, и время его релаксации заметно превышает время релаксации других параметров системы. Именно такая ситуация была обнаружена в [6÷7] в деформированном сплаве Pd-Er-H, для которого было выявлено существование стохастических изменений соотношения объемов сосуществующих фаз и различия в концентрации эрбия в этих фазах при



значительно более медленной немонотонной

величины

релаксации

потенциала (рис.2).

Рис.1 Колебательные изменения интенсивности $(\ln \frac{I_{400}}{I})$ для сплава Pd-W-H.



Рис.2 Изменение формы дифракционного максимума (200) сплава Pd-Er-H в процессе релаксации.

Для всех гидрогенизированных сплавов на основе палладия в процессе длительной релаксации было установлено существование аномального числа вакансий, которое на несколько порядков превышает равновесное значение [8].

Учет одновременного изменения периодов кристаллической решетки И величин микронапряжений позволил уточнить состав дефектных комплексов после гидрирования. показано, что вакансии Было вслед за водородом поглощаются дефектными комплексами, существующими в исследуемых сплавах до гидрогенизации, формируя водороддефект-металл-вакансии-комплексы (H-D-M-Vкомплексы). Удельный объем таких комплексов меньше, чем матрицы, что приводит к сжатию кристаллической решетки по нормали к поверхности после гидрогенизации, т.е. приводит к изменению величины и знака упругих напряжений, что и наблюдали экспериментально [6-8].

Было также показано [8-10], что при распаде насыщенных водородом сплавов на основе палладия в них происходит сложная кинетика структурных превращений, заключающаяся в апериодическом изменении количества сосуществующих кубических фаз с разными значениями величин напряжений (или без них), объема каждой из фаз и их дефектной структуры (рис. 3).

Была предпринята попытка проверить возможность описания некоторых состояний изучаемых систем не совокупностью упругонапряженных кубических фаз, а с помощью фаз более низкой симметрии. Однако имеющийся массив экспериментальных данных однозначно свидетельствовал о том, что вся совокупность полученных данных не может быть описана одной фазой с ортогональными трансляциями.

Обнаружены одновременные и одинаковые по знаку изменения величин <a_> и <\sigma> при больших временах релаксации в исследованных сплавах, свидетельствующие о протекании в них после гидрогенизации кооперативных процессов миграции вакансий между матрицей и дефектными комплексами. Такие процессы наблюдаются и тогда, когда концентрация водорода в системе остается небольшой. Это означает, что на поздних стадиях структурной эволюции, ее определяющим фактором является концентрация преимущественно высокая вакансий, которые могут перемещаться между матрицей, дефектными комплексами И выходить на поверхность [8].

Заметим, что немонотонное изменение открытой системы, содержащей водород, трудно предсказуемо в рамках традиционных теорий фазовых превращений. Существовавшие ранее модельные представления не давали исчерпывающей схемы ее протекания. Поэтому была предложена микроскопическая модель немонотонной структурной релаксации, основанная на термодинамическом представлении Эдвардса и схемы Лоренца [11]. процессов Микроскопическое описание релаксации после гидрирования может быть

деформационного

связано с перемещением вакансий между областями матрицы и дефектными областями. Это означает, что для синергетического описания этого процесса уместно использовать известную схему - «2 хищника и 1 жертва», подобную той, которая ранее уже применялась нами для описания колебательных изменений дефектной структуры в Pd-W-H [2]. В этой схеме роль жертвы играют вакансии, роль хищников – области матрицы (ОМ) и дефектные (H-D-M-V) области (ДО). Показано [11], что колебательный характер рассматриваемого процесса связан с тем, что максимумы термодинамической неустойчивости областей хищников (ОМ и ДО) разнесены во времени. Максимумы неустойчивости ОМ и ДО достигаются тогда, когда соответственно в матрице и дефектных областях наиболее высока концентрация вакансий (этому соответствует минимальное значение а₀ и максимальное σ), и поэтому максимальная неустойчивость ОМ совпадает, приблизительно, на шкале времен с максимальной устойчивостью ДО и наоборот.

Изучаемая термодинамическая система изза различных скоростей выхода водорода и изменения дефектной структуры меняется со временем достаточно сложным образом. Однако экспериментальные данные показывают, что структурное состояние в одних и тех же ОКР объема всего рассеивающего кристалла примерно одинаково, о чем свидетельствуют достаточно узкие дифракционные максимумы или их составляющие. Это свидетельствует о том, что колебательные процессы во всем объеме кристалла происходят сравнительно синхронно, т.е. в системе возникают коллективные моды (в которых участвуют атомы водорода, вакансии и т.д.) того или иного типа, обеспечивающие согласованное поведение элементов системы (дефектных областей. областей матрицы) в различных частях объема. Эти корреляции могут вызываться, например, тем, что при перемещении атомов водорода и/или вакансий между дефектными областями и областями матрицы вокруг дефектных областей возникают области сжатия (растяжения), которые порождают быстро распространяющиеся упругие поля. Возникновение этих полей и приводит к упругим взаимодействиям между дефектными областями, обеспечивающим кооперативный характер структурных превращений в объеме всего кристалла. Поэтому не случайно, что получающаяся картина напоминает явления, происходящие при формировании явления Бенара.

Впервые установлено [12], что немонотонная структурная эволюция после гидрогенизации исследованных сплавов (для сплавов Pd-Ta-H и Pd-Er-H – циклической) носит дискретный (прыжковый) характер в 20пространстве и стохастический – во времени (рис.4), при этом обнаруженные структурные изменения определяются миграцией и водорода и вакансий. Показано, что одним из значимых факторов, определяющих существование и особенности обнаруженных явлений, может быть фрактальный характер распределения термодинамического потенциала в kпространстве (рис.5), возникающий уже в исходном состоянии за счет дефектной структуры и несколько трансформирующийся в процессе циклической гидрогенизации и последующей эволюции.

Проведенный цикл работ показал, что существует некоторая общая схема немонотонных структурных превращений в насыщенных водородом сплавах палладия. И хотя явление пока еще до конца не понято, сделан очередной существенный шаг в понимании этого сложного и интересного явления.



Рис.3 Изменение количества сосуществующих фаз и их доли для сплава Рd-Мо после насыщения в процессе релаксации.

Представленные выше данные позволили предложить следующую модель дискретной стохастической структурной эволюции [11-12]. основные черты которой состоят в следующем. Система теряет свою устойчивость после закачки водорода, индуцирования вакансий и формирования новой дефектной структуры. Рассматриваемая система характеризуется существованием ней многодолинной в структуры термодинамического потенциала в обратном пространстве, для которой энергетически выгодным после гидрогенизации оказывается многофазный распад. Указанная многодолинная структура содержит счетное множество локальных минимумов, разделенных

барьерами, и этим минимумам отвечают долгоживущие состояния. Именно между этими минимумами вследствие миграции водорода и вакансий и происходит перепрыгивание фаз от одной группы к другой (рис.4). Сложность характера структурных превращений связана с тем, что скорости таких процессов, как выход водорода или вакансий (из твердого раствора и/или комплексов водород-дефект, как небольших (водород-вакансия), так и более (типа H-D-M-V-комплексов)) крупных различны, И именно это обстоятельство определяет различный характер трансформирования разных составляющих дефектной структуры. Колебательный характер рассматриваемых процессов обусловлен разнесенностью во времени максимумов неустойчивости областей матрицы и дефектных областей. Приобретение же в процессе эволюции дифракционными максимумами «многопикового» характера связано с тем, что в процессе эволюции система за счет миграции вакансий и водорода каждый раз (в различные времена) быстро переходит («сваливается») от одной группы долгоживущих состояний к другой.



Рис.4 Интервалы «запрещенных» состояний для сплава Pd-Ta-H (дифракционный максимум 311)

При этом нерегулярность (стохастичность) процесса указанного выше релаксации определяется тем, что он обусловлен более чем тремя факторами (концентрацией водорода, дефектных вакансий И комплексов), определяющими этот процесс, а также с распределения фрактальным характером многодолинного (неравновесного) потенциала в обратном пространстве.



Рис.5 Вид многодолинной структуры термодинамического потенциала в обратном пространстве. Локальным минимумам отвечают долгоживущие, а барьерам – «недолгоживущие» состояния

Работа поддержана грантом РФФИ № 05-02-16533.

- [1] Лавренов А.Ю., Вестник МГУ, серия 3, №3, 57 (2002).
- [2] Ревкевич Г.П., Миткова М., Кацнельсон А.А., Христов В.М., Жмурко Г.П., Аверцева И.Н., Вестник МГУ, сер.3, .34, №6, 70 (1993).
- [3] Авдюхина В.М., Кацнельсон А.А., Ревкевич Г.П., Кристаллография, **44**, №, 49 (1999).
- [4] Кацнельсон А.А., Ревкевич Г.П., Сухорукова И.В., Вестник Московского Унив. Сер.3, 35, №2, 64 (1994).
- [5] Кацнельсон А.А., Олемской А.И., Сухорукова И.В., Ревкевич Г.П., УФН, 165, № 3, 331(1995).
- [5] Авдюхина В.М., Кацнельсон А.А., Ревкевич Г.П., Поверхность (РСНИ), №2, 30 (1999).
- [6] Авдюхина В.М., Кацнельсон А.А., Ревкевич Г.П., Вестник Московского Университета, сер.3, **40**, №5, 44 (1999).
- [7] Avdyukhina V.M., Katsnelson A.A., Revkevich, G.P., Platinum Metals Review, 46, № 4, 169 (2002)
- [8] Авдюхина В.М., Анищенко А.А., Кацнельсон А.А., Ревкевич Г.П, ФТТ, 46, № 2, 259 (2004).
- [9] Авдюхина В.М., Кацнельсон А.А., Олемской Д.А., Олемской А.И., Ревкевич Г.П., ФММ, 88, №6, 63 (1999).
- [10] Авдюхина В.М., Кацнельсон А.А., Ревкевич Г.П., Хан Ха Сок и др. Альтернативная энергетика и экология, **1**, №1, 11 (2000).
- [11] Авдюхина В.М., Кацнельсон А.А., Олемской А.И., Олемской Д.А., Ревкевич Г.П., ФТТ, 44, №6, 979 (2002)
- [12] Авдюхина В.М., Анищенко А.А., Кацнельсон А.А., Олемской А.И., Ревкевич Г.П., ФТТ, 46, №3, 259 (2004).

ФАЗОВЫЕ $\alpha \rightarrow \beta$ И $\beta \rightarrow \alpha$ ПРЕВРАЩЕНИЯ В СИСТЕМЕ Pd-Cu-H

В.М. Авдюхина, <u>Г.П. Ревкевич</u>

Физический факультет МГУ, 119992, ГСП-2, Москва, Ленинские горы, МГУ им. М.В. Ломоносова,

дом 1, строение 2, физический факультет

E-mail: valentina@solst.phys.msu.ru

Проблема взаимодействия водорода с металлами и сплавами в настоящее время является достаточно актуальной в связи с тем, что водород рассматривается как экологически чистое топливо, которое должно придти на смену углеводородного сырья. При этом решить необходимо следующие задачи: получение водорода, его хранение, транспортировка и последующее извлечение. Палладий и его сплавы играют важную (а, возможно, и первостепенную) роль в получении чистого водорода, поскольку именно они используются в качестве мембран. Кроме того, известна уникальная способность хорошо поглощать большое палладия количество водорода И сохранять его достаточно длительное время [1].

Одной из наиболее сложных проблем для решения вышеперечисленных задач оказывается проблема возникновения неустойчивых состояний в металлах, взаимодействующих с водородом [2÷5], что может быть причиной нежелательных механических разрушений при эксплуатации систем с водородом [6] и, поэтому, они подлежат дальнейшему исследованию.

Известно, что системы Pd-H и Pd-M-H в нормальных условиях являются неравновесными и открытыми. Миграция водорода при насыщении и дегазации сплавов, флуктуации состава, различие удельных объемов сосуществующих фаз, разное сродство к водороду палладия и атомов примеси (M) провоцируют создание разнообразных дефектов в них. В связи с этим важнейшей особенностью водородсодержащих палладиевых систем является возникновение и трансформирование в лефектных структур, них что может происходить не только при релаксации после насыщения, но и в процессе самого насыщения. В подобном аспекте изучение систем М-Н только начинается. Наиболее целесообразно проводить такие исследования на сплавах палладия, которые являются своеобразными объектами модельными для изучения различных особенностей влияния водорода на физические процессы, которые в них происходят, что влечет изменение физических свойств материалов.

В работе рентгендифракционными методами исследовались процессы $\alpha \rightarrow \beta$ (количество образующейся при насыщении β -фазы (P_o)) и $\beta \rightarrow \alpha$ (характер и скорость последующего распада β -фазы) превращений в чистом

палладии и в сплавах Pd -5, 10 и 15ат.%Си (как в отожженном, так и деформированном состояниях) после электролитического насыщения их водородом.

Было обнаружено, что при увеличении концентрации растет количество меди образующейся β-фазы, причем, особенно заметное в областях, нормаль к которым, совпадающая с нормалью к поверхности образца, является направлением [111] (см. рис.1). В палладии содержание β-фазы в этих областях составляет 20%, в сплаве Pd-15ат.%Cu - 50%. При этом разница между содержанием βфазы в областях ориентировки [100] и [111] уменьшается: для палладия она составляет почти 40%, для сплава Pd-15ат.%Cu - 20%.





отожженные образцы,
 деформированные образцы,

[100] - •; 7 -[111]

Наблюдаемый эффект может быть объяснен тем, что по мере роста концентрации меди уменьшается параметр несоответствия периодов решеток α - и β - фаз (δ). Для палладия δ =0.033, тогда как для сплава Pd-15ат.%Cu - δ =0.023. Известно [7], что упругая энергия образования плоских зародышей β -фазы существенным образом зависит от его ориентировки (она максимальна для ориентировки [111] и минимальна для ориентировки [100]) и от δ^2 . Уменьшение δ уменьшает эту энергию и сближает энергии образования для зародышей разной ориентировки. Это и приводит к наблюдаемым эффектам.

что Установлено, деформирование поверхности образцов приводит к тому, что количество образующейся при насыщении βфазы в областях ориентировки [111] увеличивается, тогда как в областях ориентировки [100] оно меняется в малой степени. Это свидетельствует о том, что дефектная структура в процессе насыщения меняется с разной скоростью в областях разной кристаллографической ориентировки. В итоге энергия дефектной структуры может, как возрастать (рост плотности дефектов), так и уменьшаться (образование следующих структурных уровней) [8]. Полученный результат свидетельствует о том, что дефектная структура исследуемых образцов меняется и в процессе насыщения.

На рис.2 приведены данные об изменении содержания β-фазы для деформированных образцов Pd-10ат.%Си и Pd-15ат.%Си. Видно, что логарифмическая скорость $\beta \rightarrow \alpha$ превращения в зависимости от состояния дефектной образцов структуры после насыщения может, как расти, так И уменьшаться. В последнем случае процесс $\beta \rightarrow \alpha$ превращения описывается законом Р= Р_оехр{- $(t/t^*)^6$ (б<1). Для отожженных образцов было обнаружено, что характер дефектной структуры в процессе меняется самого $\beta \rightarrow \alpha$ $\beta \rightarrow \alpha$ превращения. Определить закон превращения в этом случае не представляется возможным.

Установлено, что развитие дефектной структуры в сплавах Pd-Cu-H обусловлено не только существенной разницей удельных объемов α- и β- фаз, но и большим количеством вакансий, образующихся при насыщении образцов водородом [9].

Таким образом установлено, что добавление меди в палладий увеличивает количество образующейся β-фазы (при олинаковых условиях насыщения). Кроме того, для сплавов Pd-Cu-H обнаруживается более сложный характер законов дегазации и развития дефектной структуры от их исходного состояния [9].

Работа поддержана Грантом РФФИ № 05-02-16533.



Рис.2 Изменение содержания β-фазы (логарифмический масштаб) от времени: 1- сплав Pd-15 ат.%Си

- 2- сплав Pd-10 ат.%Си
- - OKP (100);
- ◆ OKP (111).
- Ревкевич Г.П., Олемской А.И., Кацнельсон А.А., Христов В., Металлофизика, 12, №3, 71 (1990).
- [2] Авдюхина В.М., Кацнельсон А.А., Ревкевич Г.П., Поверхность (РСНИ), №2, 30 (1999).
- [3] Авдюхина В.М., Кацнельсон А.А., Ревкевич Г.П., Кристаллография, **44**, №, 49 (1999).
- [4] Авдюхина В.М., Кацнельсон А.А., Олемской Д.А., Олемской А.И., Ревкевич Г.П.,ФММ, 88, №6, 63 (1999).
- [5] Авдюхина В.М., Анищенко А.А., Кацнельсон А.А., РевкевичГ.П., ФТТ, 47, №3, 387 (2005).
- [6] Писковец В.М., Сергеева Т.К., Башнин Ю.А. и др., Сталь, № 7, 60 (1997).
- [7] Ревкевич Г.П., Олемской А.И., Князева М.А., Кацнельсон А.А. Вестник Московского ун-та, Серия 3. Физика,астрономия, 33, №2, 74 (1992).
- [8] Ревкевич Г.П., Князева М.А., Олемской А.И., Кацнельсон А.А., ФММ, № 9, 43 (1992).
- [9] Авдюхина В.М., Змиенко Д.С., Ревкевич Г.П., Кацнельсон А.А., АЭЭ, № 7, 14 (2005).

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРИРОДЫ ДЕФЕКТА УПАКОВКИ ТРЕМЯ НЕЗАВИСИМЫМИ МЕТОДАМИ РЕНТГЕНОВСКОЙ ТОПОГРАФИИ

В.Г. Анисимов¹⁾, Л.Н. Данильчук¹⁾, И.Л. Шульпина²⁾ новгородский государственный университет им. Ярослава Мудрого, 173003,

 Новгородский государственный университет им. Ярослава Мудрого, 173003, г. Великий Новгород, Россия.

2) Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, 194021, г. Санкт-Петербург, Россия E-mail: dln@novsu.ac.ru

В работе [1] авторами ¹⁾ для определения природы и структуры ростовых дефектов в монокристаллах кремния упаковки (ДУ) использовалась новая методика, основанная на идентификации частичных дислокаций, ограничивающих ДУ розеткам по интенсивности, которые формируются вокруг дислокаций, выходящих на поверхность образца близким к 90° под углом, В случае осуществления эффекта Бормана. Для подтверждения экспериментальных результатов, полученных с помощью этой методики, было проведено исследование того же самого ДУ другими независимыми методами: секционным методом Ланга, который ранее применялся для определения природы ДУ в кремнии. подвергнутом специальной термообработке [2,3], и методом двухкристальной топографии [4].

Исследовался монокристалл кремния, выращенный по методу Чохральского в направлении [111], с ростовыми дефектами возникшими упаковки, при срыве бездислокационного роста. В процессе дальнейшего роста происходило разращивание ДУ до размеров, соизмеримых с диаметром слитка. Потом из слитка нарезались пластины ~0,15÷2mm толщиной с ориентациями поверхности (111) и (101).

Для съемок методом рентгеновской топографии на основе эффекта Бормана (РТБ) использовались сканирующая рентгеновская лауэвская геометрия дифракции камера, рентгеновских лучей. отражения 220 ОТ плоскостей, перпендикулярных поверхностям (111) и (101) и характеристическое СиКаизлучение от трубки с линейчатым фокусом. При использовании отражений 220 и толщин образцов ~2mm обеспечивалось приближение "толстого" кристалла с µt>10, где µ- линейный коэффициент фотоэлектрического поглощения, tтолщина кристалла. По розеткам интенсивности вокруг частичных дислокаций в случае эффекта Бормана определялись все основные параметры: дислокации. кристаллографическое тип направление ее оси, величина, направление и знак вектора Бюргерса [5,6].

На рис.1 приведен фрагмент топограммы пластины кремния, полученной методом РТБ. Фрагмент имеет одинаковый контраст с негативом: черный (положительный) контраст соответствует увеличенной интенсивности относительно фона, белый (теневой или отрицательный) - уменьшенной. Пластина была вырезана из слитка кремния по плоскости (101), составляющей угол 35° с направлением роста $\overline{2}02.$ слитка. Использовалось отражение направление вектора Пойнтинга Р было [101]. При этом все полные и частичные дислокации с осью [101] в пластине формировали розетки интенсивности, по которым определялся знак вектора Бюргерса И положение экстраполуплоскости [6].

В методе РТБ в наиболее общем случае, когда ДУ располагается в монокристалле под углом к поверхности образца, изображение дефекта имеет отрицательный (теневой) контраст интенсивности в виде сплошных широких полос [1]. В районе выхода ДУ на поверхность образца, если плоскость дефекта близка или совпадает с волновым вектором K g, возникает яркая кайма положительного контраста, что, по-видимому, обусловлено волноводным эффектом и не связано с природой ДУ. В случае, когда вектор Пойнтинга Р направлен параллельно плоскости ДУ, формируется изображение в виде узкой полосы или линии отрицательного контраста, поскольку аномального прохождения лучей вдоль плоскости дефекта нет. На рис.1 ДУ располагается кристаллографической в перпендикулярной плоскости $(\bar{1}11)$, к поверхности (101) образца и ограничен слева частичной дислокацией с осью [101], вектор Бюргерса которой лежит в отражающей плоскости $(\bar{1}01)$. Поскольку частичная дислокация на рис.1 имеет направление [101], то при направлении вектора Р вдоль [101] она формирует вокруг себя розетку интенсивности. Видно, что частичная дислокация сформировала несимметричную многолепестковую чернобелую розетку интенсивности. Подобные по профилю и контрасту розетки интенсивности от полных краевых дислокаций впервые были обнаружены в монокристалле кремния в [5] и было доказано, что линия нулевого контраста в розетке совпадает с линией вектора Бюргерса, положение т.е. указывает на плоскости

скольжения дислокации, а зона сжатия вблизи экстраполуплоскости характеризуется положительным (черным) контрастом. Для дислокации частичной на рис.1, ограничивающей ДУ, зона сжатия, соответствующая положительному контрасту лепестков розетки вблизи экстраполуплоскости частичной дислокации, находится за плоскостью ДУ, что соответствует краевой дислокации. Единственным вектором Бюргерса у таких краевых частичных дислокаций в решетке алмаза

может быть только вектор типа $\vec{b} = \frac{a}{3} \langle 111 \rangle$,

соответствующий частичной дислокации Франка. По розетке интенсивности с помощью стереографической проекции было определено направление вектора Бюргерса частичной

дислокации Франка: $\vec{b} = \frac{a}{3} \begin{bmatrix} 1 \ \overline{1} \end{bmatrix}$. Т.е. данный

ДУ является дефектом упаковки вычитания, ограниченный частичными отрицательными дислокациями Франка.

В [2,3] применялся секционный метод Ланга и методика определения природы ДУ по контрасту первых полос секционного изображения дефекта на входной и на выходной поверхностях образцов. Исследовался кристалл кремния, выращенный методом Чохральского в направлении [111]. При термообработке в течение 22 часов при 1200°С происходило образование призматических дислокационных петель и петель дефектов упаковки, связанное с выделением кислорода в виде окислов кремния. ДУ лежали в плоскостях {111} и были ограничены частичными дислокациями Франка с

векторами Бюргерса $\vec{b} = \frac{a}{3} \langle 111 \rangle$,

перпендикулярными плоскости дефектов.

Использовались отражения 111, СиК_α-излучение, μt=3,8. Было доказано, что первая полоса в секционных изображениях ДУ вычитания на выходной поверхности имеет положительный контраст, а ДУ внедрения - отрицательный контраст. Исследованные ДУ были преимущественно ДУ внедрения.

Объектом исследования секционным методом Ланга был тот же ДУ, но пластина кремния была вырезана по плоскости (111). На рис.2 показан фрагмент топограммы того же ДУ, что и на рис.1, но полученной секционным методом Ланга. Использовалось отражение 202, МоК_а-излучение рентгеновской трубки БСВ-29 с проекцией фокуса 0,8х0,4 mm, ширина щели перед образцом была 20 µm, расстояние от фокуса трубки до образца 1,2 m, расстояние щель-образец 10-15mm и образец-фотопластинка <10mm, μ t=1,6. Ha puc.2 нет интерференционных полос, характерных для секционных топограмм из-за большой величины проекции фокуса [7]. При применении МоК_а-излучения и отражений 220 определение природы ДУ было возможно по

контрасту первой полосы в изображении ДУ только на выходной поверхности кристалла, соответствующей на рис.2 верхней части изображения. Первая полоса на выходной поверхности ДУ имеет положительный (чёрный) контраст, то есть наш дефект является ДУ вычитания. Природа ДУ ростового происхождения (типа вычитания) оказалась иной, чем ДУ, возникших в результате высокотемпературной обработки кремния (типа внедрения) в [2,3].

Объектом исследования методом двухкристальной топографии была пластина монокристаллического кремния, вырезанная по плоскости (111). На рис.3 показан фрагмент топограммы от того же ДУ типа вычитания, полученной с помощью двухкристального метода. Применялась схема, когда первый кристалл ориентировался для дифракции в геометрии Брэгга, а образец в геометрии Лауэ. этом для получения топограммы Ппи использовались отражения 111 от почти параллельных плоскостей, ширина щели перед образцом была 50 µm. Топограмма была получена в сканирующей рентгеновской камере в СиК_{α1}- излучении. Толщина пластины составляла 150 μ m, μ t=2,1, отражение $\overline{1}1\overline{1}$. Фотоснимок топограммы имеет одинаковый контраст с исходной топограммой.

В работе [4] применялась схема, в которой первый толстый и второй тонкий кристаллы устанавливались в положение кремния дифракции Лауэ для одноименных отражений от почти параллельных плоскостей 111. Использовалось излучение от AgK_{α} до СиКа.Толщина образца составляла 350 µm. Природа ДУ для случая двухкристальной топографии определялась на основе критерия первого экстремума в условиях высокого поглощения.

Полосчатая картина распределения интенсивности в изображении ДУ на рис.3 даёт яркую первую полосу положительного (чёрного) контраста. Следовательно, дефект упаковки является ДУ вычитания.

Таким образом, определение природы дефекта упаковки, сделанное как с помощью метода РТБ, так и с помощью секционного метода Ланга и метода двухкристальной топографии дало сравнимые результаты.

Методика определения природы ДУ с помощью метода РТБ в некоторых случаях имеет определенные преимущества перед другими методиками. Она позволяет исследовать кристаллы больших размеров, так как при выведении на пучок рентгеновских лучей одной частичной дислокации все остальные частичные дислокации с такой же осью автоматически тоже выйдут на пучок и сформируют розетки интенсивности. Также она позволяет определить и дислокационную структуру дефекта, т.е. какие именно частичные дислокации ограничивают
дефект упаковки. Дислокационная структура другими методами вообще не определяется. Методика имеет и свои недостатки. Например, довольно большую экспозицию (несколько десятков часов) и необходимость иметь достаточно совершенные образцы с малой плотностью прямолинейных дефектов ($\approx 10^2$ sm⁻²) и относительно больших размеров (≈ 0.1 mm).). Однако, получение информации со всего образца сразу в большой степени искупает первый недостаток.



Рис.1. Фрагмент топограммы, полученной методом РТБ, с изображением ростового ДУ, P=[101], $\mu t=28$, положение плоскости скольжения и экстраполуплоскости частичной дислокации показаны значком \bot .



Рис.2 Фрагмент топограммы с изображением того же ДУ, полученной секционным методом Ланга, P=[111], $\mu t = 1,6$, положение плоскости ДУ показано белой пунктирной линией.



Рис.3 Фрагмент топограммы с изображением ДУ вычитания, полученной двухкристальным методом, µt=2,1.

Работа поддержана РФФИ, грант № 06-02-16230-а.

[1] Анисимов В.Г., Данильчук Л.Н. Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 7, 92 (2002).

[2] Authier A., Patel J.R. Phys. stat. sol.A, **27**, *1*, 213 (1975).

[3] Authier A. Dynamical Theory of X- Ray Diffraction. New York. Oxford University Press Inc.. 556 (2003).

[4] Sauvage M., Malgrange C. Phys. stat. sol., **37**, 759 (1970).

[5] Данильчук Л.Н., Смородина Т.А. Физика твердого тела. 7, 4. 1245 (1965).

[6] Л.Н. Данильчук, Ю.А. Дроздов, А.О. Окунев, В.А. Ткаль, И.Л. Шульпина. Заводская лаборатория. Диагностика материалов. **68**, *11*, 24 (2002).

[7] Э.В. Суворов, И.А. Смирнова, Е.В. Шулаков. Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 4, 100, (2004).

Рентгеновская рефлектометрия магнитных нанослоев

М.А. Андреева

МГУ им. М.В.Ломоносова, физический факультет, Ленинские горы, Москва, Россия e-mail: marina@ttk.ru

Исследование резонансных спектров в условиях зеркального или брэгговского отражения представляет собой новую задачу для теории рентгеновской рефлектометрии. В настоящее время спектроскопия отражения реализациях существует двух на В синхротронах: 1) измерение временных спектров ядерно-резонансного («мессбауэровского») отражения и 2) измерения спектров отражения резонансного рентгеновского излучения в окрестности краев поглощения.

Существенно отметить, что эти обе спектроскопии чувствительны к магнитному упорядочению в исследуемых пленках, что является принципиально новой ситуацией для рентгеновской оптики. Магнитные исследования с рентгеновским излучением интенсивно развиваются на всех синхротронах мира. Рентгеновская магнитная рефлектомерия вблизи краев поглощения активно применяется для элементно-селективных исследований профилей распределения намагниченности и анизотропии многослойных в пленках. обнаружения магнитных моментов немагнитных атомов (Се, La, Pt, Pd и др.) в магнитными прослойками, интерфейсах с особенностей обменного взаимодействия между слоями (например, biquadratic coupling, exchange bias), петли гистерезиса, фазовых переходов и т.д.

В теории рефлектометрии «магнитные эксперименты» поставили новые проблемы, некоторые из которых здесь обсуждаются.

Теория отражения

Известный алгоритм Паррата для расчета коэффициента отражения рентгеновского излучения от многослойной структуры не применим при наличии магнитного случае упорядочения, поскольку В ЭТОМ оказывается необходимым рассматривать восприимчивость среды как тензор. Существует несколько подходов в теории отражения от анизотропной слоистой среды: в теории эллипсометрии выводятся 4х4-матрицы распространения (несколько громоздкие) для тангенциальных компонент поля [1]; в [2] рассматриваются матрицы распространения для р-компонент электрического s-И поля излучения в направлении проходящей И отраженной волн в каждом слое и их преобразование на каждой границе раздела к тангенциальным компонентам для сшивания решений; в [3] использован похожий метод с несколько другими комбинациями компонент полного поля. но общие формулы конкретизированы для рассмотрения различных геометрий магнитного резонансного отражения рентгеновских лучей.

Мы используем 4х4-матриц метод распространения для тангенциальных компонент поля в ковариантной формулировке, предложенный в работах Ф.И. Федорова с соавторами [4,5], позволяющий создать наиболее компактный и быстрый алгоритм расчета. Полезными для расчетов различных характеристик поля в анизотропной среде оказались также введенные в [4,5] тензоры поверхностного импеданса И нормальной рефракции (обощение матричного показателя преломления), позволившие легко обобщить формулы Паррата на анизотропный случай. Наши пакеты программ помещены на сайт Интернета в свободный доступ для расчета спектров ядерно-резонансного отражения [6] и рентгеновского резонансного отражения вблизи краев поглощения [7].

Форма спектров

Важным обстоятельством в спектроскопии отражения является возможность рассматривать вклады от отдельных слоев в суммарное отражение, поскольку они могут характеризоваться определенным спектром.

Спектры отражения существенно зависят от интерференции волн, то есть отдельные компоненты спектра могут быть усилены или ослаблены в зависимости, например, от порядка брэгговского отражения (см. рис.1)



Рис.1 Иллюстрация интерференции волн при брэгговском отражении. Очевидно, что волны А и В, отраженные интерфейсным слоями, разделенными полпериодом, в первом порядке брэгговского отражения складываются в противофазе и их вклад в спектр отражения будет подавлен (если эти слои одинаковы). Для второго порядка отражения они складываются уже в фазе.

Пример использования такой интерференционной селективности по глубине бислоя для случая ядерно-резонансного рассеяния приведен в [8] (рис.2). Совместная обработка спектров, измеренных В двух порядках брэгговского отражения от периодической многослойной пленки $MgO/V(5ML)/[^{57}Fe(7ML)/V(5ML)]_{20}/V(5ML),$ позволила найти спектр сверхтонкого расщепления в каждом из атомных монослоев ⁵⁷Fe (рис.3).



Рис.2 Временные спектры ядернорезонансного отражения. Точки – эксперимент, пунктирные линии – расчет для случая однородного сверхтонкого взаимодействия в ⁵⁷Fe слоях, сплошные линии – фит.

Таким же образом по спектрам резонансного рентгеновского отражения, измеренным в нескольких порядках брэгговского отражения, расшифровывался профиль распределения магнитных моментов для атомов Се и La в сверхструктурах [Fe/Ce], [Fe/La] в [9].



Другая интересная проблема касается возможности использования стоячих волн в рефлектометрии. Важное соотношение было получено в [10] для амплитуды отражения от ультратонкого слоя, помещенного в слоистую структуру:

$$R^{r}(z) = r T(z) T'(z) (1 + R^{below}(z))^{2}$$
 (1)

Рис.3

где r амплитуда отражения от этого слоя в вакууме, T(z), T'(z) - изменение амплитуды проходящей волны на пути до исследуемого слоя и отраженной волны при распространении от слоя к поверхности, а R^{below}(z) – амплитуда волны, отраженной нижележащими слоями. Эта формула определяет зависимость амплитуды отражения выделенным слоем от квадрата амплитуда стоячей волны, сформировавшейся на этом слое (в отличие от случая вторичного излучения, амплитуда которого пропорциональна первой степени амплитуды суммарного поля). Формула (1) доказывает (затем эти выкладки были повторены в [11]), что стоячие волны очень существенно влияют спектры отражения и, в частности, на определяют их изменение при варьировании угла вблизи брэгговского максимума.

В общем случае форма спектра отражения как во временном, так и в энергетическом представлении всегда очень сложная. Для случая рентгеновского резонансного отражения вблизи краев поглощения, кроме отмеченных интерференционных эффектов, существенное влияние оказывает изменение длины волны, достаточное для заметного сдвига брэгговского максимума при варьировании энергии по исследуемому спектру. Это приводит к интерференционному усилению различных участков спектра, измеренных при разных углах окрестности брэгговского скольжения в максимума.

Сдвиг брэгговского максимума

Сдвиг брэгговского максимума при варьировании энергии по исследуемому спектру происходит не только из-за изменения длины волны, но и вследствие эффектов преломления (рис.4).



Рис.4 Изменение положения брэгговского максимума для структуры [Fe/Co]*50 с периодом 3.38 нм при варьировании энергии вблизи L_{2.3} краев поглощения Fe.

Простейшая формула для набега фазы отраженной волны на одном периоде, включающем слои с толщинами $d_1, d_2, ..., d_{1+}d_{2+}...=D$ и восприимчивостями $\chi_1, \chi_2, ...:$

$$2\varphi = 2k(d_1\sqrt{\sin^2\vartheta + \chi_1} + d_2\sqrt{\sin^2\vartheta + \chi_2} + ..)$$

$$\approx \frac{4\pi}{\lambda}(D\sin\vartheta + \frac{d_1Re\chi_1 + d_2Re\chi_2 + ...}{2\sin\vartheta}), \quad (2)$$

позволяет в принципе из энергетической зависимости положения брэгговского максимума ($2\phi = 2\pi m$, m - целое) получить энергетическую зависимость реальной части восприимчивости резонансного слоя [12], что является очень важной задачей.



Рис.5. Иллюстрация искажения брэгговского максимума из-за наличия верхнего слоя. Расчет для E=706 эВ и структуры [Fe/Co]*5.

Положение брэгговских пиков на рассчитанных кривых отражения для структур с небольшим числом периодов может значительно отличаться от определенных по формуле (2), особенно, если рассматриваемые структуры имеют верхний слой и подложку из другого материала (рис.5). Лучшее совпадение получается при сравнительно большом числе периодов, когда отражение от «нерегулярных» поверхностей раздела, искажающее форму брэгговского пика, относительно мало.

Однако, для очень большого числа периодов простейшее выражение для положения брэгговского максимума (2) также не работает. Амплитуда отражения от полубесконечной периодической среды описывается формулой [13]

$$R = \frac{r}{a + \sqrt{a^2 - r \bar{r}}}$$
(3)

где

$$a = \frac{1}{2}(1 - r\,\overline{r} + t\,\overline{t}), \qquad (4)$$

и коэффициенты r, \bar{r} , t, \bar{t} определены рекуррентными связями амплитуд поля излучения в прямом P_n и обратном A_n направлениях в каждом слое

Положение брэгговского максимума может быть вычислено приравниванием нулю производной от $|R|^2$ по углу. Эту процедуру можно провести аналитически, как это было сделано в [14], если выражения для а, г, \bar{r} , t, \bar{t} определить приближенно (в первом порядке малости по χ).

Тестирование алгоритма восстановления реальной части восприимчивости резонансного слоя по положению брэгговского максимума на основе динамической формулы (3) показало его применимость, хотя вблизи резонанса, где величина χ значительно возрастет, полного соответствия получить не удалось [16] – рис.6.



Рис.6. Спектр Re χ , взятый из [15] для расчета кривых отражения от структуры [Fe(6ML)/Co(6ML)]*50 (жирная линия), и та же функция, восстановленная по положению брэгговского максимума, вычисленного по точным формулам [7].

Эта процедура оказалась же несостоятельной для магнитной компоненты (недиагональные компоненты тензора восприимчивости), по крайней мере для углов больших скольжения. где эффект смешивания поляризаций становится существенным.

Интегральные характеристики

Спектры отражения чувствительны к профилю распределения магнитного момента резонансного атома в структуре. Однако подгонка спектров отражения представляет собой чрезвычайно сложную задачу. Существенно обрабатывать проще интегральные спектры брэгговского отражения. Расчеты показали, что, как можно было ожидать [8], спектры брэгговского отражения первого порядка и их интегральные интенсивности сильно зависят от величины магнитного момента в центральной части резонансного слоя (см. рис.7), но практически не чувствительны к величине магнитного момента резонансных атомов в интерфейсах,



Рис.7. Асимметрия по знаку круговой поляризации нормированных интегральных интенсивностей брэгговского максимума, рассчитанная для различных значений магнитного момента в средней части слоя железа μ_{c} .

Экспериментальные спектры брэгговского отражения вблизи L2.3 краев железа и кобальта измерялись для образца [Fe(6ML)/Co(6ML)]*50 на синхротроне MAX-lab в Лунде [17]. К сожалению, период структуры этого образца был очень мал (1.08нм), поэтому лпя резонансного излучения с длиной волны ~1.7 нм возможно было исследовать только брэгговский максимум первого порядка. Угол Брэгга для него был ~ 54°. Соответствие теории с экспериментом по асимметрии интегральных интенсивностей получено для увеличенного по сравнению с металлическим железом значения магнитного момента на атом в центре слоев железа до ~ 2.6 µ_B (см. рис.7). Первоначально же предполагалось, что увеличение среднего магнитного момента в этой структуре обусловлено увеличением магнитного момента железа только в интерфейсах с кобальтом.

В заключение отметим, что эффективность рентгеновской резонансной рефлектометрии в элементно-селективных и селективных по глубине исследованиях магнитных нанослоев не вызывает сомнения, однако интерпретация и обработка экспериментальных спектров представляет значительные трудности и требует дальнейшего развития теории.

Работа поддержана грантами Уппсальского университета и грантом РФФИ № 05-02-16770.

- [1] Аззам Р., Башара Н., Эллипсометрия и поляризованный свет. М.:Мир,1981. Гл.4.7.
- [2] Zak J., Moog E.R., Liu C., Bader S.D., Phys. Rev. B, 43, 6423 (1991).
- [3] Stepanov S.A., Sinha S.K., Phys. Rev. B, 61, 15302 (2000).
- [4] Барковский Л.М., Борздов Г.Н., Федоров Ф.И. Волновые операторы в оптике, Препринт № 304. Минск: Институт физики АН Белорусской ССР, 1983.
- [5] Барковский Л.М., Борздов Г.Н., Лаврукович В.И., ЖПС, **25**, 526 (1976).
- [6] http://www.esrf.fr/computing/scientific/ REFTIM/MAIN.htm.
- [7] http://solst.phys.msu.su/andreeva/index.html.
- [8] Andreeva M.A., Lindgren B., Phys. Rev. B, 72, 125422-1-22 (2005).
- [9] Séve L., Jaouen N., Tonnerre J.M. et al., Phys.Rev. B, 60, 9662 (1999).
- [10] Andreeva M.A., Lindgren B., JETP Letters 76, 704 (2002).
- [11] Rőhlsberger R., Klein N., Schlage K., Leupold O., Rüffer R., Phys. Rev. B, 69, 235412 (2004).
- [12] Sacchi M., Hague C. F., Pasquali L. et al., Phys. Rev. Lett., 81, 1521 (1998).
- [13] Kohn V.G., Phys.Stat. Sol (b) 187, 61 (1995).
- [14] Rosenbluth A.E., Lee P., Appl. Phys. Lett. 40, 466 (1982).
- [15] Kortright J.B., Kim S.-K., Phys. Rev. B, 62, 12216 (2000).
- [16] Андреева М.А., Смехова А.Г., Поверхность, №2, 83 (2006).
- [17] Andreeva M.A., Smekhova A.G., Lindgren B., Björck M., Andersson G., JMMM (2006) in press.

ЛАЗЕРНО-ЭЛЕКТРОННЫЙ ГЕНЕРАТОР РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ ДЛЯ МЕДИЦИНСКОЙ ДИАГНОСТИКИ

И.А.Артюков^{*}, Е.Г.Бессонов^{*}, <u>А.В.Виноградов^{*}</u>, М.В.Горбунков^{*}, Б.С.Ишханов, П.В.Кострюков^{**}, Ю.Я.Маслова^{*}, В.Г.Тункин^{**}, Ю.В. Шабалин^{*}, А.В.Посеряев, Ю.А.Успенский^{*}, Р.М. Фещенко^{*}, В.И. Шведунов

Институт ядерной физики МГУ, Москва, 119899 Ленинские Горы ^{*}Физический институт им. П.Н. Лебедева РАН, 119991 Москва Ленинский пр. 53 ^{**} Международный лазерный центр, МГУ, Москва, 119899 Ленинские Горы *E-mail:* vinograd@sci.lebedev.ru

Использование узкополосных рентгеновских пучков, как показали эксперименты на синхротронных источниках излучения, значительно расширяет возможности диагностики в маммографии, бронхографии, ангиографии, компьютерной томографии. Для кардинального уменьшения размеров источников целесообразно генерировать рентгеновское излучение при встречных столкновениях лазерных пучков с электронными сгустками накопительных колец или линейных ускорителей. При этом необходимая энергия электронов снижается с нескольких Гэв до нескольких десятков Мэв, а размеры источников уменьшаются с десятков метров до нескольких метров. Для практических применений средний поток рентгеновских фотонов с энергией 33 кэВ на поверхности объекта должен составлять $\Phi \approx 2*10^{14}$ сек⁻¹, время получения одного изображения 2–4 мсек, частота кадров 20–30 сек⁻¹. Эти параметры можно получить в системе (см. Таблицу 1 и Рис.1), содержащей накопительное кольцо, лазер и рециркулятор импульсов [1-3]. Рентгеновское излучение генерируется при томсоновском рассеянии на электронном банче лазерных импульсов, запасённых в циркуляторе. Назначение циркулятора - повысить эффективность использования лазерной энергии.

Таблица 1.

Параметры лазерно-электронного рентгеновского источника: E – энергия электронов, R – радиус кривизны орбиты, C – периметр орбиты, T – период обращения, N_e – полное число частиц в сгустке, J – ток, l_e – длина сгустка, f – частота повторения лазера, s_L – площадь поперечного сечения пучка в перетяжке, ε_L – энергия импульса, P_L – средняя мощность, τ_L – длительность импульса, m – число проходов импульса в рециркуляторе, ε_r – средняя энергия лазерного импульса в рециркуляторе.

Накопительное кольцо											
Ε	γ	R	С		Т	Ne		J	l_e		
36 Мэв	72	0,5 м	3 м	1	0 нсек	$1,25 \cdot 10^{10}$		0,	,1 A		1,2 см
Источник оптического излучения											
Лазер Рециркулятор									улятор		
$\hbar\omega_L$		f	S_L	\mathcal{E}_L		P_L	$ au_L$		m		Er
1 эв	250) Кгц	$3 \cdot 10^{-5} \mathrm{cm}^2$	5 мдж	50-	70 вт	<40	пс	200	0	2,5 мдж

Главным источником потерь энергии электронов в накопительном кольце является когерентное синхротронное излучение [4]. Поэтому энергетические затраты в накопителе будут определяться высокочастотной мощностью, идущей на создание ускоряющего поля ВЧ резонатора. Расчеты показывают, что с учетом кпд клистрона и источника питания, полное потребление мощности накопителем от сети составит 20-40 кВт. При использовании современных твердотельных лазеров с диодной накачкой полное потребление мощности источником оптического излучения оказывается более чем на порядок меньшим мощности, подводимой к ВЧрезонатору. В случае активных сред Nd:YAG или Yb:YAG к.п.д. от розетки может достигать десятков процентов при средней мощности излучения в сотни Вт и длительности импульсов несколько псек. Значительное снижение потребления мощности оптическим источником может быть достигнуто за счёт перехода от квазинепрерывного режима генерации последовательности ультракоротких импульсов к генерации цугов импульсов длительностью соответствующей времени получения одного рентгеновского изображения: 2-4 мсек, при частоте повторения равной частоте кадров 20–30 Гц. Таким образом, мощность необходимая для питания оптической части лазерно-электронного источника рентгеновского излучения, не будет превосходить 2-3 квт.

В итоге для генерации ~ 1 вт рентгеновского излучения с энергией квантов $\hbar\omega$ =33 кэв достаточно иметь лазерно-электронный генератор рентгеновского излучения электрической мощностью 25–45 квт. Отметим, что по к.п.д. лазерно-электронный источник превосходит рентгеновские трубки. В частности, медицинские рентгеновские трубки, используемые в ангиографии, имеют большую электрическую мощность: 100–200 кВт [5]. В случае решения физических и технических проблем, связанных с созданием компактных лазерно-электронных рентгеновских генераторов это, несомненно, будет способствовать их широкому распространению.



Рис. 1. Схема лазерно-электронного рентгеновского источника: 1 - инжектор, 2 - накопительное кольцо, 3 - лазер, 4 – оптический циркулятор, 5 – поглотитель лазерного пучка.

[1] Е.Г. Бессонов, А.В. Виноградов, М.В. Горбунков, А.Г. Турьянский, Р.М. Фещен-ко, Ю.В.Шабалин // УФН. 2003. Т.173. С.899-903.

[2] Е.Г.Бессонов, А.В.Виноградов, А.Г.Турьянский // ПТЭ. 2002. №5. С.142-148.

[3] E.G. Bessonov, R.M. Feshechnko, M.V. Gorbunkov, V.I. Svedunov and A.V. Vinogradov, Thompson electron X-ray source for medical applications // Proceedings of 28th European Conference on Laser Interaction with Matter (XXVIII ECLIM), Roma Italy 6-12 September 2004, pp.707-713.

[4] E.G.Bessonov, R.M.Feshchenko, V.I.Shvedunov // Los Alamos Nat. Lab. http://xxx.lanl.gov/abs/physics/0404141.

[5] Н.Н.Блинов (ред.) // "Основы рентгенодиагностической техники", Москва, Медицина, 2002.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ОБЕДНЕННОГО УРАНА В ОПТИКЕ МЯГКОГО РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

И.А. Артюков¹, А.В. Виноградов¹, Д.А. Вихляев³, Д.Л. Воронов⁴, В.В. Кондратенко⁴, А.В. Липин³, В.И. Осташев³, В.А. Пронин³, С.А. Сагитов¹, А.Л. Удовский², Ю.А. Успенский¹, <u>Р.М. Фещенко¹</u>

1) Физический институт им. П.Н. Лебедева РАН, 119991 Лениский проспект 53, Москва, Россия

2) Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова, 119991 Лениский проспект 49,

Москва, Россия

 Российский Федеральный ядерный центр – Всероссийский научно-исследовательский институт технической физики им. Е.И. Забабахина (РФЯЦ – ВНИИТФ), 456770 ул. Васильева д.13, Снежинск, Россия

 Харьковский политехнический институт, 310002 ул. Фрунзе 21, Харьков, Украина e-mail: rusl@sci.lebedev.ru

Использование обеднённого урана (ОУ) и его соединений может значительно увеличить коэффициент отражения, как рентгеновских зеркал скользящего падения, так и многослойных рентгеновских зеркал нормального падения предназначенных для диапазона 3-6 нм. Это является следствием уникальных оптических констант урана (одновременно высокой оптической плотности и малого поглощения) в этом диапазоне длин волн [1]. В результате зеркала скользящего падения с покрытиями из ОУ имеет коэффициент отражения 50 % при угле скольжения 10°. По сравнению с зеркалами, основанными на 3d-металлах, пиковый коэффициент отражения многослойных рентгеновских зеркал на основе ОУ увеличивается в 1,3 раза, а интегральный по спектру или по углу падения коэффициент отражения в 2-3 раза. Однако высокая химическая активность чистого урана затрудняет его практическое использование и требует использования

его химических соединений. Как было показано в [1] многие основанные на ОУ соединения находятся в термодинамическом равновесии с углеродом, что должно облегчить создания высококачественных многослойных покрытий. Для оценки перспектив использования урана в реальной рентгеновской оптике были напылены несколько тонких пленок урана с защитным покрытием из углерода и без него. Результаты этой работы показывают, что чистый уран быстро окисляется в воздухе даже при наличии защитного покрытия [2]. В представленном докладе сообщается о новых результатах по напылению ОУ и его сплава с никелем. Также обсуждаются перспективы дальнейшего развития оптики на основе ОУ и его соединений. Работа была выполнена при поддержке Международного Научно Технологического Центра (МНТЦ), проект № 2297.

- [1] I.A. Artioukov, R.M. Fechtchenko, A.L. Udovskii, Y.A. Uspenskii, A.V. Vinogradov, "Soft X-ray multilayer mirrors based on depleted uranium", NIM A **517** 1-3, 372-377 (2004).
- [2] I.A.Artiukov, R.M.Feshchenko, V.V.Kondratenko, A.V.Lipin, V.I.Ostashev, V.A.Pronin, S.I.Sagitov, Yu.A.Uspenskii, D.A.Vikhlyaev, A.V.Vinogradov, D.L.Voronov, Soft x-ray optics based on depleted uranium, Известия вузов (Физика) (на английском языке, в печати), Международная конференция по вакуумной ультрафиолетовой спектроскопии и взаимодействию излучения с веществом VUVS2005, Иркутск 18-22 июля 2005 г.

МЕТОДЫ МИКРОСКОПИИ И МИКРОТОМОГРАФИИ НА ДЛИНАХ ВОЛН РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ 0,5 - 2,5 А

<u>В.Е. Асадчиков</u>, А.В. Бузмаков, Р.А. Сенин

Институт кристаллографии имени А.В.Шубникова РАН, 117333 Москва, Ленинский просп., д.59

E-mail: asad@ns.crys.ras.ru

При проведении структурных исследований биологических объектов разного уровня сложности возникает вопрос о повышении разрешения чувствительности и метода исследований. В случае использования для этой цели рентгеновского излучения наиболее естественной возможностью является применение томографов. медицинских Эти томографы обеспечивают поле зрения на уровне десятков сантиметров и разрешение до 0.5 мм. Их чувствительность, однако, невелика, И определяется длиной волны излучения (менее 0.2 А). Единственной возможностью повышения чувствительности (при использовании абсорбционного контраста) является увеличение Сопоставление длины волны. поглощения компонентов биологических тканей в зависимости от длины волны излучения выполненное авторами с использованием .[1,2] приведено в табл.1

Табл. 1 Характерные длины поглощения рентгеновского излучения различной энергии для компонентов биологических тканей и воды

	D	F	Б		Оксалат
	Вода	I люкоза	ьелок	Липиды	кальция
Е(Эв)	L(мм)	L(мм)	L(мм)	L(мм)	L(мм)
5000	0,234	0,194	0,233	0,500	0,029
5500	0,313	0,260	0,311	0,670	0,038
6500	0,522	0,435	0,516	1,123	0,059
7000	0,655	0,547	0,647	1,413	0,073
8000	0,989	0,826	0,972	2,135	0,106
17500	10,162	8,246	9,406	18,924	0,983
22000	17,753	13,876	15,821	28,805	1,896
30000	30,904	22,623	26,036	40,752	4,505

Из таблицы видно, что соотношение характерных длин поглощения L=1/µ (где µ линейный коэффициент поглощения) увеличивается с увеличением длины волны. Однако при этом и сами коэффициенты поглощения растут, что, безусловно, затрудняет регистрацию прошедшего излучения. С учетом динамического диапазона и скорости счета современных детекторов належно зарегистрировать прошедшее через исследуемый объект излучение можно суммарное поглощение в нем не превышает 10³. Поскольку практически все биологические объекты содержат большое количество воды, логично оценить при какой толщине слоя воды достигается названное значение поглощения на разных длинах волн (рис. 1), что фактически позволит определить линейные размеры исследуемых объектов. Мы видим, что эти размеры изменяются от 2 мм при использовании излучения CrK_a до 10 см при использовании излучения AgK_a. Пространственное разрешение в таких исследованиях будет определяться свойствами применяемого детектора и реально может изменяться от 0,1 мм при размере объекта до 10 см, до 10 мкм при размере объекта до 1 см. В случае, если необходимо получение более высокого разрешения, необходимо воспользоваться увеличивающими рентгенооптическими элементами.

В настоящей работе проанализированы возможности использования двух типов таких элементов на лабораторных рентгеновских Это многоэлементная источниках. (пузырьковая) преломляющая линза и асимметрично отражающие монокристаллы. При помощи рентгеновской линзы получены увеличенные изображения тест-объектов с увеличением x1, x3 и x13 на длине волны λ=0,229 нм (линия CrKa). Во втором случае нами обоснована возможность получения объектов увеличенных изображений на лабораторном рентгеновском источнике с микронным разрешением. Получено изображение ряда объектов с увеличением ~20. зарегистрировать Удалось увеличенные изображения отверстий в ударных трековых мембранах с минимальным диаметром порядка 20 мкм [3].

Во многих случаях требуется получить трехмерную модель объекта, описывающую распределение плотности (или рентгенооптической плотности) внутри исследуемого образца. Это возможно, если воспользоваться техникой компьютерной томографии.

В работе развита методика проведения рентгеновских томографических экспериментов в диапазоне длин волн 0.7-2.2 Е. Показана возможность использования для этих целей рентгеновских дифрактометров с позиционночувствительными детекторами.



Рис. 1. К определению предельных размеров исследуемых объектов.

Спроектирован и изготовлен образец лабораторного микротомографа, используя который, стало возможным получить разрешение порядка 10-20 мкм при поле зрения около 10 мм.

Проведён детальный анализ точности и метода дисперсии свёртки обратного проецирования. Выполнен анализ влияния шумов эксперимента на результаты томографических исследований. Полученные зависимости показывают, что использование 72 угловых проекций, при 250 информативных каналах детектора, достаточно для того, чтобы получить рентгенооптической правильное значение плотности с точностью порядка 5%.

Методами рентгеновской томографии исследована пространственная структура двух биообъектов разной природы с разрешением не ниже 0,2 мм, что превосходит разрешение современных медицинских томографов. Восстановлено внутреннее строение амфибии Salamandrella keyserlingii. Получены реконструкции эпифизов мозга человека в норме, при поражении болезнью Альцгеймера и при шизофрении. Впервые обнаружен факт значительного уменьшения содержания солей кальция и отсутствие связности областей кальцификации при наличии патологии.

Впервые выполнены на основании рентгеновских экспериментов реконструкции трехмерной структуры костей рептилий геккона Pachydactylus bibroni, с характерным размером деталей порядка 10 мкм. Выявлены все характерные особенности строения большой берцовой кости этого животного (рис. 2). Результаты рентгенотомографических И гистологических исследований позволяют отсутствии слелать заключение об декальцификации данных костей этих рептилий при пребывании в невесомости.

117



Рис 2 Характерные особенности строения костей геккона Pachydactylus bibroni. Одно деление координатной сетки соответствует 10 мкм. Крупными цифрами обозначен номер сечения.

 B.L.Henke, E.M.Gullikson, J.C.Davis, Atomic Data tables, 54, (1993), p.181 + Электронная версия уточненных оптических констант (1997).
 P.J.Duke, Synchrotron radiation applied to the microscopical examination of solid state and biological materials. Journal of Microscopy, 138, (1985), pp.285-292.

[3] Андреев А.В., Асадчиков В.Е., Мчедлишвили Б. В., Пономарев Ю.В., Постнов А.А., Сенин Р.А., Цыганова Т.В. «Рентгеновская микроскопия с использованием асимметричного отражения от монокристалла». Письма в ЖЭТФ. 2001, т.73, вып.4, сс.205 - 209

РЕНТГЕНОТОПОГРАФИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ МИКРОСЕГРЕГАЦИИ В КРИСТАЛЛАХ

И.Ж. Безбах¹, Б.Г. Захаров¹, И.А. Прохоров¹, И.Л. Шульпина²

¹НИЦ "Космическое материаловедение" Института кристаллографии РАН,

248640, Калуга, ул. Академическая, 8, НИЦ КМ ИК РАН

² Физико-технический институт имени А.Ф. Иоффе РАН,

194021, Санкт-Петербург, Политехническая ул., 26, ФТИ им. А.Ф. Иоффе РАН

zakharov@kaluga.rosmail.com

Флуктуации скорости роста кристаллов вызывают соответствующие изменения эффективного коэффициента распределения и приводят к формированию микронеоднородностей в распределении примеси в виде полос роста. Такие концентрационные неоднородности отражают особенности тепломассопереноса вблизи фронта кристаллизации и являются в настоящее время основным источником информации как об особенностях процесса кристаллизации, так и о возмущающих эффектах различных внешних факторов [1]. Поэтому получение количественной информации об амплитуде и пространственных характеристиках флуктуации состава важно не только для разработки эффективных методов повышения однородности кристаллов, но и при анализе сложных процессов кристаллизации, в частности, в условиях микрогравитации на борту космических аппаратов. Модулированные профили распределения примеси вызывают соответствующие изменения периода кристаллической решетки, которые могут быть зарегистрированы рентгенотопографически.

Рентгенотопографические методы обладают высокой чувствительностью и пространственным разрешением, что позволяет получать комплексную информацию о взаимосвязи структурных и концентрационных неоднородностей в кристаллах. При этом использование плосковолновой рентгеновской топографии позволяет в ряде случаев проводить количественные оценки деформации кристаллической решетки и амплитуды вариации состава кристаллов [2].

В настоящей работе представлены результаты использования методов рентгеновской топографии и цифровой обработки изображений для изучения концентрационных микронеоднородностей в кристаллах. Предложены методы оптимизации условий рентгенотопографического выявления полос роста для получения количественной информации об амплитуде и пространственных характеристиках флуктуации состава.

Применение метода аномального прохождения рентгеновских лучей для изучения микросегрегации в кристаллах. В качестве примера рассмотрим использование метода аномального прохождения рентгеновских лучей для характеризации микросегрегации кремния в монокристалле GaSb(Si). Кристалл был выращен методом Чохральского в направлении <111> и легирован кремнием до концентрации $C_{\rm Si} \sim 2.10^{19} \, {\rm cm}^{-3}$. Образцы для исследования представляли собой продольные по плоскости (110) срезы кристалла толщиной ~450 мкм ($\mu t = 11$ в МоК_α излучении, где μ – линейный коэффициент поглощения, а *t* – толщина образца). Предполагается, что включения второй фазы, выявляемые методами рентгеновской топографии во всем объеме исследуемого кристалла, являются следствием высокой концентрации кремния и свидетельствуют о том, что твердый раствор Si в GaSb находится в пересыщенном состоянии. В условиях нестационарного роста при выращивании методом Чохральского это привело к формированию интенсивных примесных полос роста даже в условиях близости равновесного коэффициента распределения Si в GaSb к единице.

На Рис. 1 показана типичная картина, которая получается при визуализации полос роста с использованием метода аномального прохождения рентгеновских лучей. Видно, что характер изображения полос роста существенно зависит от угла между вектором дифракции g и нормалью **n** к изоконцентрационной поверхности. Направление вектора n близко к направлению роста кристалла и определяет направление максимального изменения межплоскостного расстояния кристаллической решетки при вариации состава. Исходя из особенностей деформации кристаллической решетки в таких слоисто неоднородных кристаллических структурах [3], контраст изображения полос роста должен усиливаться, когда g параллелен n, и должен практически отсутствовать при (gn) = 0, что и наблюдается на Рис. 1.

Если представить данные изображения функциональными зависимостями, то получаются распределения, которые характеризуются амплитудой изменения яркости изображения полос роста и квазипериодическими пространственными характеристиками изменения сигнала. Выделение полезного сигнала, сформированного полосами роста (Рис. 1в,г) посредством вычитания из полученных распределений сглаженной кривой распределения интенсивности (что позволяет убрать несущественные детали изображения) и спектральный анализ полученных распределений позволяет получить некоторые количественные характеристики изображения полос роста. В частности, из Рис. 1в,г следует, что интенсивность изображения полос роста в симметричном



Рис. 1. Зависимость контраста изображения полос роста в монокристалле GaSb(Si) от ориентации вектора дифракции **g**, продольный (110) срез кристалла, область I. Рентгеновские топограммы (a, б), метод аномального прохождения рентгеновских лучей, МоК_{α} излучение; a – отражение $02\overline{2}$, ($\mathbf{g}\mathbf{n}$) = 0, б – отражение $\overline{2}20$, ($\mathbf{g}\mathbf{n}$) $\neq 0$ и соответствующие распределения полезного сигнала (в, г) по длине кристалла



Рис. 2. Зависимость контраста изображения полос роста в монокристалле GaSb(Si) от ориентации вектора дифракции **g**, продольный (110) срез кристалла, область II. Рентгеновские топограммы (a, б), метод аномального прохождения рентгеновских лучей, MoK_{α} излучение; a – отражение $02\overline{2}$, $(\mathbf{\bar{g}n}) = 0$, б – отражение $\overline{2}20$, $(\mathbf{\bar{g}n}) \neq 0$ и соответствующие распределения полезного сигнала (в, г) по длине кристалла

отражении $\overline{2}20$ примерно на порядок превышает интенсивность изображения полос в отражении $02\overline{2}$ ((**gn**) = 0), находящуюся, практически, на уровне фона. Частотный спектр полученных распределений достаточно сложный, что свидетельствует о действии нескольких механизмов формирования концентрационных микронеоднородностей. Периодичность наиболее высокочастотных вариаций интенсивности составляет ~43 мкм.

Аналогичные исследования области II кристалла (Рис. 2), отстоящей от области I на расстоянии ~1 см вдоль оси роста, показали отсутствие явно выраженной зависимости контраста изображения полос роста от направления вектора дифракции. В этом случае, хорошая "выявляемость" полос роста при съемке в асимметричном отражении $02\overline{2}$ ((gn)=0) может свидетельствовать о том, что состояние примеси в кристалле не отвечает идеальному твердому раствору замещения. Характер изменения интенсивности изображения полос роста по длине кристалла коррелирует с распределением концентрации носителей заряда: в области I, где полосы роста в отражении $02\overline{2}$ не выявляются, концентрация носителей заряда измеренная методом Холла примерно на 20% выше, чем в области II. Такая зависимость может быть связана с распадом пересыщенного твердого раствора Si в GaSb при вариации состава в полосах роста и переходе части кремния в электрически неактивное состояние.

Из-за сложности процессов формирования изображения дефектов при использовании однокристальных топографических методов в настоящее время невозможно установить прямую количественную связь контраста изображения полос роста с концентрацией примеси. Тем не менее, полученные результаты дают определенное представление о характере распределения и структурном состоянии примеси в кристалле.

Применение двухкристальной рентгеновской топографии для характеризации микросегрегации в кристаллах. Одним из наиболее эффективных методов изучения микросегрегации в кристаллах является двухкристальная плосковолновая рентгеновская топография. Это связано с ее высокой чувствительностью к малым (~10⁻⁷) деформациям кристаллической решетки и, как следствие, к незначительным вариациям состава кристаллов. Рентгенотопографический контраст, обусловленный деформацией кристаллической решетки, может усиливаться или подавляться в зависимости от величины локальных дисторсий, коэффициента поглощения, параметров падающего пучка, полуширины кривой качания и т.п. Для объяснения некоторых особенностей изображения полос роста на двухкристальных рентгеновских топограммах следует учитывать особенности деформации таких слоисто неоднородных кристаллов [3]. В результате деформации кристаллической решетки угловое расстояние $\Delta \omega$ между брэгговскими отражениями от областей кристалла разного состава определяется как величиной изменения брэгговского угла $\Delta \theta$, так и изменением наклона $\Delta \phi$ отражающих плоскостей к поверхности образца. Малое изменение состава в полосах роста приводит к незначительным смещениям углового положения кривых отражения, соответствующих различным полосам, что при малых (несколько десятков микрометров) ширине полос и величине их периодичности не позволяет проводить их прямые дифрактометрические исследования. Однако методами плосковолновой рентгеновской топографии такой анализ может быть проведен. При этом возможны два расположения образца относительно падающего пучка при проведении таких исследований. Одно с углом падения излучения на образец $\omega_A = \theta + \varphi$, а другое с $\omega_{\rm B} = \theta - \varphi$, где θ – угол Брэгга, а φ – угол наклона отражающих плоскостей относительно поверхности образца [4]. Использование геометрии $\omega_{\rm B}$ позволяет существенно увеличить размер исследуемой области кристалла за счет расширения отраженного пучка.

Однако естественно предположить, что контраст изображения полос роста будет максимален при максимальном различии углов дифракции $\Delta \omega$ от областей кристалла разного состава. Тогда, при исследовании продольных срезов кристалла для повышения чувствительности предпочтительно использование геометрии ω_{A} , в которой угловое расстояние $\Delta \omega_{\rm A} = \Delta \theta + \Delta \phi$ будет максимальным за счет положительного (в этом случае) вклада $\Delta \varphi$, обусловленного различием в наклонах отражающих плоскостей относительно поверхности образца. Причем уменьшение полуширины кривой качания при использовании этой геометрии по сравнению с симметричным (и тем более $\omega_{\rm B}$) случаем должно привести к дополнительному усилению контраста изображения полос роста. Поскольку в рассматриваемом случае при использовании отражений с векторами дифракции g, лежащими в плоскости, перпендикулярной полосам роста, угол φ является дополнительным по отношению к углу φ в обозначениях работы [4], посвященной анализу особенностей деформации эпитаксиальных пленок, то по аналогии с [4] можно записать следующие выражения для относительного изменения межплоскостного расстояния $\Delta d/d$ и наклона $\Delta \varphi$ отражающих плоскостей при изменении состава кристалла:

$$\Delta d/d = \left(\Delta d/d\right)_{\perp} \cdot \sin^2 \varphi, \tag{1}$$

$$\Delta \varphi = \left(\Delta d/d \right)_{\perp} \cdot \cos \varphi \cdot \sin \varphi, \tag{2}$$

где $(\Delta d/d)_{\perp}$ – относительное изменение межплоскостного расстояния в направлении **n** (нормаль к изоконцентрационной поверхности), однозначно определяемое упругими константами и изменением



Рис. 3. Двухкристальные топограммы монокристалла InAs(Sn), продольный (110) срез кристалла, CuK_{α 1} излучение: a – 511 отражение, $\omega_{\rm B}$ геометрия, ($\vec{g}\vec{n}$) \neq 0; б – симметричное 440 отражение, ($\vec{g}\vec{n}$) = 0.

состава (периода решетки) кристалла [3]. Уравнение (1) объясняет наблюдаемое экспериментально существенное ослабление (иногда отсутствие) контраста изображения полос роста при использовании симметричных ($\phi = 0$) съемок продольных срезов кристаллов (Рис. 3). А из уравнения (2) следует, что значение угла φ , соответствующее оптимальным условиям выявления полос роста при использовании геометрии $\omega_{\rm A}$ ($\Delta \varphi$ имеет максимальное значение), составляет $\varphi = \pi/4$. Однако сам факт возникновения даже слабого контраста в симметричном случае свидетельствует о более сложных механизмах формирования изображений, и, в частности, о существенном влиянии приповерхностной релаксации напряжений. Следует отметить, что характер деформации в слоисто неоднородных объемных кристаллах значительно сложнее, чем в эпитаксиальных структурах. Это связано с тем, что полосы роста повторяют форму фронта кристаллизации и не являются плоскими, соответствующими определенным плоскостям решетки. Поэтому возможно (и часто наблюдается) возникновение значительных градиентов состава в поперечных сечениях кристаллов, что требует отдельного рассмотрения их влияния на изображение полос роста.

Заключение. Представленные результаты показывают, что рентгеновская топография является мощным средством исследования микросегрегации в кристаллах. Использование комплекса рентгенотопографических методов в сочетании с цифровой обработкой изображений позволяет получать детальную информацию о взаимосвязи концентрационных и структурных неоднородностей в кристаллах, проводить оценки амплитуды и пространственных характеристик вариации состава в кристаллах. Особенно перспективно использование двухкристальной плосковолновой топографии, обладающей высокой чувствительностью к малым деформациям кристаллической решетки и обеспечивающей возможность получения количественной информации о микрораспределении примеси в практически важных монокристаллических материалах современной опто- и микроэлектроники.

[1] Prokhorov I.A., Shul'pina I.L., Strelov V.I., Zakharov B.G., Ratnikov V.V., Phys. stat. sol. (c), **2**, 1902–1906 (2005).

[2] Волошин А.Э., Смольский И.Л., Кристаллография, **38**, 12 (1993).

[3] Hornstra J., Bartels W.J., J. Cryst. Growth, 44, 513–517 (1978).

[4] Bartels W.J., Nijmam W., J. Cryst. Growth, 44, 518–525 (1978).

Атомарная структура аморфного кремния и германия вблизи границы с кристаллом кремния

<u>Н.И.Боргардт</u>¹, М. Зайбт², К. Тиль²

¹ Московский государственный институт электронной техники (технический университет), 124498, проезд 4806, д. 5, Москва, Зеленоград, Россия ² 4-й Физический институт Геттингенского университета, Геттинген, ФРГ

e-mail: <u>lemi@lemi.miee.ru</u>

Исследование атомарной структуры границ между кристаллическим и аморфным материалами с ковалентным межатомными связями, позволяет выявить закономерности трансформации дальнего порядка кристалла в ближний порядок аморфного вещества. Интерес к таким исследованиям обусловлен важной ролью этих границ в различных физических и технологических процессах.

Для анализа атомарной структуры аморфного материала вблизи границы с кристаллом может быть использована высокоразрешающая электронная микроскопия. В [1] был развит метод идентификации ближнего порядка в приграничном аморфном слое. Он включает усреднение вдоль границы ее высокоразрешающих изображений, их последующее моделирование с использованием модели атомарной структуры и сравнение результатов расчета с экспериментом. Метод позволяет находить двумерную функцию распределения атомов аморфного материала, которая является проекцией трехмерной атомной плотности вдоль направления распространения электронного луча.

Применение указанного метода для исследования атомарного строения аморфного германия вблизи границы с кристаллом кремния было выполнено в [2]. В докладе представляется использование этого метода для анализа структуры аморфного кремния вблизи границы с кристаллической кремниевой подложкой и проводится сравнение двумерных функций распределения аморфного кремния и германия между собой.

Слой аморфного кремния формировался на специальным образом подготовленной атомарно гладкой (111) кремниевой подолжке при комнатной температуре. Образцы поперечного сечения исследовались на электронном микроскопе Philips CM200 при ускоряющем напряжении 200 кВ. Серия из 20 высокоразрешающих микрофотографий, полученных при различных дефокусировках объективной линзы, записывалась системой Gatan SSC-CCD.

Моделирование усредненных изображений выполнялось на основе модели, описанной в [2]. В ее рамках трехмерная плотность атомов аморфного слоя в приграничной с кристаллом области определяется с учетом ориентирующего влияния атомов кремниевой подложки и направленного характера ковалентных связей. Исходя из этой плотности вычислялась двумерная функция распределения. Модель имела 8 параметров, значения которых варьировались в процессе итеративного моделирования изображений и сопоставления результатов расчета с экспериментом.



Рис. 1 Двумерная функция распределения атомов в аморфном кремнии (а) и германии (б). Положение граничных атомов кристалла кремния показано символом (х).

На рис. 1а представлена двумерная функция распределения атомов аморфного слоя кремния вблизи границы с кристаллом. Для сравнения аналогичная ей функция распределения атомов аморфного германия приведена на рис. 1б. Из рисунков, что как в аморфном кремнии, так и германии атомные позиции вблизи кристалла определяются ориентирующим влиянием атомов подложки, которое уменьшается по мере удаления от кристалла и становится практически незаметными на расстоянии, превышающем 1,5 нм. Непосредственно вблизи границы позиции атомов в аморфном кремнии являются более упорядоченными, чем аморфном германии. Это обусловлено тем, что длины межатомных связей в аморфном германии и кристаллическом кремнии заметно отличаются друг от друга. Различия в длинах этих связей компенсируется тетрагональными искажениями их средней ориентации в аморфном германии.

 N.I. Borgardt, B. Plikat, M.Seibt, W. Schroter Ultramicroscopy, 90, 241 (2002).
 N.I. Borgardt, B. Plikat, M.Seibt, W. Schroter Phys. Rev B, 70, 071439 (2004).

ПРЕЦИЗИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОСТАВА СОЕДИНЕНИЙ С ПОМОЩЬЮ СЛУЧАЙНОЙ И КОМПЛАНАРНОЙ МНОГОВОЛНОВЫХ ДИФРАКЦИЙ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ

М.Д. Борча, И.М. Фодчук, Я.Д. Гарабажив Черновицкий национальный университет им. Ю.Федьковича 58012, ул. Коцюбинского, 2, Черновцы, Украина

ifodchuk@chv.ukrpack.net

В настоящее время существует большое количество методов определения параметров решетки кристаллических материалов, а также способов и методов, позволяющих повысить точность их определения [1-4]. Метод многоволновой дифрактометрии [5-6] не уступает ни одному из наиболее точных двухволновых методов измерения периодов решетки, в частности, методу Бонда [7]. Периоды решетки монокристаллов определяются при известной длине волны рентгеновских лучей из экспериментально измеренных угловых расстояний между определенными максимумами многоволновой дифракции на фоне интенсивности двухволнового базисного отражения [8-15]. Данный метод имеет "внутренний" критерий точности юстировки образца, поскольку юстировка производится при азимутальном повороте монокристалла вокруг вектора первичного (базисного) отражения. Соответствующая погрешность, как правило, не превышает 1÷3 угл. сек., а прецессия вектора дифракции на эту величину не влияет на результаты определения периодов решетки с точностью до ∆а/а≈10⁻⁷. Очевидно, что данный метод - один из наиболее эффективных для определения деформаций решетки и построения тензора деформаций.

Для пары максимумов многоволновой дифракции угловое расстояние между ними определяется разницей их азимутальных положений [9]:

$$\varphi_{ij} = \pm \beta_{j} - (\pm \beta_{i}) - \Delta \widetilde{\varphi}_{ij}, \qquad (1)$$

где β_i и β_j – половина углового расстояния между максимумами входа и выхода узлов *i* и *j*, соответственно, на сферу Эвальда; $\Delta \tilde{\varphi}_{ij}$ – разница азимутальных координат узлов *i* и *j*:

$$\Delta \widetilde{\varphi}_{ij} = \operatorname{sign}[\vec{H}\vec{H}_i\vec{H}_j]\operatorname{arccos}\left[(\vec{H} \times \vec{H}_i) [\vec{H} \times \vec{H}_j] \right] \\ \left[\vec{H} \times \vec{H}_i \right] \cdot \left[\vec{H} \times \vec{H}_j \right]$$
(2)

где \vec{H} , \vec{H}_i , \vec{H}_j - вектора дифракции многоволновой конфигурации.

В случае близко расположенных многоволновых максимумов интенсивности, изменяя период решетки образца или выбирая определенную длину волны, можно добиться их наложения, т.е. выполнения условия $\varphi_{ij} = 0$ и, соответственно, уменьшения погрешности определения периода решетки *а* (почти на порядок) [9-10].

В данной работе, используя случайную и компланарную многоволновые дифракции при определении абсолютных значений периодов решетки для соединений $Cd_xHg_{1-x}Te$ и $Si_{1-x}Ge_x$, показана возможность существенного повышения точности определения состава соединения. Реализуются эти дифракции в результате сближения и наложения разноименных трехволновых (случайная) и одноименных четырехволновых (компланарная) максимумов интенсивности. В зависимости от степени совершенства кристалла, погрешность измерения периодов решетки составляет $\Delta a \cong 10^{-4} \div 10^{-6}$ Å. Моделирование многоволновых отражений при дифракции по Реннингеру проведено на основании полукинематической теории рассеяния рентеновских лучей [14-15].

Компланарная многоволновая дифракция.

Компланарная многоволновая дифракция возникает, когда узлы обратной решетки (N≥3), лежащие на сфере Эвальда, принадлежат одной плоскости, причем точка Лоренца также принадлежит этой плоскости. Условие многоволновой комланарной дифракции:

$$\lambda_k = \frac{2|H \times H_i|}{|\vec{H}_i||\vec{H}_{ci}|}, \ \vec{H}_{ci} = \vec{H}_i - \vec{H}.$$
 (3)

Для реализации компланарной многоволновой дифракции в кристаллах теллурида кадмия выбраны близкорасположенные структурно эквивалентные четырехволновые дифракции (600,133,713), соответствующие входу и выходу узлов обратной решетки на сферу Эвальда.

На рис.1. и рис.2 представлены рассчитаные участки многоволновых дифрактограм при азимутальном сканировании кристалла вокруг вектора дифракции первичного отражения для соединений $Cd_xHg_{1-x}Te$. В отмеченных областях для разных значений x заметно изменяются местоположения (600,133,713) максимумов интенсивности. Более подробная картина приведена на рис.3, где наблюдаются аномально широкие максимумы квазикомпланарной (600,133,733) дифракции, пересекающиеся с более узкими отражениями четырехволновых (600,133,713) и (600,131,731) дифракций. Уровни двухволнового фона расположены в соответствии со значением параметра a/λ .

Для данного случая соотношение (3) принимает вид

$$a_k = \frac{\lambda}{n} \cdot R'_k \,, \tag{4}$$

где $R'_{k} = 4.2048237$ - нормированный на период решетки радиус сферы Эвальда.



Рис.1. Участок рассчитанной дифрактограммы для кристалла $Cd_{0.96}Hg_{0.04}$ Те при T=20 °C (*a*=6.4814 Å). Базисное отражение (600), $CuK_{\alpha 1}$ - излучение.



Рис.2. То же для кристалла Cd_{0.79}Hg_{0.21}Te при T=20 °C (*a*=6. 47802 Å). Базисное отражение (600), C*uK*_{α1} - излучение.



Рис.3. Динамика изменения угловых положений четырехволновых (600, $\overline{1}$ 33,733) отражений, соответствующих входу и выходу узла обратной решетки на сферу Эвальда, при реализации компланарной многоволновой дифракции в случае изменения х в Cd_{1-x}Hg_xTe. Базисное отражение (600), CuK_{α 1} - излучение.



Из соотношения (4) при λ =1.540562 Å и *n*=0.999986 условие компланарной многоволновой дифракции выполняется при $a_k = 6.477882$ Å.

Не сложно показать, что в случае линейной зависимости периода решетки от состава (правило Вегарда) значение *x*=0.21317.

Случайная многоволновая дифракция.

Случайная многоволновая дифракция имеет место при условии, что N узлов обратной решетки (N≥4), лежащие на сфере Эвальда, не принадлежат одной плоскости [6]. Длина волны λ_c , при которой она реализуется, не зависит от угловых параметров, т.е.:

$$\frac{1}{\lambda_c} = \frac{|H|}{2} \sqrt{\frac{([\vec{H} \times \vec{H}_i](\vec{H}_j, \vec{H}_{ci}) - [\vec{H} \times \vec{H}_j](\vec{H}_i, \vec{H}_{ci}))^2}{([\vec{H} \times \vec{H}_i] \times [\vec{H} \times \vec{H}_j])^2} + 1.$$
 (5)

Для оединений Si_xGe_{1-x} yf lbahfmjuhfvvt выбраны близкорасположенные трехволновые дифракции (222, $\overline{1}$ 11/311) и (222, $\overline{1}$ 31/151) Со $K_{\alpha 1}$ излучения (рис.4). Сближение и совпадение этих максимумов интенсивности происходило вследствие изменения периода *a* (или х). При *x*=0.00367 трехволновые дифракции совпадают, образуя случайную четырехволновую (222, $\overline{1}$ 11, $\overline{1}$ 31) дифракцию (рис.4).



Рис.5. Зависимость углового расстояния φ между одноименными (600, $\overline{1}$ 33,733) максимумами от значения *а* соединения Cd_{1-x}Hg_xTe. Пунктирная линия – линейная аппроксимация

Рис.4. Изменение угловых положений $(222,\overline{1}11)$ и $(222,\overline{1}\overline{3}1)$ трехволновых отражений при реализации случайной многоволновой $(222,\overline{1}11,\overline{3}1)$ дифракции в

зависимости от *x* в соединении $Si_{1-x}Ge_x$. Базисное отражение (222), $CoK_{\alpha,1}$ -излучение.

Из соотношения (5) или $an/\lambda_c = 1/8\sqrt{590}$ при $\lambda_c = 1.78890$ Å и n=0.999989 получаем, что $a_c = 5.431588 \pm 5 \cdot 10^{-6}$ Å.

Отметим высокую чувствительность многоволновой дифракции к изменению периода решетки. Из рис.5 следует, что в среднем чувствительность изменения межпикового расстояния к изменению периода решетки составляет $\Delta \phi / \Delta a \approx 7.2$ угл.сек/10⁻⁶ Å, а в области компланарной или случайной дифракции – $\Delta \phi / \Delta a \approx 13.3$ угл.сек/10⁻⁶ Å.

Таким образом, для случайной и компланарной многоволновым дифракций характерна высокая чувствительность к изменению параметров решетки кристаллов, а также прецизионность - $\Delta a/a \sim 5 \cdot 10^{-7}$. Всегда можно подобрать длину волны с таким расчетом, чтобы при определенном соотношении компонент соединения выполнялось условие случайной или компланарной многоволновой дифракции.

- Härtwig J., Bak-Misiuk J., Berger H., Brühl H.-G., Okada Y., Grosswig S., Wokulska K., and Wolf J., Phys.Stat.Sol. (a), **142**, 19 (1994)
- [2] Burke J., Tomkeieff M.V., J.Appl.Cryst, 2, 247 (1969). Post B., J. Appl. Cryst., 8, 452 (1975)
- [3] Berger H., J.Appl.Cryst., 17, 451 (1984)
- [4] Holy V., Härtwig J., Phys. stat. sol. b., 145, 363 (1988)
- [5] Post B., J. Appl. Cryst., 8, 452 (1975)
- [6] Чжан Ш., Многоволновая дифракция рентгеновских лучей в кристаллах (Москва: Мир: 1987)
- [7] Bond W. L., Acta. Cryst., 13, 814 (1960)
- [8] Renninger M., Z. Phys., 106, No1-2. 141 (1937)
- [9] Кшевецкий С.А., Михальченко В.П., Стецко Ю.П., Шелудько С.А., УФЖ, 30, №12, 1843 (1985)
- [10] Кшевецкий С.А., Стецко Ю.П., Шелудько С.А., Письма в ЖТФ, **11**, №2, 1397 (1985)
- [11] Раранский Н.Д., Фодчук И.М., Сергеев В.Н., и др. Металлофизика, 15, №2, 80 (1993)
- [12] Борча М.Д., Крицун И.И., Кшевецкий С.А., Фодчук И.М., Ткач О.О., Металлофизика и новейшие технологии, 27, №9, 47, (2005)
- [13] Rossmanith E., Zeitschrift fur Kristallographie, 171, 253 (1985)
- [14] Rossmanith E.J., J. Appl. Cryst., 33, 921 (2000)

СРЕЗАННЫЕ МНОГОСЛОЙНЫЕ РЕШЕТКИ КАК СПЕКТРАЛЬНЫЕ ЭЛЕМЕНТЫ В ДИАПАЗОНЕ 4,4-25 HM

Е.А. Бугаев², <u>Р.М. Фещенко¹</u>, В.В. Кондратенко², В.П. Петухов³, А.В. Ви-

ноградов¹, Д.Л. Воронов², В.А. Токарев⁴

- Физический институт им. П.Н. Лебедева РАН, 119991 Ленинский проспект 53, Москва, Россия
 2) Харьковский политехнический институт, 310002 ул. Фрунзе 21, Харьков, Украина
 3) НИИ Ядерной Физики МГУ, 119899 Ленинские Горы, Москва, Россия
- 4) Российский Федеральный ядерный центр Всероссийский научно-исследовательский институт экспериментальной физики (РФЯЦ – ВНИИЭФ), 607190 Проспект Мира д.37, Саров, Россия e-mail: rusl@sci.lebedev.ru

Диапазон мягкого рентгеновского излучения от 4,4 до 25 нм имеет широкие применения в современной рентгеновской оптике, физике плазмы и материаловедении. В течение последних 15 лет новые дисперсивные рентгенооптические элементы - срезанные многослойные решетки [1-3] были сконструированы, изготовлены и протестированы для указанного выше спектрального диапазона. К ним относятся как Mo/Si SMG решетки, работающие в области длин волн 12,5-25 нм, так и решетки основанные на Со/С покрытиях, предназначенные для диапазона «углеродного окна» от 4,4 до 5 нм (см. Таблицу 1). Последняя область представляет особый интерес, поскольку расположена вблизи К края поглощения углерода при 4,37 нм, где органические образцы являются относительно прозрачными. Это дает возможность использовать микроскопию и спектромикроскопию для изучения биологических и других органических объектов. Оба типа срезанных многослойных решеток использовались для получения обзорных спектров лазерной и пинчевой плазмы. Примеры полученных спектров приведены Рис 1-2.



Рис. 1. Пример спектра *Al* микропинчевой плазмы, полученной с помощью *Co/C* решетки в диапазоне 4,4-5 нм. Спектр – это вертикальная полоса справа. Широка полоса слева – это нулевой порядок.

В докладе представлены история, оптические свойства и перспективы SMG решеток. Помимо этого обсуждаются последние достижения в их изготовлении и тестировании. Также обсуждается важная аналогия, существующая между срезанными многослойными решетками и асимметричными кристаллами [4]. Работа была выполнена при поддержке Международного Научно Технологического Центра (МНТЦ), проект № 1794.



Рис.2. Пример спектра лазерной *Al* плазмы, полученного с помощью *Mo/Si* срезанной многослойной решетки, в диапазоне 13-25 нм. Темная полоса слева – нулевой порядок дифракции.

- R.M. Fechtchenko, A.V. Vinogradov, D.L. Voronov, "Optical properties of sliced multilayer gratings", Opt. Commun. 210 (2001), 179-186.
- [2] E. A. Bugaev, R. M. Feshchenko, A. V. Vinogradov, D. L. Voronov, V. A. Tokarev, V. P. Petukhov, Dispersive properties of *Co/C* sliced multilayer gratings for the 4.4-5 nm wavelength interval, Proc. SPIE 5974 (2005) 476-483 (Channeling 2004 2-6 November 2004 Rome Frascati).
- [3] 24) E. A. Bugaev, R. M. Feshchenko, A. V. Vinogradov, D. L. Voronov, V. A. Tokarev, V. P. Petukhov, Sliced multilayer gratings (SMG) based on Co/C multilayer coatings for the carbon window (4.4-5 nm), Proc. SPIE 5918 (2005) 309-318 (SPIE 2005 annual symposium).
- [4] 14) А.В. Виноградов, Р.М. Фещенко, В.А. Чернов, "О применении совершенных кристаллов в рентгеновской спектроскопии высокого разрешения", Письма в ЖЭТФ 78 (10) рр. 1118-1120 (2003).

Таблица 1. Параметры изготовленных к настоящему времени *Co/C* и *Mo/Si* срезанных многослойных решеток, где d – период многослойного покрытия, D – период решетки, N – число периодов, $L=D^*N$ – ширина решетки, φ_0 – резонансный угол скольжения, R_t – расчетная дифракционная эффективность, R_r – с учетом шероховатости. Символ * обозначает двойную решетку.

Тип	<i>d</i> , нм	<i>D</i> , нм	N	α, град.	<i>L</i> , мкм	<i>φ₀</i> , град.	$R_{t}/R_{r}, \%$
1(<i>Co/C</i>)	10,7	61	1000	10	61	23	25/5
2(<i>Co/C</i>)	50,1	41,1	4000	7	164	34	25/5
3 [*] (<i>Co/C</i>)	50,1	41,1	4000*2	7	328	34	25/5
4(<i>Mo/Si</i>)	35,4	203,9	500	10	102	23	23/4

ВЛИЯНИЕ ПРОСТРАНСТВЕННОЙ КОРРЕЛЯЦИИ КВАНТОВЫХ ТОЧЕК НА ДИФФУЗНОЕ РАССЕЯНИЕ РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

В. А. Бушуев

Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, Ленинские горы, 119992 ГСП-2 Москва, Россия e-mail: vabushuev@yandex.ru

Построена статистическая кинематическая теория диффузного рассеяния рентгеновского излучения на кристаллах с нанометровыми квантовыми точками, которая учитывает взаимную корреляцию пространственного расположения квантовых точек.

Введение. Квантовые точки (КТ), т.е. локальные кристаллические структуры размером в несколько десятков нм, образуются в результате процесса самосборки через некоторое время после нанесения на кристаллическую поверхность (например, кремния или арсенида галлия) небольшого числа атомов другого вещества (например, менее одного монослоя атомов германия и т.п.). Структуры такого типа представляют собой трехмерные "ловушки" для небольшого числа электронов, что позволяет создавать сверхминиатюрные приборы и устройства совершенно новых типов (см., например, [1]).

Огромный интерес к появившимся в последнее десятилетие нанокристаллическим и нанопористым материалам стимулирует дальнейшее развитие и модификацию рентгенодифракционных методов для исследования структуры таких материалов и нанорельефа поверхности и межслойных границ.

Обычно при рассмотрении дифракции и зеркального отражения рентгеновских лучей в нанокристаллических и нанопористых пленках и структурах с КТ проводится усреднение электронной плотности вдоль поверхности. При этом, однако, теряется вся информация о латеральном распределении нанокристаллитов и КТ и все сводится, фактически, к некоторой перенормировке рентгеновских поляризуемостей на объемную долю КТ или степень пористости, т.е. к изменению средней плотности вещества.

Ранее нами было обнаружено [2, 3], что при создании методом химического травления (stainetch) слоев пористого германия на поверхности образца формировался крупномасштабный рельеф, приводящий к нетрадиционному виду кривых дифракционного отражения (КДО) и кривых трехкристальной рентгеновской дифрактометрии (ТРД), а именно - к появлению размытых дополнительных сателлитов с обеих сторон КДО и двух достаточно узких полос, расположенных симметрично оси q_z на картах двумерного распределения интенсивности рассеяния в окрестности узла обратной решетки

111. В работе [3] показано, что указанные выше особенности обусловлены пространственной корреляцией расположения нанопор в нормальном и латеральном направлениях.

Отметим, что результаты развитой в [2, 3] теории легко могут быть модифицированы также и для описания рассеяния рентгеновских лучей в наноматериалах с квантовыми точками, которые, как правило, в результате явления самоорганизации и взаимной корреляции могут образовывать двумерную систему, как с ближним, так и с дальним порядком, т.е. располагаться периодически.

В настоящей работе в рамках статистической кинематической теории приводятся результаты исследований по изучению возможности использования методов высокоразрешающей рентгеновской дифрактометрии для характеризации структур с частично упорядоченными квантовыми точками.

Теория. Перейдем к изложению статистической теории диффузного рассеяния от КТ на поверхности и в глубине тонкой пленки, находящейся на монокристаллической подложке образца. В кинематическом приближении амплитуда рассеяния от такой структуры представляет собой сумму амплитуд рассеяния от кристаллической части образца и от имеющихся в нем дефектов (в данном случае здесь и далее под дефектами удобно понимать квантовые точки, квантовые нити, поры, нанокристаллиты):

$$A(\mathbf{S}) = \sum_{V_c - V_d} f_c \exp(i \operatorname{SR}_n) + \sum_{V_d} f_d \exp(i \operatorname{Sr}_n), \quad (1)$$

где $S = k_1 - k_0$ - вектор рассеяния, V_c - объем всего образца, V_d - сумма объемов дефектов, f_c и f_d - атомные факторы рассеяния атомов кристалла (матрицы) и дефектов, R_n и r_n координаты атомов в кристаллической и дефектных областях образца, соответственно. Добавим и вычтем в (1) слагаемое, равное амплитуде рассеяния от кристаллических областей с суммарным объемом V_d [4]. В итоге получим, что

Ap (

где

$$A_{\rm B}(\mathbf{S}) = \sum_{V_c} f_c \exp(i \operatorname{SR}_n),$$
$$A_d(\mathbf{S}) =$$

 $A(\mathbf{S}) = A_{\mathrm{B}}(\mathbf{S}) + A_{d}(\mathbf{S}),$

(2)

$$= \sum_{V_d} \left[f_d \exp(i \operatorname{Sr}_n) - f_c \exp(i \operatorname{SR}_n) \right]$$

Здесь Ав - амплитуда брэгговского рассеяния бездефектным кристаллом, отличная от нуля только в малой окрестности узлов обратной решетки, A_d - амплитуда диффузного рассеяния, вызванного наличием дефектов (квантовых точек и проч.). Для простоты считается, что наличие КТ не приводит к искажению кристаллической решетки в матрице. Отличие координат \mathbf{r}_n атомов в КТ от \mathbf{R}_n для атомов матрицы приводит к смещению угла пика отражения от КТ по отношению к углу Брэгга 9В для матрицы на величину $\Delta \vartheta_0 = -(\Delta d/d) tg \vartheta_B$. Если, в простейшем случае, дефекты представляют собой пустые поры или углубления в рельефе поверхности (как в [2, 3]), то в (1), (2) атомные факторы рассеяния $f_d = 0$.

Предположим для простоты, что все дефекты имеют одинаковую форму и объем. Тогда можно записать, что $\mathbf{R}_n = \boldsymbol{\rho}_m + \mathbf{r}_{nc}, \mathbf{r}_n = \boldsymbol{\rho}_m + \mathbf{r}_{nd}$, где $\boldsymbol{\rho}_m$ - положение *m*-го дефекта относительно начала координат, \mathbf{r}_{nc} и \mathbf{r}_{nd} - координаты соответствующих атомов относительно центра дефекта. Интенсивность диффузного рассеяния, вызванного наличием КТ в пленке, определяется следующим интегральным выражением:

$$I(q_x, q_z) = C[F(\mathbf{S})|G(\mathbf{q})|^2 dq_y, \qquad (3)$$

где *C* - константа, **S** = **h** + **q**, **h** - вектор обратной решетки, $q_x = k_0(2\alpha - \Delta \vartheta)\sin \vartheta_B$, $q_z = k_0 \Delta \vartheta \cos \vartheta_B$, $k_0 = 2\pi/\lambda$; $\alpha = \vartheta - \vartheta_B$ - угол поворота образца относительно угла Брэгга, $\Delta \vartheta$ - угловая отстройка кристалла-анализатора. Здесь *G*(**q**) - фурьетрансформанта фактора формы отдельной КТ ("дефекта"), которая в общем случае имеет вид:

$$G(\mathbf{q}) = \sum_{n} [f_d \exp(i\mathbf{h}\mathbf{u}_n) - f_c] \exp(i\mathbf{q}\mathbf{r}_{nc}), \qquad (4)$$

где $\mathbf{u}_n = \mathbf{r}_{nd} - \mathbf{r}_{nc}$ - смещение атомов в КТ по отношению к атомам матрицы, вызванное различием соответствующих параметров кристаллической решетки. Функция

$$F(\mathbf{S}) = \langle \sum_{m} \sum_{n} \exp[i \mathbf{S}(\mathbf{\rho}_{m} - \mathbf{\rho}_{n})] \rangle$$
(5)

определяется характером расположения КТ по кристаллу и имеет различный явный вид для хаотически распределенных и частично (или полностью) скоррелированных КТ.

Наиболее простой вид функция $G(\mathbf{q})$ (4) имеет в следующих трех случаях: 1) $f_c >> f_d$, 2) $f_c << f_d$, 3) случай пренебрежимо малой деформации, когда угловое смещение $\Delta \Theta_0$ много меньше угловой ширины $\Delta \Theta_d \sim \lambda/r$ рассеяния на КТ, где r - характерный размер КТ.

В случае сферических КТ с радиусами r_0 формфактор $G(q) = 3(\sin\beta - \beta\cos\beta)/\beta^3$, где $\beta = qr_0$. Для областей в виде параллелепипедов с характерными размерами a_x , a_y , a_z удобно использовать следующее представление, учитывающее возможный разброс размеров КТ и размытие их границ:

$$|G(\mathbf{q})|^2 = g(q_x)g(q_y)g(q_z), \qquad (6)$$

где $g(q_i) = 1/[1 + (0.36a_iq_i)^2].$

Если все КТ распределены хаотически, то $F(\mathbf{S}) = N$, где N - полное их число в освещаемом объеме образца. В этом случае угловая зависимость интенсивности диффузного рассеяния (3) определяется лишь характером самих квантовых точек. Однако при достаточно большой плотности КТ на единице поверхности, когда среднее расстояние L между КТ становится соизмеримым с их размерами, с неизбежностью возможно наличие ближнего порядка в их расположении.

Аналогичная ситуация имеет место также тогда, когда в результате химического травления вдоль определенных высоко симметричных направлений вытравливаются макроскопические субмикронные участки с продолговатой формой [2, 3]. В этом случае также можно выделить систему параллельных впадин на поверхности, расположенных почти периодически в пределах некоторого пространственного интервала вдоль поверхности.

Более того, близкая ситуация реализуется и при формировании нанокристаллических квантовых точек (или нитей) в результате явления двумерной самоорганизаии на плоскости подложки или какого-либо слоя в многослойной наноструктуре. Если КТ расположены периодически вдоль оси *x*, то

$$F(q_x) = N_0 [\sin(N_c \xi) / \sin(\xi)]^2,$$
(7)

где $\xi = (1/2)q_xL$, N_c - число КТ на участке поверхности, на котором соблюдается периодичность, N_0 - число таких участков. Считается, что эти области между собой не коррелируют.

В общем же случае следует проводить статистическое усреднение в (5) с учетом функции взаимной корреляции пространственного расположения КТ C_{mn} (а также их возможной ориентации). Для гауссова распределения

$$C_{mn} = \exp[-(\mathbf{\rho}_m - \mathbf{\rho}_n)_{\parallel}^2 / L_{\parallel}^2] \exp[-(z_m - z_n)^2 / L_{\perp}^2],$$

где L_{\parallel} и L_{\perp} - продольная и поперечная длины корреляции. В итоге получим, что на кривой диффузного рассеяния (3) появятся дополнительные симметрично расположенные слабые и широкие максимумы. Их угловое положение при q_z = const определяется из (7) условием $q_x L = 2\pi j$, где L - среднее расстояние между центрами соседних КТ вдоль поверхности, j - целые числа $(jL \le L_{\parallel,\perp})$. Если α_1 - угловое положение 1-го бокового максимума по отношению к брэгговскому пику, то отсюда можно найти среднее расстояние $L \approx \lambda/2\alpha_1 \sin \theta_B$ между КТ.

В двухкристальной схеме регистрации интенсивность диффузного рассеяния определяется суммированием по всем углам рассеяния при каждом фиксированном положении кристалла:

$$I_{ds}(\alpha) = \int I(q_x, q_z) d\Delta \vartheta .$$
⁽⁷⁾

Для нахождения общей интенсивности рассеяния необходимо дополнить вклад диффузного рассеяния (7) учетом брэгговского отражение от матрицы и подложки, что в силу слабого рассеяния на КТ можно сделать в рамках динамической теории дифракции на идеальном монокристалле.

Обсуждение результатов. Обсудим теперь более детально влияние диффузного рассеяния на вид кривых КДО и ТРД. Как следует из результатов статистической кинематической теории, интенсивности дополнительных максимумов на частично скоррелированной компоненте полного диффузного рассеяния пропорциональны квадрату отношения L_{\parallel}/L , а их ширины обратно пропорциональны этому отношению. Наиболее заметно появление этих максимумов реализуется при таких размерах a_x и a_z , при которых угловая полуширина функции рассеяния $|G(\mathbf{q})|^2$ на одной КТ примерно совпадает с положением 1-го бокового максимума, т.е. при $L \approx 2.3a_x$.

Рассмотрим влияние таких величин, как среднее расстояние L между КТ и длина продольной корреляции L_{\parallel} на характер угловой зависимость КДО. Для простоты рассмотрим слой КТ в виде параллелепипедов с размером $a_z \ll a_x = a_y \equiv r_0$ на поверхности подложки в приближении слабой деформации (**hu**_n << 1). Введем следующие безразмерные параметры: $D = L/r_0$, $N_{cor} = L_{\parallel}/r_0$.



Рис. 1. Кривые дифракционного отражения от структуры с КТ точками при $L_{cor} = 2$ (кривая 1), $L_{cor} = 3$ (кривая 2) и $L_{cor} = 5$ (кривая 3). 4 - КДО в предположении о хаотическом расположении КТ. Расстояние между КТ D = 2, $r_0 = 10$ нм, CuK_{α} -излучение, КТ Si на поверхности Ge(111).

На рис. 1 показаны двухкристальные КДО при различных значениях параметра корреляции N_{cor} и фиксированном расстоянии D между центрами КТ. Видно, что с увеличением степени корреляции N_{cor} боковые саттелиты на КДО становятся выше и уже, их угловое положение не меняется. Для сравнения приведена также угловая зависимость КДО в предположении о полном отсутствии корреляции (кривая 4).

На рис. 2 приведены КДО в зависимости от

расстояния между КТ при фиксированном параметре продольной корреляции. Как следует их рис. 2, с увеличением расстояния между КТ сателлиты на КДО приближаются к началу координат, число этих сателлитов увеличивается, а их интенсивность возрастает.



Рис. 2. Влияние величины расстояния между КТ при фиксированном параметре латеральной корреляции $N_{cor} = 3$ на КДОотражения. Параметр расстояния D: 2 (кривая I), 3 (2), 4 (3); кривая 4 соответствует случайному распределению КТ. Остальные параметры как на рис. 1.

Заключение. Итак, приведенные результаты показывают, что основной отличительной чертой рассеяния от кристаллов с пространственно скоррелированными КТ является наличие четко выраженных дополнительных максимумов на кривых дифракционного отражения и картах распределения интенсивности рассеяния вблизи узла обратной решетки, получаемых методом ТРД.

Появление этих особенностей связано с диффузным рассеянием рентгеновских лучей на частично упорядоченных вдоль поверхности и в глубину образца квантовых точках.

Таким образом, на основании проведенных исследований показано, что высокоразрешающая рентгеновская дифрактометрия с привлечением статистической кинематической теории рассеяния на частично скоррелированных квантовых точках позволяет исследовать такие структурные особенности материалов с квантовыми точками на поверхности и в объеме.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке за счет Госконтракта № 02.434.11.7103 с Роснаукой.

[1] Кобаяси Н. Введение в нанотехнологию. М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2005.

[2] Karavanskii, V.A., Lomov, A.A., and Bushuev V.A. et al., Phys. Stat. Sol. (a). **197**, 144 (2003).

[3] Ломов, А.А., Бушуев, В.А., Караванский, В.А. и Бэйлис, С., Кристаллография, **48**, 362 (2003).

[4] Иверонова, В.И. и Ревкевич, Г.П. Теория рассеяния рентгеновских лучей. М.: МГУ, 1978. 277 с.

БРЭГГОВСКАЯ ДИФРАКЦИЯ РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ С ДВУМЕРНО-ОГРАНИЧЕННЫМ ВОЛНОВЫМ ФРОНТОМ

В.А. Бушуев, <u>А.П. Орешко</u>

МГУ им. М.В.Ломоносова, физический факультет, Воробьевы горы, 1, Москва, 119992, Россия e-mail: oreshko@mail.ru

ВВЕДЕНИЕ

Конструирование, разработка и оптимизация рентгеновских оптических элементов исследовательских станций как для источников синхротронного излучения (СИ), так и для рентгеновских лазеров на свободных электронах, практически невозможно без программного обеспечения, позволяющего проводить корректные вычисления распространения рентгеновского излучения (РИ) с ограниченным волновым фронтом через различные дифракционные оптические элементы. Однако в настоящее время не существует ни точного теоретического описания, ни программ расчета таких элементов, а метод "ray tracing", широко использующийся для подобных расчетов, имеет весьма существенные ограничения. Данная работа посвящена решению задачи динамической дифракции произвольного двумерно-ограниченного рентгеновского пучка в геометрии Брэгга в кристалле с произвольной толщиной и созданию программы расчета дифракционных оптических элементов.

В большинстве работ рассмотрение дифракции РИ проводится в приближении плоского (неограниченного в пространстве) или сферического волнового фронта падающей волны и ограничивается лишь анализом поля отраженной волны на выходной поверхности кристалла [1-3]. Однако значительный практический интерес представляет как раз не проводившийся ранее анализ расплывания ограниченных в пространстве пучков при их распространении в вакууме.

Впервые теория динамической дифракции РИ с произвольной одномерной пространственной и временной структурой поля E(x, t) в кристаллах с произвольной толщиной и коэффициентом асимметрии отражения в геометрии Брэгга и Лауэ была построена в работе [4].

В настоящей работе проводится анализ пространственной структуры поля и обобщение развитого в [4] подхода на случай двумерной пространственной структуры поля **E**(**r**).

ТЕОРИЯ

Одной из наиболее важных проблем при создании дифракционных оптических элементов является точное описание совершенных единичных монокристаллов-монохроматоров.

Рассмотрим дифракционное отражение и прохождение РИ с ограниченным волновым фронтом, падающего на плоскопараллельный

кристалл толщины d. Поле падающей волны на входной поверхности кристалла z = 0 представим в виде

$$E_{in}(x, y) = A_{in}(x, y) \exp(ik_{0x}x + k_{0y}y), \quad (1)$$

где A_{in} – комплексная амплитуда (огибающая волнового пакета), $k_{0x} = k_0 \cos \theta_{in}$, $k_0 = \omega_0 / c = 2\pi / \lambda$, $2k_0\sin\theta_B = h$, $\theta_B -$ угол Брэгга для центральной (средней) частоты 💩 падающего излучения. h – величина вектора обратной решетки, с - скорость света в вакууме; ось х направлена вдоль поверхности кристалла, ось *z* направлена в глубь кристалла по нормали к поверхности. Угол падения РИ по отношению к поверхности $\theta_{in} = \theta_B +$ $\psi + \Delta \theta$, где $\Delta \theta$ – угловая отстройка от точного условия Брэгга, а *ψ* – угол наклона отражающих плоскостей кристалла по отношению к поверхности. При этом, для упрощения задачи, предположим, что $k_{0y} = 0$. Представление пучка в виде (1) справедливо, если характерный поперечный размер пучка r_{0x} , $r_{0y} >> \lambda$.

Наиболее удобно задачу можно решить проведя двумерное фурье-разложение поля $E_{in}(x, y)$, т.е. представив его в виде набора плоских волн с амплитудами $E_{in}(k_x, k_y)$ и волновыми векторами $k = (k_x, k_y, [k^2 - k_x^2 - k_y^2]^{1/2})$ где $k = 2\pi/\lambda$. В итоге для фурье-амплитуд поля получим, что $E_{in}(k_x, k_y) = A_{in}(q_x, q_y)$, где

$$A_{in}(q_x, q_y) = (2\pi)^{-2} \iint A_{in}(x, y) \times \exp(-iq_x x - iq_y y) dx dy$$
(2)

и введены новые переменные $q_x = k_x - k_{0x}$, $q_y = k_y$.

Найдем теперь пространственное распределения поля $E_g(\mathbf{r})$ проходящего (g = 0) и отраженного (g = h) пучков. На кристалл падает совокупность плоских монохроматических волн с амплитудами $A_{in}(q_x, q_y)$ и волновыми векторами **k**. В соответствии с известными результатами плосковолновой динамической теории дифракции РИ каждая такая волна проходит и отражается с амплитудными коэффициентами $B_0(q_x, q_y)$ и $B_h(q_x, q_y)$ соответственно.

В силу непрерывности тангенциальных компонент волновых векторов на входной и выходной поверхностях кристалла величины *z*-проекций волновых векторов в вакууме примут вид

$$K_{gz} = (k^2 - K_{gx}^2 - K_{gy}^2)^{1/2}, \qquad (3)$$

где $K_{gx} = k_x + g_x$, $K_{gy} = k_y + g_y$ (g = 0, h); $h_x = h \sin \psi$, $h_y = 0$, $h_z = -h \cos \psi$.

В итоге, разложив квадратный корень (3) в ряд по малым параметрам q_x/k_0 и q_y/k_0 с точ-

ностью до квадратичных слагаемых, получим следующее выражение для полей отраженной и прошедшей волн:

$$E_g(x, y, z) = \exp(i\mathbf{k}_g \mathbf{r}) \coprod B_g(q_x, q_y) A_{in}(q_x, q_y) \times \exp(iS_g + iD_g) dq_x dq_y, \qquad (4)$$
где
S_g(q_x, q_y) = q_x(x - ctg\theta_g z) + q_y y,

$$D_g(q_x, q_y) = - [q_x^2 + q_y^2 \gamma_g^2] z / (2k_0 \gamma_g^3),$$

 $\gamma_0 = \sin \theta_{in}$, $\gamma_h = \sin \theta_{out}$, $\theta_{out} = \theta_B + b\Delta \theta - \psi$, $b = \sin(\theta_B + \psi)/\sin(\theta_B - \psi)$ – величина коэффициента асимметрии отражения; $z \le 0$ для отраженной волны и $z \ge d$ для прошедшей волны. Здесь и далее под величиной z будем понимать z = |z|.

Фаза S_g определяет смещение центров пучков по *x* и *y* по мере увеличения расстояния *z* от кристалла, а фаза D_g , пропорциональная расстоянию *z*, описывает дифракционное расплывание пучков при их распространении в вакууме. Особо отметим, что для строгого решения задачи при вычислении (3) необходимо учитывать члены ~ q^2 . Только такое рассмотрение позволяет анализировать дифракционное уширение пучков в пространстве.

Аналитические выражения амплитудных коэффициентов прохождения и отражения для плоских волн хорошо известны ([1-3]), следует лишь отметить, что параметр $\alpha = [k^2 - (\mathbf{k} + \mathbf{h})^2]/k^2$, определяющий отклонение от точного условия Брэгга, в случае двумерно-ограниченного пучка примет следующий вид:

$$\alpha(q_x, q_y) = 2 \sin 2\theta_B [\Delta \theta - q_x/k_0 \gamma_0 + (q_x^2 + q_y^2 \gamma_0^2) \cos \psi/(2k_0 \gamma_0^3 \cos \theta_B)].$$
(5)

Полученное соотношение (4) справедливо при любых *z* и *d* и является более общим по сравнению с полученными ранее методом функции Грина результатами для брэгговского отражения ограниченного рентгеновского пучка от полубесконечного кристалла [5].

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Перейдем к обсуждению различных частных случаев. Если амплитуда A_{in} не зависит от x и y, то, согласно (2) и (5), $A_{in}(q_x, q_y) = \delta(q_x)\delta(q_y)$, $\alpha = 2\Delta\theta \sin 2\theta_B$ и мы получаем известный результат для плоской монохроматической волны: $A_g = B_g(\Delta\theta)$.В реальной ситуации приближение плоской монохроматической волны реализуется при $r_{0x, y} >> \lambda/2\Delta\theta_B$. Если амплитуда A_{in} не зависит только от y, то полученные результаты совпадают с результатами [4].

В дальнейшем для определенности и упрощения расчетов будем рассматривать падение гауссовского пучка:

$$A_{in}(x, y) = \exp[-(x\gamma_0)^2/r_{0x}^2 - y^2/r_{0y}^2]\exp[i\Phi_{in}],$$
(6)

а фаза Φ_{in} постоянна на поверхности кристалла.

Для узких пучков дифракционная расходи-

мость $\Delta \theta_{dx, v} \approx \lambda/2r_{0x, v}$ сравнима или даже может намного превышать угловую ширину области брэгговского отражения $\Delta \theta_B = C|\chi_h|/b^{1/2}\sin 2\theta_B (\chi_h - фурье-компонента поляризуемости кристалла).$ Это приводит к резкому изменению формы иуменьшению интенсивности отраженного пучка,а также к его пространственному расплыванию.

Рассмотрим сначала дифракционное отражение и прохождение одномерно-ограниченных пучков РИ ограниченных в плоскости дифракции для падающей плоской волны с волновым вектором \mathbf{k}_0 и не ограниченных в перпендикулярном к плоскости дифракции направлении (вдоль оси *y*).

На рис. 1 приведены сечения в плоскости z = const амплитуд дифракционно отраженной и проходящей волн при различных расстояниях l вдоль направления распространения волн.



Рис. 1. Пространственное распределение в плоскости z = const амплитуды отраженной (a) и прошедшей (b) волн через кристаллическую пластину с толщиной d = 10 мкм при различных расстояниях l вдоль направления распространения волн. l - падающая волна, 2 - l = 0 (на поверхности), 3 - l = 100 см, 4 - l = 5000 см. Амплитуды прошедших волн умножены на 20. Излучение Cu $K_{\alpha l}$, симметричное отражение Si(220), $r_{0x} = 50$ мкм. $D_{Fh} \approx 3300$ см, глубина экстинкции $L_{ex} = 2.1$ мкм. На вставке к рис. 1a представлены интенсивность падающего РИ I и квадрат модуля амплитудного коэффициента дифракционного отражения 2 в q-пространстве.

Видно, что с увеличением расстояния *l*, или, что то же самое, с увеличением расстояния *z* от поверхности кристалла, наблюдается расплывание дифракционно отраженных и прошедших пучков.

Расстояние Z_{Fg} от кристалла, на котором на-

чинает заметным образом проявляться уширение отраженных или проходящих пучков можно определить из условия $|D_g| \approx \pi/2$, откуда $Z_{Fg} \approx \pi k_0 \gamma_g^{-3} / q_{eff}^{-2}$, где $q_{eff} = \Delta q_0 \Delta q_B / (\Delta q_0^{-2} + \Delta q_B^{-2})^{1/2}$, $\Delta q_0 = \pi \gamma_0 / r_{0x}$, $\Delta q_B = k_0 \gamma_0 \Delta \theta_B$, и эффект уширения увеличивается с уменьшением ширины падающего пучка, что иллюстрирует рис. 2.

На рис. 2 приведены сечения в плоскости z = const амплитуд дифракционно отраженной и проходящей волн при различных расстояниях l вдоль направления распространения волн для различных толшин кристалла. Видно, что для динамического кристалла форма отраженного и прошедшего пучков резко отличается от формы падающего (рис. 2a, 2b). Это факт можно объяснить тем, что при малых ширинах падающего пучка в прямом пространстве, ширина падающего пучка в обратном *q*-пространстве становится значительно больше ширины амплитудных коэффициентов дифракционного отражения и прохождения. А именно этот факт, согласно (4) и влечет за собой резкое изменение формы прошедшего и дифрагированного пучков.



Рис. 2. Пространственное распределение в

плоскости z = const амплитуды отраженной и прошедшей волн от кристаллических пластин с толщинами d = 10 мкм (a, b) и d = 1 мкм (c) при различных расстояниях l вдоль направления распространения волн. l – падающая волна; для амплитуды отраженной волны: 2 - l = 0, 3 - l = 10см, 4 - l = 100 см, для амплитуды прошедшей волны: 5 - l = 0, 6 - l = 10 см, 7 - l = 100 см. Излучение Си $K_{\alpha l}$, симметричное отражение Si(220), $r_{0x} = 1$ мкм, $D_{Fh} \approx 50$ см, $L_{ex} = 2.1$ мкм.

Таким образом, применение динамических кристаллов в качестве монохроматоров или анализаторов затруднительно. Для решения этой проблемы можно использовать кристаллы с толщиной, меньшей глубины экстинкции. В этом случае гауссова форма как проходящего, так и отраженного пучков сохраняется (рис. 2*c*).

Теперь рассмотрим дифракционное отражение и прохождение двумерно-ограниченного пучка РИ. На рис. 3 представлены пространственные распределения на выходной поверхности кристалла σ- и π-компонент амплитуд отраженного и прошедшего пучков. Геометрические размеры падающего пучка соответствуют планируемым размерам источника СИ *PETRA* III [6].

Для описания направлений поляризации двумерно-ограниченного пучка примем следующую модель. Будем говорить, что падающее РИ $\sigma(\pi)$ -поляризовано, если каждая плоская волна с волновым вектором $\mathbf{k} \sigma(\pi)$ -поляризована в своей плоскости дифракции. В качестве векторов $\sigma(\pi)$ -поляризации отраженного (прошедшего) РИ будем брать вектора $\sigma(\pi)$ -поляризации отраженной (прошедшей) плоской волны с волновым вектором \mathbf{k}_0 . Такая модель удобна для связи с существующими результатами расчетов СИ [7].





Рис. 3. Пространственное распределение на выходной поверхности кристалла толщиной d = 10 мкм σ - (a, c) и π - (b, d) компонент амплитуд отраженного (a, b) и прошедшего (c, d) пучков. Излучение σ -Си $K_{\alpha 1}$, симметричное отражение Si(220), ширина падающего пучка $r_{0x} = 5$ мкм, $r_{0x} = 50$ мкм.

Как видно из рис. 3b, 3d, основной особенностью отражения и прохождения двумерно-ограниченных пучков является появление за счет угловой расходимости падающего пучка вдоль оси у π -компоненты в отраженном и проходящем пучках, симметричной относительно плоскости *xz*. Аналогичная ситуация будет иметь место и в случае π -поляризованного падающего излучения, когда за счет угловой расходимости падающего пучка вдоль оси у появляются σ -компоненты в отраженном и проходящем пучках.

Основной проблемой при практической реализации предлагаемого в данной работе метода является правильный выбор пределов интегрирования в преобразовании Фурье (4). Для контроля над проблемы, в программе проводится сравнение действительной и мнимой части поля падающей волны с действительной и мнимой частями поля волны, полученной в результате прямого и обратного преобразования Фурье поля падающей волны. Для рассчетов, представленных в этой работе, разница между указанными выше действительными и мнимыми частями не превышала 10^{-14} , что говорит о корректности выбора пределов интегрирования.

В представленной работе продолжает развиваться общий подход к рассмотрению дифракции произвольных рентгеновских пучков в кристаллах и последующего их распространения в пространстве. В рамках данного подхода разработан программный комплекс, позволяющий анализировать структуру полей прошедших и отраженных пучков на произвольных расстояниях от кристалла.

Программный комплекс реализован как отдельный модуль для *Windows* 2000/*XP*, написанный на языке *Fortran* 90. В ближайшее время в программы расчета планируется существенно расширить, включив учет временной ограниченности падающего излучения, дифракцию в геометрии Лауэ, отражение от плоских зеркал.

В качестве конечного результата работы планируется создание общедоступных программ, позволяющих проводить численный расчет как отдельных дифракционных оптических элементов, так и их различных комбинаций.

Один из авторов (А.Орешко) выражает глубокую благодарность Д.В.Новикову и И.А.Вартанянцу (*HASYLAB at DESY*) за интерес к работе и плодотворные обсуждения полученных результатов.

Работа выполнена при поддержке грантами РФФИ 04-02-16866 и 05-02-16770.

- [1] Пинскер, З.Г. Рентгеновская кристаллооптика. М.: Наука (1982).
- [2] Колпаков, А.В. Динамическая дифракция рентгеновских лучей. Изд-во МГУ (1989).
- [3] Authier, A. Dynamical theory of X-ray diffraction. Oxford University Press (2001).
- [4] Бушуев, В.А., Сборник трудов IX симпозиума "Нанофизика и наноэлектроника", 279 (2005).
- [5] Afanas'ev, A.M., Kohn, V.G., Acta Cryst. A., 27, 421 (1971).
- [6] PETRA III, DESY Report 2004-035, http://www-hasylab.desy.de.
- [7] Geloni, G., Saldin, E., Schneidmiller, E., Yurkov, M., DESY Report 05-109, http://www-library.desy.de/report05.html.

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ДЕГРАДАЦИИ МНОГОСЛОЙНЫХ РЕНТГЕНОВСКИХ ЗЕРКАЛ Sc/Si ПРИ НАГРЕВЕ И ОБЛУЧЕНИИ РЕНТГЕНОВСКИМ ЛАЗЕРОМ МЕТОДАМИ РЕНТГЕНОВСКОЙ ДИФРАКЦИИ И ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

<u>Д.Л. Воронов¹</u>, Е.Н. Зубарев¹, Ю.П. Першин¹, В.А. Севрюкова¹, А.В Пеньков¹, В.В. Кондратенко¹, А.В. Виноградов², И.А. Артюков², Ю.А. Успенский², G. Vaschenko³, М. Grisham³, С.S. Menoni³, and J.J. Rocca³ ¹Национальный Технический Университет "ХПИ", ул. Фрунзе 21, г. Харьков 31002, Украина ²ФИРАН им. П.Н.Лебедева, Ленинский проспект 53, г. Москва 119991, Россия ³Colorado State University, Fort Collins, CO 80523, USA <u>voronov@kpi.kharkov.ua</u>

ВВЕДЕНИЕ

Для управления мягким рентгеновским излучением (длина волны 2-50 нм) применяются многослойные периодические структуры, получаемые различными методами вакуумной конденсации, такими как магнетронное распыление, электронно-лучевое испарение, ионно-лучевое распыление и т. д. Такие многослойные зеркала состоят из чередующихся слоев сильнорассеивающего и слаборассеивающего материалов. При взаимодействии падающего излучения с периодической многослойной структурой происходит интерференция пучков, отраженных от всех границ раздела. При выполнении условия Вульфа-Брегга 2Hsinθ=nλ (где H – период многослойного зеркала, θ - скользящий угол падения, λ - длина волны падающего излучения, n- порядок отражения) происходит резонансное усиление отраженного сигнала, что позволяет достичь высокий коэффициент отражения (десятки процентов), в то время как коэффициент отражения от отдельной границы раздела не превышает в лучшем случае нескольких процентов.

Наилучшей парой материалов для диапазона длин волн 35-50 нм является Sc и Si. Многослойные периодические зеркала Sc/Si нормального падения с периодом 20-35 нм нашли применение в таких важных областях как рентгеновские лазеры, рентгеновская микроскопия и астрофизика. Основной недостаток зеркал Sc/Si низкая термическая устойчивость, которая является следствием термодинамической нестабильности таких структур. Согласно фазовой диаграмме скандий и кремний образуют ряд промежуточных соединений - силицидов, образование которых следует ожидать уже на этапе изготовления зеркала. Если во время эксплуатации зеркало подвергается термическому или радиационному воздействию, то это приводит к дальнейшему протеканию процессов силицидообразования. Образование силицидов сопровождается большим изменением удельного объема, что приводит к изменению периода многослойного зеркала, а, следовательно, и к изменению резонансной длины волны. Вследствие этого зеркало выходит из резонанса, в результате чего коэффициент отражения на рабочей длине волны резко падает.

Для решения проблемы термической устойчивости необходимо исследование процессов деградации зеркал при различных видах воздействия. В настоящей работе приведены результаты исследования процессов силицидообразования в многослойной системе Sc/Si при термическом воздействии и при облучении зеркала сфокусированным излучением рентгеновского лазера, работающего на длине волны 46.9 нм. Предложен способ повышения термической стабильности зеркал Sc/Si путем введения диффузионных барьеров на основе вольфрама на границы раздела скандия и кремния. Исследовано влияние диффузионных барьеров на кинетику силицидообразования.

Периодическая структура рентгеновских зеркал позволяет использовать дифракционные методы для определения параметров многослойной композиции. В работе рассматриваются особенности методики малоугловой рентгеновской дифракции (на длине волны 0.154 нм) применительно к зеркалам Sc/Si и Sc/W/Si/W.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Многослойные зеркала Sc/Si и Sc/W/Si/W были получены методом прямоточного магнетронного распыления в среде аргона при давлении распыляющего газа ~ 0.2 Ра. Скорости осаждения скандия, кремния и вольфрама на подложки из полированного кремния составляли 0.21, 0.41 и 0.2 нм/с соответственно. Покрытия состояли из 30 бислоев скандий-кремний, толщина бислоев (т. е. период зеркала Н) многослойных покрытий лежал в пределах 20-35 нм.

Исследования структуры и фазового состава образцов проводились методами просвечивающей электронной микроскопии поперечных срезов (ПЭМ), сканирующей электронной микроскопии (СЭМ), рентгеновского фазового анализа и малоугловой рентгеновской дифракции (МРД) на длине волны 1.54 нм по схеме 0-20. Расшифровка данных МРД производилась путем расчета теоретической дифракционной картины и сравнения ее с экспериментальной.

Отжиг многослойных покрытий производился в вакууме не хуже 10^{-3} Ра в интервале температур 130-600°С.

Многослойные покрытия Sc/Si подвергались облучению рентгеновским лазером с длиной волны 46.9 нм. Длительность импульса составляла 1.2 нс, энергия в импульсе – 0.13 мДж. Расходящийся конический пучок лазера фокусировался с помощью сферического зеркала, имеющего многослойное покрытие Sc/Si. Исследуемый образец с покрытием Sc/Si размещался вблизи фокуса сферического зеркала. Подвижный держатель обеспечивал одновременное перемещение образца как в плоскости образца, так и вдоль оптической оси лазера, что позволяло получать различную степень фокусировки лазерного излучения и таким образом варьировать плотность потока энергии на поверхности образца в пределах 0.01 – 10.00 Дж/см².

РЕЗУЛЬТАТЫ

ПЭМ-изображение поперечного среза многослойного покрытия Sc/Si показано на рис. 1а. Видно, что между слоями поликристаллического скандия и аморфного кремния присутствуют аморфные прослойки, которые образовались в процессе нанесения покрытия. Стехиометрический состав аморфных прослоек соответствует силициду ScSi, их толщина по данным микроскопии составляет около 3-4 нм. Электронная микроскопия дает наглядную качественную информацию о структуре зеркала, однако, с точки зрения метрологии она имеет ряд недостатков, поэтому точные измерения толщины слоев покрытия лучше производить с помощью малоугловой рентгеновской дифракции, которая является неразрушающим интегральным методом.

Картина МРД зеркала Sc/Si показана на рис. 2. Дифракционная картина состоит из набора порядков отражения, угловое положение которых определяется величиной периода многослойного зеркала. Интенсивность порядков отражения убывает с увеличением угла дифракции, но не монотонно, а в соответствии с неким законом погасания. Этот закон определяется внутренней структурой периода зеркала, то есть соотношением толщин слоев кремния, скандия и силицида. Вообще говоря, закон погасания зависит от положения всех границ раздела, однако вклад различных границ не одинаков. Границы раздела между слоями силицида и поликристаллического скандия имеют более высокую шероховатость, чем границы между аморфными силицидом и кремнием. Поэтому закон погасания в области углов 20 более 3 градусов определяется соотношением толщины слоя кремния к суммарной толщине слоев скандия и силицида, что по зволяет надежно определить толщину слоя кремния. При малых углах дифракции (20 менее 2 градусов) влияние шероховатости не столь значительно, поэтому границы раздела скандий/силицид вносят заметный вклад в закон



Рис. 1. ПЭМ-изображения поперечных срезов покрытия Sc/Si в исходном состоянии (а), а также после отжигов: (б), (в), (г), (д), (е).

погасания. Это дает возможность установить толщину слоев скандия и силицида.

Дифракционная картина весьма чувствительна к малейшим изменениям структуры покрытия. Путем расчета теоретической дифракционной картины (черная линия на рис. 2) и компьютерной подгонки ее к экспериментальной (серая линия) удается надежно определить структуру многослойной композиции и проследить, как меняются толщины слоев при отжиге. Это позволяет установить, в каком соотношении расходуются компоненты, и оценить таким образом стехиометрический состав силицида, а также проследить кинетику роста силицида на самых ранних стадиях.



Рис. 2. Картина малоугловой рентгеновской дифракции зеркала Sc/Si в исходном состоянии.

При нагреве в интервале температур ~100-430°С происходит рост толщины слоев аморфного силицида, при этом толщина слоев кремния и скандия соответственно уменьшается (рис. 16 и 1в) вплоть до полного истощения слоев скандия (рис. 1г). Таким образом, в покрытии Sc/Si протекает реакция твердофазной аморфизации, в результате которой образуется аморфный силицид скандия, состав которого близок к ScSi.

После того, как один из исходных компонентов (в данном случае Sc) полностью расходуется, происходит дальнейшее поглощение кремния аморфным сплавом, состав которого постепенно смещается в сторону самого богатого кремнием силицида скандия Sc_3Si_5 . При температуре 430°С наблюдается кристаллизация аморфного сплава с образованием кристаллического Sc_3Si_5 (рис. 1д). Наконец, при температурах выше 600°С интенсивно протекают процессы рекристаллизации, что приводит к полной деградации слоистой структуры покрытия (рис. 1е).

На рис. 3 показаны СЭМ-изображения поверхности зеркала Sc/Si после облучения рентгеновским лазером с различной эффективной плотностью энергии в сфокусированном пятне. Видно, облучение при удельной плотности энергии 0.08 Дж/см² приводит к появлению светлого контраста на поверхности покрытия, хотя заметных изменений рельефа в этих областях не наблюдается (рис. 3а). Наблюдаемый контраст связан, по-видимому, с изменениями фазового состава, плотности и других параметров покрытия в результате нагрева зеркала.

При увеличении удельной плотности энергии до 0.13 Дж/см² наблюдается плавление покрытия, что приводит к появлению характерного рельефа (рис. 36). При дальнейшей фокусировке лазерного излучения происходит кипение расплавленной жидкости, сопровождающееся образованием ударной волны, которая приводит разбрызгиванию и радиальному смещению расплава на периферию пятна (рис. 3в и 3г). На рис. 4 показано ПЭМ-изображение поперечного среза облученной области покрытия. Видно, что структура нижних слоев покрытия



Рис. 3. СЭМ-изображения поверхности зеркала Sc/Si после облучения рентгеновским лазером с различной удельной энергией в сфокусированном пятне.



Рис. 4. ПЭМ-изображение поперечного среза зеркала Sc/Si после облучения рентгеновским лазером (подложка внизу).

(вплоть до слоя 1 на рис. 4) не претерпела заметных изменений. По мере приближения к поверхности наблюдаются признаки деградации. Толщина прослоек силицида увеличивается (слои 2 и 3), затем скандий исчезает, и слои силицида смыкаются (слой 4), затем происходит кристаллизация силицида (слои 5 и 6), Наконец, в верхних слоях, претерпевших, по-видимому, плавление, слоистая структура отсутствует. Сравнение рис. 1 и рис. 4 показывает, что механизмы и характер деградации зеркал Sc/Si при лазерном облучении и при отжиге очень сходны, несмотря на то, что в первом случае изменения происходили за времена, сравнимые с длительностью лазерного импульса (1.2 нс) и, по-видимому, при очень высоких температурах, а во втором - в течение часов при относительно небольшом нагреве.

Одним из путей повышения термической стойкости зеркал является введение диффузионных барьеров. На рис. 5 показано ПЭМ-изображение поперечного среза покрытия Sc/W/Si/W с номинальной толщиной слоев вольфрама 0.8 нм, а на рис. 6 – МРД-картина. Видно, что прослойки аморфного силицида скандия отсутствуют (ср. рис. 1а и рис. 5). Таким образом, диффузионные барьеры подавляют процессы перемешивания на этапе изготовления зеркала.



Рис. 5. ПЭМ-изображение поперечного среза покрытия Sc/W/Si/W с диффузионными барьерами.



Рис. 6. Картина малоугловой рентгеновской дифракции зеркала Sc/W/Si/W.

Поскольку атомный фактор рассеяния вольфрама на длине волны 0.154 нм намного превышает атомные факторы скандия и кремния, структура дифракционной картины определяется в первую очередь параметрами вольфрамсодержащих слоев. Закон погасания гармоник задается расстоянием между барьерными слоями в периоде. Кроме того, возникает дополнительная низкочастотная модуляция интенсивности дифракционных порядков, показанная на рис. 6 пунктирной линией. По угловому положению минимума низкочастотной огибающей можно определить толщину барьерных слоев. Толщина последних оказывается существенно больше (~1.2 нм) номинальной толщины вольфрама, что указывает на взаимодействие вольфрама с кремнием, которое приводит к образованию аморфного силицида вольфрама WSi_x.

При отжиге минимум огибающей смещается в область малых углов, т. е. толщина барьерных слоев увеличивается за счет дополнительного поступления кремния в силицид вольфрама, состав которого постепенно смещается в сторону дисилицида вольфрама WSi₂. При повышении температуры до 600°С происходит кристаллизация дисилицида WSi₂.

Образование силицидов скандия в покрытиях Sc/W/Si/W при отжиге протекает несколько иначе, чем в Sc/Si. Во-первых, силицид скандия растет в условиях дефицита кремния, диффузия которого через барьер затруднена, в результате чего состав силицида скандия смещается в сторону более богатого скандием силицида Sc₅Si₃. Во-вторых, диффузионные барьеры тормозят скорость аморфизации, смещая ее в область более высоких температур. На рис. 7 показано изменение периода зеркал Sc/Si и Sc/W/Si/W, вызванное силицидообразованием, которое, как упоминалось выше, сопровождается значительным уменьшением удельного объема (до 20%).



Рис. 7. Изменение периода многослойных зеркал Sc/Si и Sc/W/Si/W при отжиге.

Таким образом, диффузионные барьеры на основе вольфрама повышают термическую устойчивость зеркал Sc/Si, расширяя температурный интервал стабильности на 100-150 градусов.

РЕНТГЕНОВСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ЦЕЛЛЮЛОЗЫ

В.В.Гузей, П.В.Мусихин, А.П.Петраков,

Сыктывкарский государственный университет, Октябрьский пр., 55, Сыктывкар, Россия

e-mail: petrakov@syktsu.ru

Рентгеновские методы позволяют исследовать кристаллические области целлюлозы имеющие наноразмеры. Целлюлоза является широко распространенным материалом, составляющим основу древесины, бумаги и многих текстильных волокон. Новые типы модифицированных целлюлозных материалов находят применение в различных областях промышленности. Особенно широкое применение находит микрокристаллическая целлюлоза. Она используется при изготовлении лекарственных препаратов в качестве разрыхляюще-связующего элемента; в косметике при изготовлении гелей, кремов и суспензий. Добавление микрокристаллической целлюлозы в молоко, мороженое и другие холодные десерты увеличивает срок их хранения. Покрытие микрокристаллической пленкой плодов делает возможным их длительное хранение. Микрокристаллическая целлюлоза нашла применение при изготовлении катализаторов и высоко качественного фарфора. Не менее ценной, в практических целях, является ионообменная целлюлоза.

Рентгеновские исследования целлюлозы можно разбить на малоугловые и дифракционные. Согласно малоугловых методов исследования целлюлоза содержит цилиндрические частицы диаметром в несколько десятков Å.

Природные волокна целлюлозы состоят из фибрилл имеющих ширину более 0.2 мкм. Фибриллы состоят из пучков микрофибрилл диаметром от 30 до 200 нм. Микрофибриллы состоят из пучков нанофибрилл диаметром менее 30 нм. Нанофибриллы состоят из пучков кристаллитов диаметром ~ 3 нм. Кристаллиты состоят из цепных молекул целлюлозы: (С $_6$ H $_{10}$ O $_5$) $_n$ C $_6$ H $_{12}$ O $_6$. Несколько десятков таких макромолекул образуют хрупкий иглообразный кристалл. Несколько таких кристаллической фазой образуют кристаллит.

Рентгенодифракционные методы позволяют определить тип целлюлозы, степень кристалличности и структуру ее.

Целью работы является рентгенодифракционное исследование влияния физическохимических воздействий на структуру целлюлозы.

Целлюлоза подвергалась следующим воздействиям.

<u>Первый тип воздействий.</u> К 3 г целлюлозы добавили 120 мл соляной кислоты (концентрация

39 вес. %) при 20 $^{\circ}$ С. Реакцию в получившейся смеси остановили добавлением большого количества дистиллированной воды (4 л). Для нейтрализации кислоты (до рН ~ 7) добавили карбонат натрия и повысили температура до 95 $^{\circ}$ С; при этой температуре целлюлоза выпала в осадок. Смесь охладили до 20 $^{\circ}$ С и после прекращения осаждения, большую часть воды декантировали. Получившуюся таким образом целлюлозу четыре раза промыли в дистиллированной воде (500 г воды), удаляя воду центрифугированием. Таким образом подготовили 5 образцов, отличающихся друг от друга временем нахождения в соляной кислоте: 2часа, 3часа, 4часа, 4.25 часа и 4.5 часа.

<u>Второй тип воздействий</u> Древесную целлюлозу обработали 2,50 н. раствором соляной кислоты при температуре 105 ⁰ C в течении 15 мин, а затем подвергли размолу в 5 % растворе в измельчителе до образования геля. В процессе размола сначала образуется молокоподобная взвесь, которая переходит в консистенцию крема и далее в однородную маслообразную пасту, способную образовывать гель. Таким образом было подготовлено 4 образца отдичающихся временем размола: 15 мин, 30 мин, 45 мин и 60 мин.

<u>Третий тип воздействий</u> Древесную целлюлозу измельчали в вибрационной шаровой мельнице в течении: 15 мин, 30 мин, 45 мин, 1 час.

Исходную и обработанную целлюлозу исследовали на автоматизированном дифрактометре ДРОН-2.0 (трубка с железным анодом). Отдельные угловые области снимали на высокоразрешающем дифрактометре с медным анодом и щелевым кремниевым монохроматором. Трехкратное симметричное отражение (111) в монохроматоре позволяло получать на выходе его Ка₁ – излучение.

Дифрактограмма исходной целлюлозы приведена на рис.1. На рисунке видны четыре пика отмеченные стрелками. Их угловое положение отвечает межплоскостному расстоянию d = 5.51, 4.18, 3.86 и 2.56 Å, соответственно. Из дифрактограммы видно, что исследуемая целлюлоза относится к первой модификации, имеющей моноклинную элементарную ячейку с параметрами a = 8.2 Å, b = 10.3 Å, c = 7.9 Å, $\beta = 83.3$ град и плотностью 1.625 г/см³.

Первый пик широкий и асимметричный. Очевидно, он сформирован отражением от плос-

костей (1 0 1) и (1 0 $\overline{1}$). Второй является дифракционным отражением от плоскости (021), третьий – (002) и четвертый – (040).

Всего существует пять модификаций целлюлозы: I, II, III, IV и Х. Элементарная ячейка у целлюлозы II модификации – моноклинная, у III - гексагональная, у IV и Х – ромбическая.



Рис.1. Дифрактограмма исходной целлюлозы.

Х Менее изученной является модификация. В данной работе целлюлоза Х модификации получалась обработкой исходной целлюлозы первым типом воздействия. На рис.2 приведены дифрактограммы в области первого пика, поскольку в этой области наблюдалось существенное изменение углового распределения интенсивности данном при воздействии.

У исходной целлюлозы первый пик хотя и асимметричный но единственный. Двухчасовая обработка соляной кислотой привела к разделению пика на два максимума, а трехчасовая – на три. Четырехчасовая обработка привела к образованию вновь дух максимумов. Дальнейшее увеличение времени обработки не влияло на количество максимумов, но форма и относительная интенсивность их менялись.

Угловое положение трех максимумов, появившихся после 3 часов обработки свидетельствует об образовании целлюлозы Х – модификации. Исследования методами инфракрасной спектрометрии, позволяют предположить, что данная модификация появляется при образовании промежуточных комплексов целлюлозы с кислотой: (С 6 Н 10 О 5× $4H_2 O \cdot HCl)_n$.

Целлюлоза состоит из кристаллических (упорядоченных) паракристаллических И областей. Воздействие соляной кислоты не повлияло на степень кристалличности, вплоть до образования Х модификации. Степень кристалличности измеренная помощью с высокоразрешающего дифрактометра, составила 0.71. Второй тип воздействий позволил настолько повысить степень кристалличности, что дифрактограмма образцов, после этих воздействий соответствовала микро-Третий тип кристаллической целлюлозе. воздействий понижал степень кристалличности до рентгеноаморфного состояния.



Рис.2. Дифрактограммы образцов после воздействий первого типа: а – исходная целлюлоза, б – после обработки соляной кислотой в течении 2 ч, в – 3 ч, г – 4 ч, д - 4.25 ч, е - 4.5 ч.

ДИСЛОКАЦИИ И ДИСКЛИНАЦИИ В ЦИЛИНДРИЧЕСКИХ НАНОСТРУКТУРАХ

<u>М.Ю. Гуткин</u>^{1,2}, А.Г. Шейнерман¹

 ¹ Институт проблем машиноведения РАН, Большой пр. 61, B.O., Санкт-Петербург, 199178, Россия
 ² Санкт-Петербургский государственный политехнический университет, Политехническая ул. 29, Санкт-Петербург, 195251, Россия E-mail: <u>gutkin@def.ipme.ru</u>

Современные методы дифракционных исследований реальной структуры материалов требуют знания упругих полей содержащихся в них дефектов. Это необходимо как для корректного анализа и трактовки получаемых изображений, так и для объяснения причин и условий формирования наблюдаемых дефектных конфигураций. В свою очередь, на упругие поля дефектов огромное влияние могут оказывать внешние и внутренние границы раздела – свободные поверхности образца, межзеренные и межфазные границы. Это особенно актуально для нанослойных и наноструктурных систем [1].

Применительно к плоским тонкопленочным структурам к настоящему времени решено большое количество граничных задач теории упругости для различных дефектов. Обзор решенных задач для прямолинейных и петлевых конфигураций дислокаций и дисклинаций, расположенных вблизи плоских границ раздела, содержится в книге [1]. Граничные задачи для дефектов в виде включений другой фазы рассмотрены в [1,2]. Там же даны ссылки на более ранние обзоры.

Переходя от плоских наноструктур к цилиндрическим, заметим, что число решенных граничных задач о дефектах в цилиндрических телах весьма невелико. Большинство из этих решений, полученных в начале и середине прошлого века, обсуждается в обзоре [3]. Более поздние работы, посвященные прямолинейным клиновым дисклинациям, рассмотрены в [4,5]. Из недавних работ отметим решение для круговой призматической дислокационной петли в тонком сплошном цилиндре [2].

Существующие на сегодня решения граничных задач для дефектов в цилиндрических наноструктурах позволяют исследовать вопрос об условиях зарождения дефектов и о равновесном напряженном состоянии в наиболее простых из таких систем. В настоящей работе рассмотрены несколько таких примеров для прямолинейных дислокаций [6] и дисклинаций [7] несоответствия в двухфазных нанопроволоках, состоящих из соосных сердечника и оболочки. Обсуждаются также критические условия зарождения диполя краевых дислокаций несоответствия в нанослойной гетероструктуре, представляющей собой тонкую пленку на поверхности цилиндрической полости в бесконечном теле [8].

В последние годы в разряд наиболее «горячих» объектов исследования попали углеродные и неуглеродные нанокапсулы и нанотрубки [9]. область применения которых простирается от наноэлектроники до конструкционных материалов. Поведение и свойства дефектов в таких системах практически не исследованы, хотя известны случаи их прямого наблюдения и использования в моделях формирования многослойных нанотрубок и наноконусов [9]. В то же время, предлагаемые модели оперируют в основном геометрическими представлениями и простейшими оценками. Это связано с тем, что знание упругих полей и энергий дислокаций и дисклинаций, расположенных в стенках нанотрубок, требует решения сложных граничных задач теории упругости, которые до сих пор никем не рассматривались. Ниже рассмотрено решение граничной задачи теории упругости для прямолинейной клиновой дисклинации в стенке полого упруго-изотропного цилиндра, полученное с помощью модифицированного метода виртуальных поверхностных дефектов. Оно позволяет сразу получить аналогичное решение для двухосного диполя клиновых дисклинаций и, путем предельного перехода, для прямолинейной краевой дислокации.



Рис. 1. Дислокация несоответствия на границе нанослоя и цилиндрической подложки.

Дислокации и дисклинации в двухфазных нанопроволоках

Рассмотрим двухфазную нанослойную структуру в виде цилиндрической подложки радиусом R_0 и осажденной на нее тонкой пленки толщиной H(Рис. 1). В рамках модели [6] пленка и подложка считаются упруго-изотропными твердыми телами с равными модулями сдвига G и коэффициентами Пуассона v, но различными параметрами кристаллической решетки. Дилатационное несоответствие параметров кристаллической решетки подложки *a*_s и пленки *a*_f характеризуется параметром $f = 2(a_s - a_f)/(a_s + a_f)$ и создает в цилиндре упругие поля деформаций и напряжений. При достижении параметрами системы некоторых критических значений происходит срыв когерентности сопряжения пленки и подложки на границе раздела образуется краевая дислокация несоответствия (ДН) (Рис. 1). Задача состоит в определении условий, при которых появление этой ДН становится энергетически выгодным. Полное решение этой задачи содержится в статье [6]. Оно сводится к расчету изменения энергии системы, вызванного появлением в ней ДН. Условие понижения энергии дает критерий (необходимое условие) зарождения ДН: f > $f_{c}(R_{0},H)$. Здесь критическое несоответствие $f_c(R_0, H)$ определяется выражением

$$f_{c} = \frac{b}{4\pi(1+\nu)R_{0}h(2-h)} \left(1 + \ln\frac{h(2-h+r_{0}) - r_{0}}{r_{0}} \right) + \frac{h(h-2)(h-r_{0})(h-2-r_{0})[2h(h-2-r_{0}) - 1 + 2r_{0}]}{2[h^{2} - (2+r_{0})h + r_{0}]^{2}},$$
(1)

где b – величина вектора Бюргерса ДН, h = H/R, $R = R_0 + H$, $r_0 = r_c/R$, r_c – радиус обрезания поля ДН на ее ядре.

Поверхность $f = f_c(R_0, H)$ в пространстве параметров (R_0, H, f) показана на рис. 2 для v =0.3 и $r_c = b = 0.4$ нм [6]. Эта поверхность отделяет область α , в которой зарождение ДН энергетически выгодно, от области β , в которой оно невыгодно.



Рис. 2. Поверхность $f = f_c(R_0, H)$, разделяющая области параметров α , где зарождение дислокации несоответствия энергетически выгодно, и β , где оно невыгодно.

Дальнейший анализ этой модели показал, что критическими параметрами для зарождения ДН в цилиндрической двухфазной наноструктуре служат внутренний радиус, толщина наружного слоя и величина несоответствия. Если несоответствие и внутренний радиус достаточно малы, то ДН не может зародиться ни при какой, сколь угодно большой толщине внешнего слоя.

Аналогичные задачи решались для дисклинаций несоответствия и стенок краевых дислокаций несоответствия [7]. Условимся считать, что a_f > a_s , так что пленка в исходном когерентном состоянии окажется сжатой в тангенциальном и осевом направлениях, и растянутой в радиальном направлении (в предыдущем разделе рассматривалась обратная ситуация). Параметр несоответствия удобно оставить положительным, так что определим его равенством $f = 2(a_f - a_s)/(a_f + a_s) > 0$.



Рис. 3. Удаление из пленки части материала в виде (а) клина или (b) клина и полосы.



Рис. 4. Положительная клиновая дисклинация несоответствия (а) и диполь клиновых дисклинаций несоответствия (b) в двухслойном цилиндрическом композите.

Чтобы снять часть накопленной в такой шилиндрической наноструктуре упругой энергии, вырежем и удалим из пленки часть материала в виде клина (Рис. 3a) или клина и полосы (Рис. 3b), а образовавшиеся при этом берега разреза соединим, склеим и отпустим. В результате, в первом случае на границе раздела между пленкой и подложкой появится положительная клиновая дисклинация (Рис. 4а), а во втором - такая же дисклинация на границе и противоположная ей по знаку, но равная по мощности (по величине вектора Франка), отрицательная клиновая дисклинация в объеме пленки (Рис. 4b) [4]. Вторая дефектная конфигурация представляет собой двухосный дисклинационный диполь. Мощности образовавшихся дисклинаций равны углу раствора изъятого из пленки клина. Если эти мощности удовлетворяют условиям поворотной симметрии кристаллической решетки пленки, то дисклинации являются полными, если нет, то частичными. Дислокационным аналогом частичных дисклинаций
служат оборванные эквидистантные стенки краевых дислокаций (соответственно на рис. 5а и 5b). Расстояние между дислокациями в стенках *l* и величина вектора Бюргерса дислокаций *b* связаны с мощностью дисклинаций ω равенством $b/l = 2tg(\omega/2)$ [7].



Рис. 5. Оборванные стенки краевых дислокаций в двухслойном цилиндрическом композите.

Задача определения критических условий образования таких дефектных конфигураций решалась аналогично тому, как это делалось для отдельной ДН. Например, необходимое условие зарождения отдельной дисклинации несоответствия (Рис. 4a) было получено в виде:

$$q < q_c, \ q = \frac{\omega}{8\pi(1+\nu)f}, \ q_c = \frac{a^2(a^2 - 2\ln a - 1)}{(a^2 - 1)^2},$$
 (2)

где $a = R_0/R$. Для дисклинационного диполя (Рис. 4b) с равновесной (обеспечивающей наибольший выигрыш в энергии) длиной плеча $(R_2 - R_1)$ получается обратное неравенство:

 $q > q_c^{dip}(a), q_c^{dip}(a) = \min\{q_{eq}(a,b), b \in [a,1]\},\$

$$q_{eq} = \left\{ \frac{2b(a-b)}{a^2(b^2-1)} \left(ab + b^2 - 2\ln\frac{a-b}{ab-1} - \frac{a^2-1}{ab-1} \right) \right\}^{-1},$$
(3)

где
$$a = R_1/R$$
 и $b = R_2/R$.



Рис. 6. Зависимость критических параметров q_c и q_c^{dip} от отношения радиусов подложки и цилиндра R_0/R (или от отношения толщины пленки к радиусу цилиндра H/R).

На рис. 6 изображена диаграмма состояния системы в координатах ($q, R_0/R$). На ней выделены области I, II и III, в которых энергетически выгодно образование одиночных дисклинаций несоответствия и/или равновесных дисклинационных диполей. В области I выгодно формирование одиночной дисклинации несоответствия, в области II возможно зарождение как одиночных дисклинаций, так и дисклинационных диполей, а в области III могут зарождаться только дисклинационные диполи. Важно отметить, что дисклинации и дисклинационные диполи определенной мощности могут возникать при любых значениях толщины пленки и радиуса подложки. Заметим также, что смена знака несоответствия приведет просто к превращению положительных дисклинаций в отрицательные и наоборот.

Полученные результаты, а также данные анализа дислокационных стенок (Рис. 5) и рядов дисклинаций несоответствия удобно суммировать в виде таблицы 1 [7].

Табл. 1. Условия зарождения дефектов несоответствия в цилиндрических наноструктурах

Дефект несоответствия	Условия зарождения
Одиночная дисклинация	$\omega < \omega_c(R_0/R, f)$
Ряд клиновых дисклинаций	$\omega < \omega_{cN}(R_0/R, f, N)$
Равновесный дисклинаци- онный диполь	$\omega < \omega_c^{dip}(R_0/R, f)$
Одиночная дислокация или дислокационная стенка	$ f > f_m(R_0)$ и $H_{c1}(R_0,f) < H < H_{c2}(R_0,f)$

 ω_c , ω_{cN} , ω_c^{dip} – критические мощности дисклинаций; N – число дисклинаций в ряду; f_m – минимальное критическое несоответствие; H_{c1} и H_{c2} – границы интервала толщин пленки, внутри которого возможно зарождение ДН.

Диполь дислокаций несоответствия на границах пленки на поверхности цилиндрической полости

Рассмотрим двухфазную цилиндрическую наноструктуру, представляющую собой пленку на поверхности цилиндрической полости в бесконечной среде (подложке) причем упругие модули пленки и подложки одинаковы. Несоответствие параметров кристаллических решеток пленки a_1 и подложки a_2 определяется как $f = 2(a_1-a_2)/(a_1+a_2)$. На поверхностях пленки могут зародиться краевые дислокации противоположных знаков, образующие диполь ДН (Рис. 7).

Решение этой задачи аналогично предыдущим. В работе [8] показано, что условия зарождения дислокаций несоответствия зависят от того, прорастает пленка в подложку или нарастает на нее. В первом случае ДН могут образоваться, если толщина этой пленки превысит некоторую критическую величину, которая увеличивается при уменьшении радиуса исходной (или остаю-



Рис. 7. Диполь дислокаций несоответствия на границах пленки, образовавшейся на поверхности цилиндрическом полости.

Дисклинации и дислокации в стенках полых нанотрубок

Рассмотрим положительную прямолинейную клиновую дисклинацию мощностью ω в стенке полого бесконечно длинного упругоизотропного цилиндра с внутренним радиусом R_1 и внешним радиусом R_2 (Рис. 8а). Дисклинация расположена на расстоянии R_0 от оси цилиндра. Задача состоит в том, чтобы найти поля напряжений дисклинации, удовлетворяющие ее определению [4], уравнениям классической линейной изотропной упругости и граничным условиям на свободных поверхностях цилиндра:

 $\sigma_{rr}(r=R_i)=0, \quad \sigma_{ro}(r=R_i)=0, \quad i=1,2$ (4)



Рис. 8. Клиновая дисклинация в стенке полого цилиндра (а) и ряды непрерывно распределенных виртуальных клиновых дисклинаций (b).

Решение задачи получено с помощью модифицированного метода виртуальных поверхностных дефектов [1], когда решение ищется в виде суперпозиции базовых полей: поля реального дефекта и полей виртуальных дефектов, распределенных по поверхности тела (Рис. 8b). Эти поля должны быть известны и удовлетворять определениям дефектов и уравнениям теории упругости. Тогда задача сводится к отысканию таких функций распределения виртуальных дефектов по поверхности тела, которые обеспечивают выполнение граничных условий. Полученные аналитические решения представлены в виде рядов Фурье. На рис. 9 показана карта распределения напряжения σ_{rr} для случая $R_0 = 0.6R_2$ и $R_1 = 0.3R_2$, демонстрирующая выполнение первого из граничных условий (4). Значения напряжений даны в единицах $G\omega/[2\pi(1-\nu)]$.



Рис. 9. Поле напряжений σ_{rr} клиновой дисклинации, расположенной в стенке полого цилиндра.

Используя это решение и известное представление краевой дислокации как предельного случая двухосного диполя клиновых дисклинаций [4], можно сразу выписать решение аналогичной граничной задачи для краевой дислокации. Для этого надо лишь построить суперпозицию решений для дисклинационного диполя с плечом d и выполнить предельные переходы $d \to 0$ и $\omega \to b/d$, где b – величина вектора Бюргерса дислокации.

Таким образом, получены решения граничных задач линейной теории упругости для прямолинейных клиновых дисклинаций и краевых дислокаций в упруго-изотропном полом цилиндре.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (грант № 04-01-00211) и Фонда содействия отечественной науке.

[1] Гуткин, М. Ю., Овидько, И. А., Физическая механика деформируемых наноструктур. Том II. Нанослойные структуры. СПб, Янус, 2005, 352 с.

[2] Овидько, И. А., Шейнерман, А. Г., Наномеханика квантовых точек и проволок. СПб, Янус, 2004, 165 с.

[3] Eshelby, J. D., In: Dislocations in Solids, Ed. F. R. N. Nabarro, Vol. 1, Amsterdam, North-Holland, 1979, p. 167.

[4] Владимиров, В. И., Романов, А. Е., Дисклинации в кристаллах, Л., Наука, 1986, 224 с.

[5] Gryaznov, V. G. and Trusov, L. I., Progr. Mater. Sci., **37**, 290 (1993).

[6] Gutkin, M. Yu., Ovid'ko, I. A. and Sheinerman, A. G., J. Phys.: Condens. Matter, **12**, 5391 (2000).

[7] Sheinerman, A. G. and Gutkin, M. Yu., Phys. stat. sol. (a), **184**, 485 (2001).

[8] Sheinerman, A. G. and Gutkin, M. Yu., Scripta Mater., **45**, 81 (2001).

[9] Харрис, П., Углеродные нанотрубы и родственные структуры. Новые материалы XXI века. М., Техносфера, 2003, 336 с.

КАЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ РЕШЕНИЙ УРАВНЕНИЙ ТАКАГИ ДЛЯ ГЕТЕРОСТРУКТУР С ПЕРЕМЕННОЙ ЭЛЕКТРОННОЙ ПЛОТНОСТЬЮ

<u>А.А. Дышеков</u>¹, Ю.П. Хапачев, Р.Н. Кютт² ¹Кабардино-Балкарский государственный университет, г. Нальчик, ул. Чернышевского, 173 ²Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН

rsa@kbsu.ru

Динамическая дифракция в модулированных структурах относится к одному из перспективных рентгеновской кристаллооптики. направлений Модуляция, как правило, осуществляется с помощью изменения деформации по глубине структуры. Очевидно, для практических целей особое значение имеют гетероэпитаксиальные композиции, деформация в которой вызывается когерентным сопряжением эпитаксиальных слоев различного состава, в частности, на основе соединений $A^{III}B^{V}[1, 2].$

Если в кристалле осуществляется дополнительная модуляция электронной плотности, то возникает сложное взаимодействие "геометрических" факторов, связанных с интерференцией волн, и "физических" факторов, определяющих интенсивность рассеяния рентгеновской волны с атома-МИ.

Влияние на волновое поле изменения электронной плотности было рассмотрено в [3] для сверхрешеток (СР) и в [4] для структуры с переходным слоем.

В случае, если рассматривается только деформация в кристалле, то основной характеристикой, непосредственно связанной с волновым полем. оказывается параметр когерентности ξ [5]. Эта величина, впервые введенная для СР, пропорциональна амплитуде деформации ε₀:

$$\xi = \frac{2\pi L_{ext}\varepsilon_0}{\lambda}\sin\theta \tag{1}$$

Здесь использована нормировка на длину экстинкции L_{ext}. Остальные обозначения стандартные. Для простоты мы рассматриваем только симметричную дифракцию.

Физический смысл параметра когерентности Е для случая СР обсуждался в [6]. Согласно [6], величина Е определяет синфазное когерентное рассеяние на периоде СР. А именно, рассеяние происходит синфазно, если $|\xi| < 1$, и несинфазно, если $|\xi| \sim 1$. Эти результаты можно распространить и на случай непериодического поля деформаций при условии монотонного спадения деформации по глубине кристалла.

Тот факт, что в случае чистой деформации имеется единственный параметр, ответственный за волновое поле – параметр когерентности {, позволяет, в частности, эффективно строить динамическую теорию для СР, основанную на методе зонных диаграмм [7].

Общий случай, учитывающий как деформацию, так и изменение состава кристалла по глубине [3, 4], потребовал проведения специальной процедуры симметризации уравнений Такаги с целью определения минимального числа необходимых параметров волнового поля. Эта процедура привела к появлению новой характеристики - обобщенного параметра когерентности:

$$\widetilde{\xi} = \left[\left(\xi - f \chi_0 \alpha_0 \left(1 - \frac{\gamma_H}{\gamma_0} \right) \right)^2 + 4 f^2 \eta^2 \chi_H \chi_{\overline{H}} \alpha_H \alpha_{\overline{H}} \frac{\gamma_H}{\gamma_0} \right]^{\frac{1}{2}}$$
(2)

Здесь $\alpha_{0,H} = \frac{\Delta F(0,H)}{F(0,H)}$ – амплитуды относитель-

ного изменения структурного фактора решетки в направлении вектора обратной решетки \vec{H} . Выражение для $\tilde{\xi}$ получено в предположении, что изменение состава и деформации происходят синфазно и по одному закону. Это допущение строго оправдано для гетероструктур со слоями твердого раствора замещения при условии выполнения линейного закона Вегарда.

Таким образом, четыре параметра ξ , α_0 , α_H и α_{*н*} оказываются связанными единым соотношением согласно (2). При этом уравнения Такаги переходят в систему вида [3]:

$$\frac{d\mathbf{V}}{d\tau} = \left(\widetilde{\mathbf{A}} + X(\tau)\widetilde{\mathbf{B}}\right)\mathbf{V},\qquad(3)$$

где V – искомый вектор-столбец, выражающийся через амплитуды E_0 и $E_{\rm H}$, $\widetilde{\mathbf{A}}$ – постоянная матрица, соответствующая дифракционному рассеянию в идеальном кристалле,

$$\widetilde{\mathbf{B}} = i2\widetilde{\xi} \begin{pmatrix} 0 & 0 \\ 0 & -1 \end{pmatrix}$$

– "возмущающая" матрица, связанная с изменением деформации и электронной плотности по единому закону (модели) $X(\tau)$, τ – нормированная на L_{ext} координата в глубь структуры.

Согласно (3), структура уравнений, описывающих динамическую дифракцию, соответствует случаю чистой деформации. Этот результат означает, что описание динамической дифракции в общем случае изменения электронной плотности и деформации может быть сведено к частному случаю чистой деформации путем формальной замены $\xi \to \tilde{\xi}$. В связи с этим величина $\tilde{\xi}$ названа в [3, 4] обобщенным параметром когерентности. Вместе с тем необходимо отметить, что указанное соответствие имеет в значительной степени формальный характер, поскольку величины ξ и $\alpha_0, \alpha_H, \alpha_H$ имеют разный физический смысл и поразному влияют на распространение рентгеновской волны.

Из (2) следует, что в гетероструктуре с переменной электронной плотностью и деформацией существует принципиальная возможность обращения величины $\tilde{\xi}$ в ноль. То есть, в данном случае структура в дифракционном отношении выглядит как идеальный кристалл с модифицированной электронной плотностью, влияние которой сводится к дополнительному преломлению для проходящей и дифрагированной волн. В частности эта ситуация реализуется в гетероструктуре с полностью согласованными слоями, то есть без деформации. Как известно, такие структуры создаются на основе четырехкомпонентных твердых растворов, а значит, электронная плотность оказывается модулированной. В этом случае дифракционная картина в целом будет соответствовать идеальному кристаллу.

Применимость качественных аналитических методов при исследовании задач динамического рентгеновского рассеяния обусловлена общим свойством различных физических систем и процессов – наличием параметрического влияния характеристик среды на формирование волнового поля.

С точки зрения теории дифракции несомненный интерес представляет выяснение влияния структурных параметров – толщин деформированных слоев, градиентов и амплитуды деформации – на характеристики кривой дифракционного отражения. В дальнейшем мы будем рассматривать задачу рентгенодифракционного анализа именно в этом аспекте.

Качественные аналитические методы, использующие теорию устойчивости [8] позволяют выделить характерные особенности, связанные с общими свойствами различных профилей деформаций. Такой подход был впервые для СР [5-7]. Рассмотрим кратко физическую интерпретацию возможных типов решений уравнений Такаги с точки зрения теории устойчивости.

Устойчивый характер решения системы уравнений Такаги означает, что падающая рентгеновская волна свободно распространяется в глубь кристалла. Если же решение неустойчиво, то затухание волны в этом случае будет связано с экстинкцией, и, как следствие, "выталкиванию" падающей волны из кристалла с формированием дифракционного максимума в геометрии Брэгга. Такая интерпретация дифракционной картины в применении к СР и была использована в [7].

Тип решений определяется соотношениями между угловой отстройкой от точного угла Брэгга и структурными характеристиками кристалла и деформационного профиля.

Таким образом, основные качественные особенности волнового поля в кристалле с заданным профилем деформации могут быть получены без решения уравнений Такаги на основании только параметрических соотношений. Более того, такой анализ можно проводить для целых классов различных деформационных профилей, имеющих лишь некоторые характерные общие свойства.

Однако следует иметь ввиду, что выводы теории устойчивости обычно формулируются как достаточные условия, оставляя открытыми вопросы, связанные с необходимостью получаемых соотношений между параметрами.

Покажем применение методов качественного анализа для конкретного класса кристаллических структур с модулированной электронной плотностью в случае динамической рентгеновской дифракции по Брэггу.

Запись системы уравнений Такаги в форме (3) явно выделяет "основную" матрицу **A**, собственные значения которой дают волновые вектора преломленной и дифрагированной волн в идеальном кристалле, и "возмущающую" матрицу **B**(τ), пропорциональную обобщенному параметру когерентности $\tilde{\xi}$.

Рассмотрим деформационные поля в полубесконечном кристалле, убывающие по нормали в глубь кристалла до нуля на бесконечности. Воспользуемся результатом теории устойчивости [8], который применительно к рассматриваемому случаю формулируется следующим образом.

Если система вида (3), где $\tilde{\mathbf{A}}$ – постоянная матрица, такова, что система

$$\frac{d\mathbf{V}}{d\tau} = \widetilde{\mathbf{A}}\mathbf{V}$$

устойчива, и выполняется условие

$$\int_{0}^{\infty} X(\tau) d\tau < \infty, \tag{4}$$

то решения (3) остаются ограниченными при $\tau \rightarrow \infty$.

Как известно, условие устойчивости решений уравнений Такаги для идеального кристалла в случае дифракции по Брэггу ограничивает угловой интервал областями, лежащими вне области полного дифракционного отражения.

Для выполнения условия (4) достаточно, чтобы деформация убывала на глубине с градиентом

$$\left|\frac{dX}{d\tau}\right| > \frac{const}{\tau^2}$$

Или, иначе, функциональная зависимость профиля деформации по глубине должна допускать асимптотическую оценку

$$X(\tau) \sim \tau^{-\alpha}, \ \alpha > 1.$$

Это условие заведомо удовлетворяется для профилей экспоненциального типа, асимптотика которых имеет, например, такой вид:

$X(\tau) \sim e^{-a\tau}$

Кроме того, ясно, что произвольная многослойная эпитаксиальная структура (пленкаподложка) удовлетворяет условию (4).

Таким образом, угловая область полного дифракционного отражения от кристалла с переменным градиентом деформации, удовлетворяющим условию (4), такая же, как от идеального кристалла и не зависит от параметров нарушенного слоя. Сам же характер затухания в области полного дифракционного отражения, разумеется, будет различным для каждого конкретного случая.

В функцию $X(\tau)$ входят параметры, определяющие модель структуры: толщины слоев, глубины их залегания, переходные области между слоями, градиент деформации и т. д. Соответственно, аналитическое выражение для интеграла (4) будет содержать некоторые соотношения между указанными параметрами. Если ограничиться лишь профилями, монотонно убывающими на бесконечности, то можно выделить некоторое общее свойство.

Из условия (4) в этом случае следует существование некоторой приведенной "эффективной толщины" h, на которой происходят наиболее существенные изменения структуры волнового поля по отношению к идеальному кристаллу. При этом 1/h задает скорость убывания (градиент) деформации и электронной плотности по глубине структуры. Таким образом, величина $\tilde{\xi}h$ является характерным "масштабом" дифракционной задачи и должна рассматриваться как один из специфических параметров для данных условий дифракционной задачи.

Указанные качественные выводы подтверждаются конкретными расчетами для СР [3] и кристалла с переходной областью [4].

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ 05-02-16137.

[1] Херман М. Полупроводниковые сверхрешетки. М.: Мир, 1989. 240 с.

[2] Алферов Ж.И. ЖТФ, **32**, № 1, с.3 (1998).

[3] Дышеков А.А., Хапачев Ю.П. Поверхность, № 2, с.59-63 (2005).

[4] Дышеков А.А., Хапачев Ю.П. Барашев М.Н., Кютт Р.Н., Багов А.Н. Поверхность, № 6, с.13-17 (2005).

[5] Дышеков А.А., Хапачев Ю.П. Успехи физики металлов, 2. № 4, с.281 (2001).

[6] Хапачев Ю.П., Дышеков А.А. Теория динамической рентгеновской дифракции в сверхрешетках. Нальчик, 2002. 95с.

[7] Дышеков А.А., Хапачев Ю.П., Тарасов Д.А. ФТТ, 38. Вып.5, с.1375-1386 (1996).

[8] Демидович Б.П. Лекции по математической теории устойчивости. М.: Наука, 1967. 472 с.

ДИНАМИЧЕСКИЙ РАСЧЕТ КАРТ ОБРАТНОГО ПРОСТРАНСТВА ЧАСТИЧНО РЕЛАКСИРОВАННЫХ МНОГОСЛОЙНЫХ СТРУКТУР НЕКОМПЛАНАРНЫМ МНОГОВОЛНОВЫМ МЕТОДОМ.

<u>А.Н. Ефанов¹</u>, В.П. Кладько¹, И. С. Савельева²

¹ Институт физики полупроводников им. Лашкарева НАН Украины, Киев, пр. Науки 41, 03028 ² Киевский национальный университет им. Тараса Шевченка efa@hotbox.ru

Для исследования внутренней структуры кристаллического твердого тела методами рентгеноструктурного анализа простых кривых дифракционного отражения бывает недостаточно. Посему возникает необходимость в более информативных методах измерения, так называемых двухмерных картах распределения интенсивности. Наиболее распространенный вид таких карт представляет собой совмещенное $\omega/2\theta$ и ω сканирование - так называемые карты обратного пространства. Анализ полученных картин очень часто производиться просто эмпирическим методом

Для более качественного анализа необходимо моделирование подобных карт распределения интенсивностей. Однако существующие на сегодня методы основаны либо на кинематических моделях либо на не блещущих точностью уравнениях Такаги. Более развитая и точная плосковолновая динамическая теория имеет существенное ограничение - отсутствие информации о направлении дифрагированного луча.

В данной работе, наиболее точный на сегодняшний день алгоритм расчета дифракции [1] от слоистых структур [2], применен для построения карт обратного пространства.

Некомпланарная многоволновая дифракция рентгеновских лучей в слоистых структурах.

В [1] разработан алгоритм расчета некомпланарной многоволновой дифракции в параллельной пластинке, в [2] данный подход расширен на случай многослойной структуры. В данной работе предложен альтернативный [2] алгоритм расчета, схожий в ключевых моментах, однако выведенный независимо, справедливый не только для полностью напряженной структуры и не содержащий некоторых ошибок при интерпретации фазовых множителей.

Основные свойства предложенного метода:

- рассматриваются плоские волны;
- уравнение распространения и граничные условия рашаются без упрощений;
- любая геометрия (Брэгг, Лауэ, Брэгг-Лауэ);
- 3D моделирование в обратном пространстве и 1D в прямом
- весь возможный угловой диапазон;

- точный учет любой поляризации и информация о поляризации вышедших лучей;
- нет принципиальных ограничений на количество точек обратного пространства принимающих участие в дифракции
- все расчеты производятся для x,y,z компонент волновых векторов, векторов дифракции и полей

Решение дисперсионного уравнения.

Уравнение распространения для векторов напряженности электрического поля в периодической среде для N точек обратного пространства имеет вид:

$$(k_{h_n}^2 - 1)\vec{E}_{h_n} = (\vec{k}_{h_n} \cdot \vec{E}_{h_n})\vec{k}_{h_n} + \sum_{m=0}^{N-1} \chi_{h_n - h_m}\vec{E}_{h_m} , \quad (1)$$

где \vec{k}_{h_n} - вектор дифракции соответствую-

щий вектору обратной решетки h_n (тут и далее все волновые вектора и вектора обратной решетки поделены на длину волнового вектора в вакууме K), \vec{E}_{h_n} - соответствующая напряженность электрического поля, $\chi_{h_n-h_m}$ - Фурье компоненты поляризуемости, рассчитываема написанной в рамках данной работы программой с открытыми исходными кодами [3].

Для перехода к скалярным уравнениям представим все вектора в декартовых координатах:

$$\begin{split} \vec{k}_{h_n} &= (X_n - x)\vec{i} + (Y_n - y)\vec{j} + (Z_n - z)\vec{k} = \\ &= x_n\vec{i} + y_n\vec{j} + (Z_n - z)\vec{k} \\ \vec{E}_{h_n} &= E_n^x\vec{i} + E_n^y\vec{j} + E_n^z\vec{k} \;, \end{split}$$

где X_n, Y_n, Z_n - координаты точек обратного пространства, а x, y, z - координаты начал волновых векторов.

Тогда уравнение (1) примет вид (2):

$$\begin{pmatrix} (C-zI)^2 + B^2 - G^2 & -AB & -A(C-zI) \\ -AB & (C-zI)^2 + A^2 - G^2 & -B(C-zI) \\ -A(C-zI) & -B(C-zI) & A^2 + B^2 - G^2 \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} E_x \\ E_y \\ E_z \end{pmatrix} = 0$$

где матрицы размера [N*N] $I = \{\delta_{nm}\},\$ $A = \{\delta_{nm} \cdot x_n\}, B = \{\delta_{nm} \cdot y_n\}, C = \{\delta_{nm} \cdot Z_n\},\$ $X = \{\chi_{h_n - h_m}\}, G = (I + X), \delta_{nm}$ - символ Кронекера. Матрицы E_x, E_y, E_z - векторстолбцы размером [1*N] напряженностей, типа:

$$E_x = (E_0^x, E_1^x, ..., E_{N-1}^x)^T$$
,
Т - значит транспонированный.
Введя два вектор-столбца:
 $E_y = (C - zI)E_x - AE_z$ и
 $E_w = (C - zI)E_y - BE_z$

после преобразований сведем (2) к системе: $Q \cdot E_4 = z \cdot E_4$,

$$E_{z} = -(I + X)^{-2} (AE_{v} + BE_{w})$$
(3)

где $E_4 = (E_x, E_y, E_v, E_w)^T$, а матрица Q размером [4N*4N] равна:

$$\begin{pmatrix} C & 0 & AG^{2}A - I & AG^{2}B \\ 0 & C & BG^{2}A & BG^{2}B - I \\ B^{2} - G^{2} & -AB & C & 0 \\ -AB & A^{2} - G^{2} & 0 & C \end{pmatrix}$$
(4)

Таким образом, первое уравнение в (3) является дисперсионным уравнением из которого можно найти вектора дифракции в среде, а в комбинации со вторым уравнением, еще и волновые поля соответствующие всем дифрагированным лучам (с точностью до неизвестного коэффициента C_i^m).

Однако для нахождения истинных значений амплитуд волн в слое необходимо применение граничных условий.

Граничные условия:

Граничные условия для электромагнитных волн в среде имеют вид:

$$E_t = const, \ D_n = const,$$

$$H_t = const, \ B_n = const$$
(5)

где n - нормальные компоненты, t - тангенциальные.

Для второго и третьего условия можно воспользоваться тем фактом, что:

$$\begin{split} \vec{D}_h &= \vec{E}_h + \sum_{h'} \chi_{h-h'} \vec{E}_{h'} \\ \vec{H}_h &= [\vec{k}_h \times \vec{E}_h]. \end{split}$$

Четвертое соотношение при магнитной проницаемости среды $\mu=1$ (что практически всегда справедливо для рентгеновских лучей[4]) сводиться к первому [1].

Запишем волну в кристалле:

$$E^{x,y,z}(r) = \sum_{n=0}^{N-1} e^{-i\vec{k}_{\perp n}\vec{r}_{\perp} + iZ_n t + iC_n} \sum_{j=0}^{4N-1} c_j E_{nj}^{x,y,z} e^{-iz_j t}$$

где константа интегрирования C_n , для непрерывности фазы между слоями, должна равняться: $C_n = \vec{k}_{\perp n} \vec{r}_n - Z_n t$, t - толщина текущего слоя.

На границе между слоем (m) и (m-1) условия (5) в матричном виде будут иметь вид:

$$c_{m}E_{m}^{x} = c_{m-1}E_{m-1}^{x}F_{m-1}$$

$$c_{m}E_{m}^{y} = c_{m-1}E_{m-1}^{y}F_{m-1}$$

$$c_{m}(I + X_{m})E_{m}^{z} = c_{m-1}(I + X_{m-1})E_{m-1}^{z}F_{m-1}$$

$$c_{m}(E_{m}^{zy} - B_{m}E_{m}^{z}) = c_{m-1}(E_{m-1}^{zy} - B_{m-1}E_{m-1}^{z})F_{m-1}$$

$$c_{m}(A_{m}E_{m}^{z} - E_{m}^{zx}) = c_{m-1}(A_{m-1}E_{m-1}^{z} - E_{m-1}^{zx})F_{m-1}$$

$$r_{\text{де матрица}} F_{m} = \{\delta_{ij} \exp(iz_{j}^{m}t^{m})\},$$

$$c_{m} = \{\delta_{ii} \cdot c_{i}\} \text{ и } E_{n}^{zx,y} = \{z_{i} * E_{n}^{x,y}\}.$$

$$(6)$$

На верхней границе структуры, состоящей из М слоев (1 - верхний, М - подложка), условия (6) примут вид:

$$c_{1}E_{1}^{x} = E_{0}^{x} + E_{up}^{x}$$

$$c_{1}E_{1}^{y} = E_{0}^{y} + E_{up}^{y}$$

$$c_{1}(I + X_{1})E_{1}^{z} = E_{0}^{z} + E_{up}^{z}$$

$$c_{1}(E_{1}^{zy} - B_{1}E_{1}^{z}) = K^{z}(E_{0}^{y} - E_{up}^{y}) - B(E_{0}^{z} + E_{up}^{z})$$

$$c_{1}(A_{1}E_{1}^{z} - E_{1}^{zx}) = K^{z}(E_{up}^{x} - E_{0}^{x}) + A(E_{0}^{z} + E_{up}^{z})$$
И на нижней границе:
$$(7)$$

$$c_{M} E_{M}^{x} = E_{dwn}^{x} \varphi_{M}$$

$$c_{M} E_{M}^{y} = E_{dwn}^{y} \varphi_{M}$$

$$c_{M} (I + X_{M}) E_{M}^{z} = E_{up}^{z} \varphi_{M}$$

$$c_{M} (E_{M}^{zy} - B_{M} E_{M}^{z}) = (K^{z} E_{dwn}^{y} - B E_{dwn}^{z}) \varphi_{M}$$

$$c_{M} (A_{M} E_{M}^{z} - E_{M}^{zx}) = (A E_{dwn}^{z} - K^{z} E_{dwn}^{x}) \varphi_{M}$$
В уравнениях (7) и (8) введены обозначения: $E_{0}^{x,y,z}$ - падающий на структуру луч, $E_{up}^{x,y,z}$ - матрица дифрагированных вверх (Брег)
лучей, $E_{dwn}^{x,y,z}$ - матрица дифрагированных вниз (Лауэ) лучей, φ_{M} - фаза вышедшей из структу-

ры волны, $K_z = \{-\delta_{ni}\sqrt{1-(x_n^2+y_n^2)}\}$. Если из уравнений (7) и (8) исключить неизвестные дифрагированные волны, получим 4 уравнения:

$$c_{1}(E_{1}^{zx} + K_{z}E_{1}^{x} + A_{1}X_{1}E_{1}^{z}) = 2K^{z}E_{0}^{x}$$

$$c_{1}(E_{1}^{zy} + K_{z}E_{1}^{y} + B_{1}X_{1}E_{1}^{z}) = 2K^{z}E_{0}^{y}$$

$$c_{M}(E_{M}^{zx} - K_{z}E_{M}^{x} + A_{M}X_{M}E_{M}^{z})F_{M} = 0$$

$$c_{M}(E_{M}^{zy} - K_{z}E_{M}^{y} + B_{M}X_{M}E_{M}^{z})F_{M} = 0.$$
(9)

В более компактном виде (9) будет выглядеть так:

$$S_u c_1 = 2K^z E_0^{xy}, (10)$$

$$S_d F_M c_M = 0.$$

Уравнения (6) можно представить в компактном виде (достаточно 4 уравнения из 5-ти):

$$S_{m+1}c_{m+1} = S_m F_m c_m$$
(11)

где матрицы S_m можно выбрать, например, так:

$$S_{m} = \begin{pmatrix} E_{m}^{x} \\ E_{m}^{y} \\ E_{m}^{zy} - BE_{m}^{z} \\ AE_{m}^{z} - E_{m}^{zx} \end{pmatrix}$$
(12)

Последовательно применяя формулу (11) для всех слоев получим рекуррентное соотношение:

$$c_{M} = (S_{M})^{-1} S_{M-1} F_{M-1} (S_{M-1})^{-1} \cdot \dots \cdot (S_{2})^{-1} S_{1} F_{1} c_{1}$$

или компактнее:
$$c_{M} = S_{\Sigma} c_{1}.$$
 (13)

 $c_M = S_{\Sigma} c_1$. (13) При помощи уравнений (10) и (13) можно рассчитать c_1 и c_M . Далее из (7) и (8) можно найти дифрагированные лучи:

$$\begin{pmatrix} E_1^x \\ E_1^y \\ (I+X_1)E_1^z \end{pmatrix} \cdot c_1 = \begin{pmatrix} E_0^x \\ E_0^y \\ E_0^z \\ E_0^z \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} E_{up}^x \\ E_{up}^y \\ E_{up}^z \\ E_{up}^z \end{pmatrix}$$
(14)

$$\begin{pmatrix} E_{M}^{x} \\ E_{M}^{y} \\ (I+X_{M})E_{M}^{z} \end{pmatrix} \cdot F_{M}c_{M} = \begin{pmatrix} E_{dwn}^{x} \\ E_{dwn}^{y} \\ E_{dwn}^{z} \\ E_{dwn}^{z} \end{pmatrix} \cdot \varphi_{M}$$
(15)

Проблема данного решения заключается в том, что при больших толщинах слоев матрица F_n становиться бесконечно большой для корней z_j с отрицательной мнимой частью [5]. Решение данной проблемы предложено в [6] и проанализировано в [7]. Применим данный подход.

Корректное решение для толстых слоев.

Отсортируем корни дисперсионного уравнения (3) z_j по уменьшению мнимой части (корней с положительной и отрицательными мнимыми частями одинаковое количество [6]) и разобьем матрицы S_m и F_m размера [4N*4N] в (11) соответственно на матрицы размера [2N*2N] и матрицу c_m [4N*1] на две [2N*1]:

$$\begin{pmatrix} c_{m+1}^{+} \\ c_{m+1}^{-} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} X_m^{11} & X_m^{12} \\ X_m^{21} & X_m^{22} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} F_m^{+} & 0 \\ 0 & F_m^{-} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} c_m^{+} \\ c_m^{-} \end{pmatrix}$$
(16)

Тогда можно записать, что: $(c^+,)$ $(M^{11}, M^{12})(c^+)$

$$\begin{pmatrix} c_{m+1}^{+} \\ c_{m}^{-} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} M_{m}^{11} & M_{m}^{12} \\ M_{m}^{21} & M_{m}^{22} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} c_{m}^{+} \\ c_{m+1}^{-} \end{pmatrix}$$
(17)
rge

$$M_{m}^{12} = X_{m}^{12} (X_{m}^{22})^{-1},$$

$$M_{m}^{11} = (X_{m}^{11} - M_{m}^{12} X_{m}^{21}) F_{m}^{+},$$

$$M_{m}^{22} = (F_{m}^{-})^{-1} (X_{m}^{22})^{-1},$$

$$M_{m}^{21} = -M_{m}^{22} X_{m}^{21} F_{m}^{+}.$$

$$M_{m}^{21} \text{ Tak:}$$

$$\binom{c_{m}^{+}}{c_{1}^{-}} = \binom{W_{m}^{11} \quad W_{m}^{12}}{W_{m}^{21} \quad W_{m}^{22}} \binom{c_{1}^{+}}{c_{m}^{-}}$$
(18)
$$\Gamma_{d}^{\text{Tge}}$$

$$W_{m+1}^{11} = -M_m^{11} (W_m^{12} M_m^{21} - I)^{-1} W_m^{11}, \qquad (19)$$

$$W_{m+1}^{12} = M_m^{12} - M_m^{11} (W_m^{12} M_m^{21} - I)^{-1} W_m^{12} M_m^{22}, \qquad (19)$$

$$W_{m+1}^{21} = W_m^{21} - W_m^{22} M_m^{21} (W_m^{12} M_m^{21} - I)^{-1} W_m^{11}, \qquad (19)$$

$$W_{m+1}^{22} = W_m^{22} (I - M_m^{21} (W_m^{12} M_m^{21} - I)^{-1} W_m^{12}) M_m^{22}. \qquad (10)$$

Применяя уравнения (19) последовательно для всех слоев начиная от поверхности (для первого слоя $W_1^{11} = W_1^{22} = I \quad W_1^{12} = W_1^{21} = 0$) и учитывая граничные условия (10) можно найти:

$$c_{1} = S_{1}c_{1}^{+},$$

$$c_{1}^{+} = (S_{u}^{+} + S_{u}^{-}S_{1})^{-1}E_{0},$$

$$c_{M}^{-} = S_{M}c_{M}^{+},$$

$$c_{M}^{+} = (I - W_{M}^{12}S_{M})^{-1}W_{M}^{11}c_{+}^{1},$$

$$F_{M}^{-}$$

$$S_{M} = -(F_{M}^{-})^{-1}(S_{d}^{-})^{-1}S_{d}^{+}F_{M}^{+},$$

$$S_{1} = W_{m}^{21} + W_{m}^{22}S_{M}(I - W_{m}^{12}S_{M})^{-1}W_{m}^{11}.$$
(19)

Подставив полученные c_1 и c_M в уравнения (14) и (15) можно определить все компоненты дифрагированных лучей (нулевые элементы в матрицах $E_{up}^{x,y,z}$ и $E_{dwn}^{x,y,z}$ представляют собой соответственно отраженный и прошедший лучи).

Данный подход лишен проблем с толстыми слоями, поскольку матрица содержащая возрастающие экспоненты F_M^- везде фигурирует в инвертированном виде.

Моделирование карт обратного пространства.



Рис.1. Ход лучей на поверхности структуры состоящей из слоев из двух различных материалов.

Приведенный выше метод рассчитывает все волны выходящие из кристалла без учета их направления. Посему для моделирования реального эксперимента с конечным детектором необходим дополнительный расчет направления дифрагированных лучей.

На рис. 1 представлена схема, поясняющая дифракцию лучей в многослойной структуре, состоящей из двух различных материалов.

Вектора \vec{K}_0 и \vec{K}_h - соответственно падающий и дифрагированный лучи, О и О' – точки начала падающего луча (центры окружностей с радиусами К) для сплошных и пунктирных линий соответственно, \vec{h}_S и \vec{h}_L - вектора обратной решетки подложки и слоя в воздухе, вдоль прямой LM наблюдается сателитная структура картины дифракции. Если слои абсолютно напряжены, прямая LM будет параллельна нормали \vec{n} , если абсолютно релаксированы – параллельна вектору \vec{h}_S (тогда вектора \vec{h}_S и \vec{h}_L коллинеарны). На рис. 1 изображен случай частично релаксированных слоев.

Пусть координаты концов векторов h_s $(h_{xs}, h_{ys}, h'_{zs})$ и \vec{h}_L $(h_{xl}, h_{yl}, h'_{zl})$ $(h'_{zs}$ и h'_{zl} пересчитанные для воздуха), начала и конца вектора \vec{K}_h (K_x, K_y, K_z) и (x_h, y_h, z_h) . Тогда конец вектора \vec{K}_h будет находиться из условия нахождения этой точки на сфере с центром в точке O и радиусом K, а так же прямой LM:

$$\frac{x_h - h_{xs}}{h_{xl} - h_{xs}} = \frac{y_h - h_{ys}}{h_{yl} - h_{ys}} = \frac{z_h - h'_{zs}}{h'_{zl} - h'_{zs}}$$
(20)

$$(x_h - K_x)^2 + (y_h - K_y)^2 + (z_h - K_z)^2 = 1$$

Решениями этой системы будут два корня, из которых выбирается наиболее близкий к концу дифрагированного от подложки вектора. Таким образом можно найти направление вектора \vec{K}_h от структуры для данного угла падения.

К_h от структуры для данного угла падения.

Поскольку ω-скан для плосковолновой динамической теории представляет собой δфункцию (монохроматическая волна и никакой угловой расходимости), необходимо вводить некоторую аппаратную функцию - например Гамма-функцию, функцию Лоренца или просто прямоугольную щель. Для построения карты обратного пространства проводится анализ: попадает ли угол между проекцией дифрагированного луча в плоскость дифракции и положением детектора (однозначно определяется из условия связанного $\omega/2\theta$ сканирования) в аппаратную функцию. Если попадает – выводиться рассчитана для данного угла падения интенсивность, если нет - ноль. На рис. 2 представлена экспериментальная карта для рефлекса 113 8-слойной сверхрешетки InGaAs/GaAs. На рис. 3 - промоделированная описанным выше методом полностью напряженная такая же структура.





Рис. 3. Рассчитанная карта

Выводы.

Предложенный метод позволяет рассчитывать карты обратного пространства от многослойных структур с произвольными напряжениями и локальными разориентациями в слоях.

Рассчитать карту обратного пространства предложенным методом можно и на базе любого плосковолнового подхода - просто надо спроектировать на плоскость дифракции все вектора в системе, однако правомерность такого подхода необходимо анализировать в каждом случае отдельно. Использование описанного выше трехмерного алгоритма моделирования дифракции избавляет от лишних операций и гарантирует правильность расчета для планарных структур.

Поскольку алгоритм расчета взаимодействия рентгеновских лучей с структурой является многолучевым, описанным в выше методом можно смоделировать карту обратного пространства в случае одновременной дифракции нескольких лучей. Однако данная задача выходит за рамки данных тезисов и, возможно, будет реализована в дальнейшем.

Учет влияния неидеальностей в плоскости структуры в данной модели пока невозможен.

[1] Stetsko Y.P., Chang S.-L. Acta Cryst A. 1997. V. 53. P. 28.

[2] Souvorov A., etc Phys. Rev. B 70, 224109, 2004

[3] http://efa.hotbox.ru/hi.html

[4] Authier A. Dynamical Theory of X-Ray Diffraction. New York: Oxford Press, 2001. 661 p.

[5] Кон В.Г. ФТТ 1977. V. 19. № 12. С. 3567.
 [6] Кон В.Г. Металлофизика. 1988. V. 10. №

C. 78.
 [7] Stepanov S.A., Kondrashkina E.A., Kohler

R., etc. Phys Rew B. 1998. V. 57. № 8. P. 4829.

РЕНТГЕНОВСКАЯ ТОПОГРАФИЯ И ДИФРАКТОМЕТРИЯ КРИСТАЛЛОВ CdTe И CdHgTe

<u>Р.А. Заплитный</u>, И.М.Фодчук, Т.А.Каземирский

Черновицкий национальный университет им. Ю.Федьковича, Коцюбинского 2, 58012, Черновцы, Украина e-mail: <u>ss-dpt@chnu.cv.ua</u>, <u>ifodchuk@chnu.cv.ua</u>

Монокристаллы CdTe широко используются в качестве подложек при эпитаксиальном выращивании пленок твердых растворов CdHgTe, а также при изготовлении солнечных элементов и детекторов рентгеновского и гамма-излучения [1]. При практическом использовании этих приборов весьма важна их стабильность при длительной работе, существенным образом зависящая от внутренней структуры и от состояния поверхности материала.

Для эпитаксиального выращивания легированных полупроводниковых твердых растворов Cd_xHg_{1-x}Te методом испарения-конденсациядиффузия из заданными электрофизическими параметрами используется имплантация ионов As в нелегированные подложки CdTe [2]. На первоначальных стадиях эпитаксиального роста значительную роль играет состояние поверхности и реальная структура используемой подложки. В связи с этим возрастают требования к качеству обработки и контроля структурного совершенства такого рода кристаллов [3,4].

В данной работе проведены рентгеноструктурные исследования подложек CdTe после ионной имплантации ионами As (E=100кэВ и D=1·10¹⁵cm⁻²). Монокристаллы выращены методом Бриджмена с ориентацией входной плоскости (111). Исследовались также эпитаксиальные слои Cd_xHg_{1-x}Te (x=0.23) выращенные методом испарение-конденсация-диффузия на нелегированных подложках CdTe (111). Толщина нарощеных слоев составляла \approx 51 мкм.

Среди многочисленных методов прямого исследования структуры и поверхности кристаллов наиболее информативными являются методы, основанные на анализе дифракционного отражения рентгеновских лучей [5]. Эти методы являются неразрушающими, бесконтактными, экспрессными, владеют высокой чувствительностью к разному типу искажений кристаллической решетки. Одним из таких методов является метод рентгеновской топографии в косонесиметричной геометрии на отражение, который позволяет совершать пошаговый анализ структуры тонких приповерхностных слоев толщиной менее 1мкм [6].В отличие от традиционных симметричной и асимметричной схем дифракции, в косонесиметричной схеме вектор нормали к входной плоскости не лежит в плоскости рассеяния. Реализация случаев скользящего падения рентгеновских лучей на кристалл осуществляется использованием асимметричных кристаллографических отражений от плоскостей, угол разориентации которых ψ с входной плоскостью кристалла незначительно превышает брэгговский угол ($\psi \ge \theta$). По аналогии со случаем многоволновой дифракции углы падения γ_0 и отражения γ_h рентгеновских лучей, а соответственно и толщина экстинкции L_{ext} являются функциями углов θ , ψ , ϕ , т.е.

$$\gamma_{0} = -\cos\theta\cos\phi\sin\psi + \sin\theta\cos\psi \qquad (1)$$

$$\gamma_{h} = -\cos\theta\cos\phi\sin\psi - \sin\theta\cos\psi \qquad (2)$$

$$L_{ext} = \frac{\lambda}{|\chi_{h}|} \sqrt{\gamma_{0}|\gamma_{h}|}$$

При $\gamma_0 \rightarrow 0 \phi \rightarrow \phi_{\kappa p}$ (рис.1.) происходит значительное расширение фронта дифрагированной волны $b = |\gamma_h| / \gamma_0$ и $L_{ext} \rightarrow 0$. Это позволяет послойно получать топограммы от тонких приповерхностных слоев кристалла.

Предельный угол азимутального сканирования $\phi_{0,h}$, при котором происходит переход от дифракции Лауэ к дифракции Брэгга (рис.1.), определяется из условия:

$$\cos\varphi_{0h} = \pm tg\theta_{B}ctg\psi \tag{3}$$



Рис.1 Особенные области азимутальных углов поворота φ при вращении кристалла вокруг вектора дифракции: $\gamma_0 < 0$ – случай дифракции Лауэ, $\gamma_0 \ge 0$ – случай дифракции Брэгта. В области углов $0 \ge \gamma_0 \rightarrow 0$ – полное внешнее отражения, в области $0 \le \gamma_0 \le \gamma_{\rm kp.}$ – дифракция Брэгта и эффект полного внешнего отражения рентгеновских лучей.

При имплантации ионов As в приповерхностные слои CdTe возникает значительное их розупорядочение и повреждение с образованием значительных концентраций точечных дефектов в двух подрешетках, а также кластерных образований, поверхностных дислокаций и дефектов упаковки [7]. Имплантированные ионы As, в определенной мере, заполняют анионные узлы кристаллической решетки. Это в свою очередь приводит к миграции ионов в сторону поверхности подложки и, как следствие, к уменьшению напряжений в приповерхностных слоях кристалла [8]. Это соответствующим образом отображается на рентгеновских топограмах и кривых качания.

На рис.2 приведены наиболее характерные топограммы, полученные в асимметричной (рис.2а) и косонесимметричной (рис.2б,в) схемах дифракции. В имплантированной части кристалла (А), наблюдается искривление и размытие рефлексов линий дублета СиКа12 (440). Причиной этому являются как объемные нарушения кристаллической решетки – наличие фрагментарной структуры и малоугловых границ (рис.2а), так и градиент периода решетки поверхностных слоев в определенных кристаллографических направлениях. Кроме того, на рис.2б наблюдаются механические повреждения поверхности образца: микроцарапины, граница раздела между имплантированной и неимплантированной областями, а также отдельные, размерами от 60 до 300 мкм и плотностью $\approx 10^3$ см⁻², не дифрагирующие рентгеновские лучи, локальные области. Эти области в отдельных случаях могут быть как кристаллическими, так и аморфными включениями другой фазы, или порами.



Рис.2. Рентгеновские топограммы монокристалла CdTe. Входная плоскость (111): a) асимметричная схема дифракции: отражение (440), \times 18 L_{ext}=2.6 мкм; б, в) косонесимметричная схема: отражение (511), \times 18, б) L_{ext}=0.53 мкм, в) L_{ext}=0.35 мкм, (CuK α - излучение). А – имплантированная область; В – неимплантированная

При уменьшении глубины экстинкции до 0.35 мкм область кристалла (А) уже слабо дифрагирует рентгеновские лучи (рис.2в). Такая картина обусловлена значительными розупорядочениями и повреждениями поверхностных слоев, вследствие имплантации ионов As, и, возможно, образованием аморфного слоя толщиной ~ 0.35 мкм. Для получения количественных данных (величины деформаций, толщины поврежденного слоя) использовался метод двукристального спектрометра в бесдисперсионной схеме дифракции (n, -n), 333- и 444-отражений в симметричной геометрии Брэгга для СиКа₁-излучения.

На кривых дифракционного отражения (рис.3), полученных от имплантированных образцов, характерно увеличение асимметрии формы кривой и значений ее полуширины (~в 2-2,5 раза). Вблизи основного максимума интенсивности наблюдаются незначительные по амплитуде затухающие осцилляции. Обусловлено это, в основном, наличием в имплантированной области градиента межплоскостного расстояния вдоль нормали к поверхности. Такие градиентные изменения периода решетки составляют 1,1·10⁻⁴÷2,3·10⁻⁴Å.



Рис. 3. Кривые дифракционного отражения CdTe; отражение (333) CuKα - излучение.
— неимплантированная часть кристалла;
— имплантированная часть кристала

На основе полукинематического приближения рассеяния рентгеновских лучей проведено численное моделирование кривых дифракционного отражения [9,10]. Это дало возможность оценить толщину искаженного слоя для кристаллов CdTe после имплантации ионов As дозой $D=1\cdot10^{15}$ см⁻² и энергией E=100кэВ ~ 0.3 \div 0.35 мкм, общая область значительных структурных нарушений ~ 0.6 \div 0.8 мкм от поверхности. Глубина последней хорошо коррелирует глубине проникновения ионов As в кристалл CdTe по данным SIMS [7].

Определены также структурные изменения в эпитаксиальных слоях Cd_xHg_{1-x} Те после многократной ионной имплантации. Многократная имплантация используется для получения более однородного профиля имплантированного слоя, что существенным образом влияет на електрофизические свойства и структурнное совершенство эпитаксиальных слоев CdHgTe. Многократная имплантация проводилась путем изменения типа имплантированных ионов и их доз. В нашем случае это двукратное имплантирование ионов As: сначала дозой D₁=1·10¹⁵ см⁻² (рис.46,в область 2), а затем часть кристалла дозой D₂=5·10¹⁴ см⁻² (рис.46,в область 3). Энергия имплантированных ионов 100кэВ.

Исходные образцы как следует из топограмм (рис.4а) неоднородны и имеют фрагмен-



Рис.4 Топограммы эпитаксиальных слоев CdHgTe a) до имплантации, отражение (440), $\times 18$ L_{ext}=2.6 мкм; б, в) после имплантации, отражение (511), $\times 16$: б) L_{ext}= 1 мкм; в) L_{ext}= 0.35мкм; (CuK α - излучение).

Из серии топограмм полученных, для разных значений глубины экстинкции определено толщину аморфизированного слоя и глубину распределения значительных структурных повреждений (рис.4 б,в).

Кривые дифракционного отражения для имплантированных эпитаксиальных слоев имеют сложную форму с характерными осциляциями на "хвостах" (рис.5). По отношению к необлученным образцам для них характерно существенное увеличение полуширины (~в 1.5 раза). Уширение кривой отражения позволяет оценить среднюю плотность дислокаций [10]. Для всех образцов наблюдается возрастание их плотности в сравнении с неимплантированными образцами до $9.4 \cdot 10^5$ см⁻² при дозе D₁ и $1.24 \cdot 10^7$ см⁻² при дозе D₁+ D₂.

Увеличение дозы имплантации приводит к уменьшению пиковой интенсивности кривых отражения. Это может быть связано с ростомтолщины аморфизированного слоя, до 0.3 мкм для однократной и 0.38 мкм для двукратной имплантации и увеличения слоя значительных структурных разупорядочений до 1.5 мкм.



Рис.5 KBO CdHgTe ; отражение (333), CuKα-излучение.

□— доза имплантации D₁;

■— доза имплантации D₁+D₂

На основании численного решения уравнений Такаги проведено моделирование кривых качания для заданных профилей деформации [11]. Используя методы решения прямой и обратной задачи рентгеновской дифракции уточнены профили распределения деформации в имплантированных ионами As поверхностных слоях CdHgTe.



Рис. 6 Профили распределения деформации в ионно-имплантированных кристаллах CdHgTe □— доза имплантации D₁;

■— доза имплантации D₁+D₂

Характерные профили распределения деформаций представлены на рис.6. С ростом дозы имплантации происходит увеличение глубины залегания максимума деформации и его протяженности. При этом максимум деформации и ее интегральное значение растут пропорционально дозе имплантации: $2.2 \cdot 10^{-4}$ для дозы D₁ и $5 \cdot 10^{-4}$ для дозы D₁+D₂.

[1] Rogalski A. Mercury cadmium telluride photodiodes at the beginning of the next millennium // Defence Science Journal.– Vol.**51**, №1.– P.5-34. (2001).

[2] A.Vlasov, V.Pysarevsky, O.Storchun, A.Shevchenko, A.Bonchyk, H.Pokhmurska, A.Barcz, Z.Swiatek Thin Solid Films.-vol.**144** P.403-404 (2002).

[3] А. Байдуллаева, А.И. Власенко, В.А. Гнатюк, Б.К. Даулетмуратов, П.Е. Мозоль. ФТП, **23**, 56 (1993).

[4] А. Байдуллаева, А.И. Власенко, А.В. Любченко, П.Е. Мозоль, А.В. Понедилок. Неорг. матер., **36**, 1 (2000).

[5] Мачулин В. Ф., Хрупа В. Н. Рентгеновская диагностика структурного совершенства слабо искаженных кристаллов. – Киев: Наукова думка, – 192 с. (1995).

[6] Фодчук И.М., Кшевецкий С.А., Стецко Ю.П., Мельничук И.В., Полянко В.С. Косонесимметричная рентгеновская топография приповерхностных слоев монокристаллов // УФЖ. -т.**35**, №3. - С.444-449 (1990).

[7] А. Власов, А. Бончик, И. Фодчук, Р. Заплитный Рентгеноструктурные методы анализа эпитаксиальных слоев CdHgTe // Сборник науных трудов "Електромагнітні та акустичні методи неруйнівного контролю матеріалів та виробів" Выпуск 9, Львов, С. 155-159,(2004).

[8] А.П.Власов, О.П.Сторчун, А.Ю.Бончик, И.М.Фодчук, Р.А.Заплитный, А.Барч, З.Свентек, В.П.Омельянчук Твердофазное легирование елементами V группы периодической таблицы эпитаксиальных слоев CdxHg1-хTe // Науковый весник ЧНУ выпуск **237**,Черновцы,С.99–08 (2005).

[9] Кютт Р.Н. Трехкристальная дифрактометрия сверхрешеток и других многослойных эпитаксиальных структур // Металлофизика и новейшие технологии.–**24**, №4.–С.497-512. (2002).

[10] Боуен Д.К., Таннер Б.К. Высокоразрешающая рентгеновская дифрактометрия и топография. – Санкт-Петербург: Наука, 2002.

[11] Authier A. Dynamical Theory of X-Ray Diffraction.–N.Y.: Oxford University Press,-p.661. (2001).

О ТОЧНЫХ РЕЗУЛЬТАТАХ В ТЕОРИИ КОНДЕНСИРОВАННОГО СОСТОЯНИЯ. КРИТИЧЕСКИЙ ОБЗОР

А.Ю. Захаров

Новгородский государственный университет им. Ярослава Мудрого, Великий Новгород, Россия <u>ayz@novsu.ac.ru</u>

Работа содержит краткий критический обзор сушествующих подходов в теории конденсированного Показана состояния. ограниченность некоторых общепринятых Представлены результатов. новые точные результаты для континуальных и решёточных моделей.

- Первопринципные подходы. Проблема стабильности материи в рамках квантовой механики. Теорема Дайсона–Ленарда. Адиабатическое разложение Борна-Оппенгеймера. Контр-примеры.
- Проблема нахождения многочастичной волновой функции и одночастичные аппроксимации. 13 проблема Гильберта. Приближение Хартри-Фока. Теорема Колмогорова–Арнольда.
- 3. Проблема полноты и непротиво-речивости статистической механики. Проблемы. связанные с эргодической гипотезой. Проблема эквивалентности ансамблей статистической механики. Дискуссия Гросса и Лавенды. Проблема фазовых переходов в системах. Проблема фазовых "малых" переходов в существенно неравновесных системах.
- Дальнодействующие взаимодействия и неэкстенсивная термодинамика Цаллиса. Проблема существования термодинамического предела и теорема Рюэля. Катастрофические потенциалы и системы с нетермодинамическим

поведением. Статус приближения эффективного поля.

- Механизмы фазовых переходов (Кац, Мартынов). Квазисредние в статистической механике. Однофазный и многофазный подходы.
- Подход ББГКИ и проблема замыкания цепочки уравнений. Принцип ослабления корреляций и его ограничения. Приближение Кирквуда и теория жидкого состояния вещества.
- 7. Теории кристаллического состояния вещества (Власов, Тябликов, Базаров и др.).
- 8. Континуальные модели статистической механики (модели Тонкса, Такахаши, Каца-Уленбека-Хеммера). Метод функционального интегрирования в классической статистической механике Элвардс. (Зубарев. Зигерт). Метол коллективных переменных и неадекватные приближения.
- Решёточные модели (Изинг, Онзагер, Баксер). Точные результаты для моделей Гайзенберга.
- Теорема об элементарных возбуждениях в классической статистике. Теорема об эквивалентности классической статистической механики нелинейной теории поля.
- Теорема о связи микроканонического ансамбля и канонического ансамбля с мнимой температурой. Строгий подход к статистической термодинамике наносистем.

^[1] Zakharov, A.Yu. Physics Letters A. 147, 442 (1990).

^[2] Захаров А.Ю., Локтионов И.К. Теоретическая и математическая физика. 119, 167 (1999).

^[3] Захаров А.Ю. Известия РАН, серия физическая. 68, 938 (2004).

^[4] Zakharov, A.Yu. International Journal of Quantum Chemistry. 100, 442 (2004).

РЕНТГЕНОВСКАЯ ИНТЕРФЕРЕНЦИОННАЯ ТОПОГРАФИЯ ЭПИТАКСИАЛЬНОЙ СИСТЕМЫ Si/GeSi/Si (001) В УСЛОВИЯХ СФЕРИЧЕСКОЙ ВОЛНЫ

А.С. Ильин¹, А.П. Василенко¹, <u>Е.М. Труханов</u>¹, А.В. Колесников¹, А.А. Федоров²

¹ Институт Физики Полупроводников СО РАН, Новосибирск, пр. Лаврентьева, 13 ² L-NESS and INFM Dipartimento di Fisica del Politecnico di Milano Via Anzani 52, Como 22100, Italy E-mail: trukh@isp.nsc.ru

Представлены данные по топографическим исследованиям интерференционных эффектов при дифракции рентгеновских лучей в структуре Si/GeSi/подложка Si. Данная структура приготовлена с помощью молекулярно-лучевой эпитаксии и представляет собой пленочный рентгеновский интерферометр. Схема структуры приведена на рис. 1, *а*. В области клинообразной части слоя GeSi его толщина примерно линейно изменяется в пределах $0 \le t \le 90$ нм. Состав слоя твердого раствора Ge_{0.09}Si_{0.91} определен из дифрактометрических измерений, выполненных в области постоянной толщины слоя t=90 нм.

Топограмма (рис. 1, δ) получена в рефлексе 004 излучения СиК α с использованием сферически изогнутого монохроматора [1, 2]. В качестве монохроматора использовалась пластина кремния толщиной 400 мкм с ориентацией поверхности (225) и радиусом кривизны около 6 м. Изогнутый монохроматор дает на выходе сходящийся пучок, что позволяет визуализировать кривую дифракционного отражения (КДО). Переход от одной точки топограммы к другой в направлении проекции д эквивалентен повороту кристалла вокруг Брэгговской оси. Таким образом, на топограмме по вертикали изменяется угол падения излучения θ в пределах 200".

В правой части топограммы видны узкие горизонтальные периодичные полосы, параллельные центральной широкой полосе. Их интенсивность уменьшается при увеличении абсолютного значения величины θ. Форма денситометрической кривой, записанной в направлении, перпендикулярном этим полосам, соответствует типичной КДО с дополнительными максимумами маятникового решения, которые наблюдаются в случае тонкого кристалла. При этом угловой период между соседними полосами на топограмме составляет около 18 угловых секунд. Это же угловое расстояние зарегистрировано между соседними Пенделлозунг максимумами экспериментальных кривых дифракционного отражения. Оно соответствует толщине верхней эпитаксиальной пленки Si, равной 1 мкм и согласуется с технологическими данными.



Рис. 1. Схема эпитаксиальной структуры Si/ GeSi/подложка Si (a); рентгеновская двухкристальная топограмма в сходящемся пучке (б); расчетная топограмма (в) и изображение, синтезированное из серии двухкристальных КДО.

В левой части топограммы рис. 1, б кроме горизонтальных периодических полос, обусловленных эффектами маятникового решения, наблюдаются 4 веерообразно расходящиеся квазипериодически расположенные полосы А, В, С и D, возникновение которых обусловлено изменением толщины слоя GeSi.

Расчетная топограмма, полученная для диапазона углов -100" < θ < 100", приведена на рис. 1, в. Нуль отсчета определяется положением светлой широкой горизонтальной полосы, соответствующей пику Si на КДО. Топограмма рассчитана в полукинематическом приближении [3, 4] и демонстрирует основные особенности



Рис. 2. Расчетная топограмма гетеросистемы Si/ GeSi/подложка Si в диапазоне углов θ от -1100" до 300". Отражение Si (004). Излучение CuKα.

экспериментальной топограммы рис. 1, б. Видно, что геометрия веерообразно расходящихся полос A, B, C и D на обеих топограммах согласуется.

Для установления природы явления, обусловливающего такое поведение полос A - D, нами выполнено моделирование интерференционной картины в большом диапазоне углового положения интерференционных пиков. Расчетная топограмма приведена на рис. 2. По вертикали изменяется угол падения излучения θ (от -1100" до 300"), а по горизонтали задан профиль t в соответствии с геометрией образца: левее вертикальной линии отметок A – D величина t линейно увеличивается слева направо от 0 до 90 нм, а правее этих отметок t = 90 нм.

Вдоль полос погасания выполняется условие

$$tg(U) = -\frac{2 \cdot \Omega^2 \cdot \cos(\theta_b)}{\lambda \cdot n}$$

где U – угол наклона касательной к полосе погасания, θ_b - угол Брэгга для слоя GeSi, λ – длина волны излучения, n – номер муаровой полосы погасания и Ω - угловое расстояние от пика слоя GeSi до точки касания, равное θ - θ_b . На рис. 2 показано Ω_1 - расстояние между пиками подложки и прослойки. Для полосы A величина n=1, а для полосы D n=4. При возрастании толщины прослойки t все полосы асимптотически приближаются к верхней пунктирной линии, соответствующей углу Брэгга для твердого раствора Ge_{0.09}Si_{0.91}.

Веерообразное расположение полос погасания означает последовательное погасание Пенделлозунг максимумов КДО при изменении t. Это видно из представленной на рис. 3 серии кривых отражения 1 - 9, полученных для толщин t, равных 18.2 (кривая 1), 18.5, 18.9, 19.3, 19.7, 20.0, 20.5, 20.9 и 21.3 нм (кривая 9). Выше серии кривых приведена КДО, обозначенная "0" и вычисленная для t = 0. Если рассматривать Пенделлозунг максимумы, расположенные на левом склоне, то видно, что первый максимум (ближайший к пику), наиболее полно погасает на кривой



Рис. 3. Серия расчетных КДО вблизи пика (004) кремния. Излучение СиКа.

4, второй максимум – на кривой 3, а третий – на кривой 2.

Обнаруженный эффект представляется перспективным для прецизионного определения толщины разделительного слоя t. Для проверки этой возможности нами была построена картина рассеяния на основе серии двухкристальных КДО. Экспериментальная серия кривых отражения получена в рефлексе 004 от области образца, содержащей клинообразную прослойку GeSi. Каждая последующая кривая снималась после смещения образца относительно падающего пучка на 0.1 мм вдоль градиента изменения толщины t. Было зарегистрировано и обработано 43 кривых. Картина, синтезированная на основе КДО, приведена на рис. 1, г. Сравним данное синтезированное изображение с изображениями топограмм рис. 1, б и в.

На рисунке *в* отчетливо видно, что расположенные в правой части топограммы протяженные строго горизонтальные периодичные Пенделлозунг полосы, в левой части топограммы трансформируются в систему наклоненных отрезков, разделенных полосами погасания А - D. Концы отрезков, расположенные по разные стороны полос, сдвинуты на половину периода. Аналогичное поведение Пенделлозунг отрезков наблюдается и на рисунке *г*. Полосы погасания размыты из-за недостаточного количества экспериментальных кривых отражения.

Точность определения t наиболее высока в области 0 < t < 21.3 нм = md_{004} , где d_{004} – меж-

плоскостное расстояние, равное $a_{\rm Si}$ /4, а m - минимальное целое число, которое находится из выражения (m+1) $a_{\rm Si}$ = m $a_{\rm SiGe}$. Данное равенство определяет условие сложения рентгеновских волн «в фазе». Оно зависит от величины параметра несоответствия кристаллических решеток Si и разделительного слоя. Для слоя Ge_{0.09}Si_{0.91} величина m = 156. В диапазоне t от 18.2 до 21.3 нм точность определения t составляет 0.4 нм.

Веерообразное расположение полос погасания приводит к тому, что ни одна из кривых отражения 1 – 9 не повторяет кривую "0". Отметим, что в рамках модели Холловей [5] кривые 5 и "0" должны иметь одинаковый вид. На кривых с номерами 2, 3 и 4 последовательно погасают третий, второй и первый Пенделлозунг максимумы левого склона КДО, а на кривых с номерами 6, 7 и 8 погасают первый, второй и третий максимумы правого склона. Кривая с номером 5 наиболее симметрична, на ней не погасает ни один из максимумов. Основной максимум КДО, соответствующий углу Брэгга для Si, на ней выражен наиболее отчетливо.

- [1] Федоров А.А., Колесников А.В., Василенко А.П., Ревенко М.А., Никифоров А.И., Соколов Л.В., Труханов E.M. Интерференционные эффекты при рентгеновских дифракционных И топографических исследованиях структур с квантовыми ямами.// Поверхность, 2002, №9, c. 53 - 58
- [2] A.A. Fedorov, E.M. Trukhanov, A. P. Vasilenko, A.V. Kolesnikov and M.A. Revenko X-Ray Interference Topography Investigation of Si/Ge_xSi_{1-x}/Si(001) Heterosystem// J. of Physics D : Applied Physics, v.36 (21 May 2003) A44-A48.
- [3] Kyutt R.N., Petrashen P.V. and Sorokin L.M. Strain profiles in ion- doped silicon obtained from X-ray rocking curves.// Phys. Stat. Sol. (a), 1980, vol.60, pp. 381-389
- [4] Milita S. And Servidori M. Damage in ion implanted silicon measured by x-ray diffraction.// J. Appl. Phys., 1996, vol.79, N 11, pp. 8278-8284
- [5] Holloway H. X-ray interferometry and its application to determination of layer thickness and strain in quantum-well structures.// J. Appl. Phys., 1990, v.67, N10, p. 6229-6236

ТЕОРИЯ ДИФРАКЦИИ НА СВЕРХРЕШЕТКЕ СО СЛОЖНЫМ ПЕРИОДОМ

<u>Д.В. Казаков¹</u>, В.И. Пунегов^{1,2}, Н.Н. Фалеев³

¹⁾Сыктывкарский государственный университет, 167001 г. Сыктывкар, Октябрьский проспект, 55.

²⁾ Коми научный центр УрО РАН, 167001, г. Сыктывкар, ул. Коммунистическая, 24.

³⁾ University of Delaware, 19716 Delaware, USA, 140 Evans Hall, Newark

kazakovdimv@mail.ru

Современные достижения технологии выращивания позволяют легко изменять потенциал и зонную структуру полупроводниковой сверхрешетки для получения новых уникальных оптических, транспортных и акустических свойств. Межплоскостное расстояние отражающих атомных плоскостей в таких системах изменяется периодически вдоль одного направления, как правило, направленного в глубь кристалла. Важную роль в электрофизических свойствах сверхрешеток играет композиционный состав, а также структурные дефекты [1].

Конструкция сверхрешетки со сложным (политипным) периодом приводит к тому, что в процессе молекулярно-лучевой эпитаксии возникают флуктуации композиционного состава и концентрации элементов. В результате концентрация некоторых элементов может варьироваться от периода к периоду. Подобные колебания накладывают дополнительную модуляцию на сверхрешетку. Для анализа процесса дифракции рассмотрим следующую модель сверхрешетки: многослойная структура состоит из М периодов; каждый период с номером m (m=1,2,..M) состоит из *N*-слоев толщиной *l*, причем *K* из *N* слоев формируют сверхрешетку одного сорта (сверхрешетка I), а оставшиеся (N-K)-слои формируют сверхрешетку другого сорта (сверхрешетка II). Таким образом толщина каждого *т*-го периода модулированной сверхрешетки равна N·l, а толщина все сверхрешетки равна M·N·l. Схема структуры представлена на рисунке рис. 1. Каждый период сверхрешетки I состоит из P слоев различного химического состава, толщиной

 l_p^I , межплоскостным расстоянием d_p^I (p=1,...,P



Рис.1 Схема сверхрешетки со сложным периодом.

и деформацией Δd_p^I . Соответственно, каждый период сверхрешетки II состоит из R слоев различного состава с параметрами l_r^{II} , d_r^{II} и Δd_r^{II} (r=1,...,R).

Для модулированной сверхрешетки введем понятие среднего межплоскостного расстояния *d*:

$$d = \frac{K \cdot \sum_{p=1}^{P} d_{p}^{I} l_{p}^{I} + (N - K) \cdot \sum_{r=1}^{R} d_{r}^{II} l_{r}^{II}}{N \cdot l}$$

Амплитудный коэффициент отражения R_c от рассматриваемой сверхрешетки со сложным периодом равен:

$$\begin{split} R_{c} &= i \cdot e^{i(M-1) \left(K \sum_{p=1}^{p} A_{p}^{l} p_{p}^{l} + (N-K) \sum_{r=1}^{R} A_{r}^{ll} p_{r}^{l} \right)} L_{S} \cdot \\ & \cdot \left(R_{c}^{I} + R_{c}^{II} e^{i2K \sum_{p=1}^{p} A_{p}^{l} p_{p}^{l}} \right) \\ R_{c}^{I} &= e^{i(K-1) \sum_{p=1}^{p} A_{p}^{l} p_{p}^{l}} F_{S}^{I} L_{S}^{I} \\ R_{c}^{II} &= e^{i(N-K-1) \sum_{r=1}^{R} A_{p}^{l} p_{r}^{l}} F_{S}^{II} L_{S}^{I} \\ R_{c}^{II} &= e^{i(N-K-1) \sum_{r=1}^{R} A_{p}^{l} p_{r}^{l}} + (N-K) \sum_{r=1}^{R} A_{r}^{ll} p_{r}^{ll} \right) \\ L_{S} &= \frac{\sin \left(M \left(K \sum_{p=1}^{p} A_{p}^{l} p_{p}^{l} + (N-K) \sum_{r=1}^{R} A_{r}^{ll} p_{r}^{ll} \right) \right)}{\sin \left(K \sum_{p=1}^{p} A_{p}^{l} p_{p}^{l} + (N-K) \sum_{r=1}^{R} A_{r}^{ll} p_{r}^{ll} \right) \\ L_{S}^{I} &= \frac{\sin \left((N-K) \sum_{p=1}^{R} A_{p}^{l} p_{p}^{l} \right)}{\sin \left(\sum_{p=1}^{P} A_{p}^{l} p_{p}^{l} \right)} \\ L_{S}^{II} &= \frac{\sin \left((N-K) \sum_{r=1}^{R} A_{r}^{ll} p_{r}^{ll} \right)}{\sin \left(\sum_{p=1}^{R} A_{p}^{ll} p_{p}^{ll} \right)} \\ A_{p,r}^{I,II} &= \hat{\eta} + \frac{2\pi \Delta d_{p,r}^{I,II}}{d^{2}} \end{split}$$

$$F_{S}^{I} = \sum_{p=1}^{P} a_{hp}^{I} \cdot f_{p}^{I} \frac{\sin\left(A_{p}^{I}l_{p}^{I}\right)}{A_{p}^{I}} e^{i\left(A_{p}^{I}l_{p}^{I} + 2\sum_{\sigma=1}^{p-1} A_{\sigma}^{I}l_{\sigma}^{I}\right)}$$
$$F_{S}^{II} = \sum_{r=1}^{R} a_{hr}^{II} \cdot f_{r}^{II} \frac{\sin\left(A_{r}^{II}l_{r}^{II}\right)}{A_{r}^{II}} e^{i\left(A_{r}^{II}l_{r}^{II} + 2\sum_{\sigma=1}^{r-1} A_{\sigma}^{II}l_{\sigma}^{II}\right)}$$

 L_{S} и $L_{S}^{I,II}$ носят смысл интерференционных функций Лауэ. Суммы $\sum_{\sigma=1}^{p-1} A_{\sigma}^{I} l_{\sigma}^{I}$ и $\sum_{\sigma=1}^{r-1} A_{\sigma}^{II} l_{\sigma}^{II}$ для p=1 и r=1 равны нулю. Величины F_{S}^{I} и F_{S}^{II} представляют собой структурные амплитуды для сверхрешеток первого и второго типа соответственно. Параметр $\hat{\eta}$ через угловые отстройки связан с координатами в обратном пространстве (подробнее см. [2]).

Распределение когерентно рассеянной интенсивности в обратном пространстве вычисляется по формуле:

$$I_h^c(q_x,q_z) = \left(\left| R_c(q_z) \cdot E_0 \cdot W(q_x) \right| \right)^2$$

где $W(q_x)$ ширина засветки поверхности сверхрешетки, E_0 амплитуда волны падающей на поверхность сверхрешетки, q_x и q_z - координаты обратного пространства. Из выражений для $I_h^c(q_x,q_z)$ и R_c следует, что распределение когерентно рассеянного излучения в обратном пространстве зависит от числа периодов M, количества периодов составляющих подрешетки первого и второго типа K и (*N*-*K*), толщины слоев l_p^I и l_r^{II} , их композиционного состава (a_{hp}^{II} , a_{hr}^{II} , Δd_p^I , Δd_r^{II}), а также структурного совершенства (f_p^I и f_r^{II}).

В частном случае сверхрешетки с периодом одного типа (N=K=1) амплитудный коэффициент отражения равен:

$$R_{c} = ie^{i(M-1)\sum_{p=1}^{P}A_{p}^{I}l_{p}^{I}}\frac{\sin\left(M\sum_{p=1}^{P}A_{p}^{I}l_{p}^{I}\right)}{\sin\left(\sum_{p=1}^{P}A_{p}^{I}l_{p}^{I}\right)}F_{S}^{I}$$

Данное решение совпадает с аналогичным выражением для амплитудного коэффициента отражения в работе [3].

Распределенные в объеме сверхрешетки дефекты формируют диффузное рассеяние, угловое распределение которого будет определяться типом дефектов, их размерами и концентрацией.

Зависимость диффузного рассеяния от координат обратного пространства определяется соотношениями:

Коэффициенты $\mu_{p,r}^{I,II}$ отвечают за поглощение в соответствующих слоях, μ^{I} - средний коэффициент поглощения в периоде в сверхрешетке первого типа, μ^{II} - в сверхрешетке второго типа, μ - средний коэффициент поглощения в периоде сверхрешетки. Параметры τ_{p}^{I} и τ_{r}^{II} - соответствующие корреляционные площади в слоях сверхрешетки.

Полученные решения использовались нами для анализа экспериментальных данных. Методом высокоразрешающей дифрактометрии проведены измерения отраженной интенсивности от сверхрешетки InSb/In_{1-x}Ga_xSb/InSb/InAs, где x – концентрация галлия. Кривая дифракционного отражения (КДО) и карта углового распределения интенсивности рассеяния изображены на рисунках 2 и 3, соответственно. Исследуемая структура содержала свыше 50 периодов. В качестве буферного слоя между сверхрешеткой и подложкой использован слой GaSb. Толщина слоев InSb соответствовала одному монослою (1 ML), ожидаемая толщина слоя In_{1-x}Ga_xSb равна 9 нм, слоя InAs, соответственно, 4,5 нм. Предполагалось, что каждый период сверхрешетки идеально повторяет все предыдущие, за исключением того, что флуктуации концентрации In привели к появлению дополнительной модуляции. Это явилось причиной того, что в спектре КДО между основными пиками возник ряд дополнительных сателлитов.

Численными расчетами были найдены следующие параметры: число слоев в модулированной системе N=5, где K=1; толщина слоя InAs 4,5 нм, In_{1-x}Ga_xSb - 9,1 нм, InSb – 1 ML; относительная концентрация Ga в первой сверхрешетке x_1 =0.364, во второй сверхрешетке x_1 =0.2. Результаты моделирования в рамках когерентного приближения приведены на рис.2



Рис.2 Экспериментальная и расчетная (когерентная составляющая) КДО от сверхрешетки InSb/In_{1-x}Ga_xSb/InSb/InAs



Рис.3 Карта углового распределения интенсивности рассеяния от сверхрешетки InSb/In_{1-x}Ga_xSb/InSb/InAs

Работа выполнена при финансовой поддержке целевой программы «Развитие научного потенциала высшей школы» (проект РНП.2.1.1.3425) [1] Херман М. Полупроводниковые сверхрешетки.-М.: Изд-во мир, 241с. (1989)

[2] Nesterets Y.I.. Punegov V.I.. Acta. Cryst., A56, 540 (2000)

[3] Пунегов В.И., Нестерец Я.И., Письма в ЖТФ, **20**, 62 (1994)

ТЕОРИЯ ДИФРАКЦИИ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ НА МНОГОСЛОЙНОЙ СТРУКТУРЕ С ПОВЕРХНОСТНЫМ РЕЛЬЕФОМ

<u>А.В. Карпов¹</u>, В.И. Пунегов^{1,2}

¹Сыктывкарский государственный университет, Октябрьский проспект 55, Сыктывкар, Россия ²Коми научный центр УрО РАН, ул. Коммунистическая 24, Сыктывкар, Россия

e-mail: punegov@syktsu.ru

Сравнительно новыми элементами в рентгеновской оптике являются многослойные дифракционные решетки (МДР). Эти структуры имеют высокую эффективность вне области полного внешнего отражения благодаря многослойному покрытию в комбинации с дисперсионными свойствами рельефной структуры поверхностной решетки. МДР применяются в различных спектроскопических исследованиях в качестве высокоразрешающих узкополосных монохроматоров и энергетических сепараторов. Рельеф МДР формируется периодическим расположением в горизонтальном направлении латерально ограниченных многослойных зеркал (штрихов решетки). Как правило, штрихи имеют прямоугольное сечение (рис.1)



Однако современные технологии (см., например, [1]) позволяют изготовлять наноструктурированные поверхности произвольной формы, включая волнистую поверхность (рис.2).

В работе теоретически исследуется отражательная способность и угловое распределение интенсивности рассеяния от МДР синусоидальным поверхностным рельефом (рис.2).



Следует отметить, что модель поверхностной решетки с синусоидальным рельефом рассматривалась при изучении дифракции света от металлической решетки [2] и рентгеновских лучей от полимерной решетки [3]. Для кристаллического пространства такая модель теоретически не рассматривалась.

В рамках динамической теории дифракции

амплитудный коэффициент отражения от многослойного зеркала толщиной *L* имеет вид

$$E_{s}^{h}(q_{z},z) = \langle a_{h} \rangle f_{s} \cdot \frac{e^{i(q_{z}+\xi_{z})z} \left(e^{i\xi L}-e^{i\xi z}\right)}{\xi_{1}e^{i\xi L}-\xi_{2}} F(q_{x})$$

где $\xi = \xi_{1}-\xi_{2}, \quad \xi_{1} = (\xi-q_{z})/2,$
 $\xi_{2} = -(\xi+q_{z})/2, \quad \xi = \sqrt{q_{z}^{2}-4\langle a_{H} \rangle^{2}}.$

Угловые параметры $q_z = \frac{2\pi}{\lambda} \cos \theta_B \cdot \varepsilon + 2a_0$, и

$$q_x = \frac{2\pi}{\lambda} \sin \vartheta_B (2\omega - \varepsilon)$$
 связаны с поворотом

образца ω и анализатора \mathcal{E} , соответственно. Здесь

$$a_h = [\chi_1 - \chi_2] C \sin(h d_1 / 2) / (\lambda \sin \vartheta) ,$$

где $\chi_{1,2}$ - рентгеновские восприимчивости среды первого и второго слоя периода зеркала $d = d_1 + d_2$, C –поляризационный фактор, $h = 2\pi/d$, λ - длина волны рентгеновских лучей, \mathcal{G} - угол скольжения падающего рентгеновского пучка. Коэффициент $a_0 = \pi \frac{\chi_1 \langle d_1 \rangle + \chi_2 \langle d_2 \rangle}{\lambda \cdot sin(\mathcal{G}) \langle d \rangle}$ определяет преломле-

ние и поглощение рентгеновских лучей в многослойной структуре. Величина $F(q_x)$ зависит от ширины засветки поверхности.

Рассмотрим модель синусоидального рельефа $\zeta(x) = (l/2)(1 - \sin(\kappa x + \alpha))$, где $\kappa = 2\pi/\Lambda$, Λ -период, l – высота рельефа, α – фазовая постоянная. Амплитуда отражения рентгеновских лучей от волнистой структуры имеет вид

$$E_G^h(q_x,q_z) = L_G(q_x)E_1^h(q_x,q_z)$$

где $L_G(q_x) = \sum_{n=1}^N \exp(iq_x\Lambda n)$ - интерференцион-

ная функция поверхностной решетки, N- число ее периодов (штрихов).

Амплитуда волны, отраженной от единичного периода решетки запишется как

$$E_{1}^{h}(q_{x},q_{z}) = ia_{h} \int_{-\Lambda/2}^{\Lambda/2} dx \int_{0}^{\zeta(x)} dz \exp(i(q_{x}x + q_{z}z))$$

После преобразований, получаем:

$$E_{1}^{h}(q_{x},q_{z}) = \begin{cases} \frac{ia_{h}\pi l}{\kappa}\operatorname{sinc}(\nu)\left(1+\nu\frac{i\cos\alpha+\nu\sin\alpha}{\nu^{2}-1}\right), & q_{z}=0\\ i\left(a_{h}\Lambda/(q_{z})\right)\left[e^{i\frac{q_{z}l}{2}}\cdot\Omega(\nu,q_{z}l,\alpha)-\operatorname{sinc}(\nu)\right], & q_{z}\neq0 \end{cases}$$

где $\operatorname{sinc}(x) = \frac{\sin(\pi x)}{\pi x}, \quad v = q_x / \kappa,$ $\Omega(v, q_z l, \alpha) = \frac{1}{2\pi} \int_{-\pi}^{\pi} d\varphi \exp(i(v\varphi - q_z l \cdot \sin(\varphi + \alpha)/2)).$

В случае, если фазовая функция $\alpha = 0$, функция

$$\Omega(v, q_z l, 0) = \mathbf{J}_v(q_z l)$$

где

$$J_{\nu}(Z) = \frac{1}{\pi} \int_{0}^{\pi} d\phi \cos(i(\nu\phi - Z \cdot \sin(\phi)))$$

функция Ангера [4]. Эта функция превращается в более часто используемую функцию Бесселя $J_n(Z)$, когда V принимает целочисленное значение [4].

Общее решение для двухслойной системы «рельеф - многослойная подложка» запишется как

 $E_h(q_x,q_z) = E_G^h(q_x,q_z) + exp(iq_z l)E_s^h(q_x,q_z)$ Интенсивность рассеяния рентгеновских лучей вычисляется по формуле $I_h(q_x,q_z) = |E_h(q_x,q_z)|^2$.

Нами проведено численное моделирование углового распределения отраженной интенсивности от многослойной структуры Ni/C применительно к трехосевой рентгеновской дифрактометрии с синусоидальным и прямоугольным рельефом. В вычислениях использовались следующие параметры: период зеркала d=4 nm; толщина никелевого слоя - 1.6 nm; полное число периодов, включая волнистую поверхность N=80; высота синусоидального рельефа -160 nm, период МДР T=800 nm; длина волны рентгеновского излучения 0.154 nm.



На рисунке 3 показана карта распределения интенсивности рассеяния от многослойного зеркала Ni/C с синусоидальным поверхностным релье-

фом вблизи угла скольжения 1.1 градуса, что соответствует первому дифракционному отражению от многослойной структуры.

Распределение интенсивности для зеркала с прямоугольным рельефом представлено на рисунке 4. Благодаря наличию периодического рельефа в обоих случаях формируется система равноотстоящих полос (дифракционных порядков решетки) вдоль q_x - направления. Расстояние между дифракционными линиями (сателлитами) находится из условия $q_x^{(n)} = (2\pi / T)n$, где n – номер дифракционного порядка.



На рисунках 5 и 6 показаны кривые дифракционного отражения (q_z -сканы) от зеркала с волнистой и прямоугольной рельефной поверхностью, соответственно.



На этих рисунках кривая (1) соответствует профилированной структуре, кривая (2) - рельефу без подложки и кривая (3) - плоскому рентгеновскому зеркалу. Провал в центре дифракционной кривой вызван интерференцией отраженных волн от рельефа и подложки.



На рисунках 7 и 8 представлены q_x -сканы для $q_z = 0$ синусоидального и прямоугольного рельефа.







В случае синусоидального рельефа визуально наблюдаются основной максимум и два ближних дифракционных порядка. Это находится в соответствии с аналитическим решением и структурой распределения интенсивности на соответствующей карте (рис.3). Для прямоугольной модуляции поверхности формируется весь спектр сателлитной структуры. Кроме того, отличаются и общие контуры углового распределения интенсивности рассеяния для разных рельефов.



Отметим, что в случае синусоидального рельефа малое угловое смещение линии q_x -



сканирования (в наших вычислениях смещение на один шаг, равный $q_z = 4 \ \mu m^{-1}$), вызывает появление дальних дифракционных порядков (рис.9).

Промежуточной структурой между прямоугольным и синусоидальным рельефом является трапецеидальная поверхностная решетка. Профиль q_x -скана такого рельефа показан на рисунке 10.

Работа выполнена при финансовой поддержке целевой программы «Развитие научного потенциала высшей школы» (проект РНП.2.1.1.3425)

- [1] Xia Y. et al., Chem. Rev., 99, 1823(1999)
- [2] Marx E., Germer T.A., Vorburger T.V., Park B.C., Appl. Opt., **39**, 4473 (2000)
- [3] Geue T., Henneberg O., Pietsch U., Cryst. Res. Technol., 37, 770 (2002)
- [4]Watson G.N. A Treatise on the Theory of Bessel Functions. Cambridge. 799 p. (1944)

ИССЛЕДОВАНИЕ ЛАТЕРАЛЬНЫХ МОДУЛЯЦИЙ СОСТАВА И 2D – 3D СТРУКТУРНЫХ ПЕРЕХОДОВ В МНОГОСЛОЙНЫХ ПЕРИОДИЧЕСКИХ СТРУКТУРАХ In_xGa_{1-x}As/GaAs МЕТОДОМ ВЫСОКОРАЗРЕШАЮЩЕЙ РЕНТГЕНОВСКОЙ ДИФРАКТОМЕТРИИ

В.П.Кладько, В.Ф.Мачулин, А.Н.Ефанов, Н.В.Слободян, В.В.Стрельчук.

Институт физики полупроводников им. В.Е.Лашкарева НАН Украины, 03028 пр. Науки 45. г. Киев, Украина

1. Введение

Ансамбли наноостровков сформированные в матрице широкозонного материала имеют большой практический интерес [1,2]. Поэтому применение требует проведения их широкомасштабных исследований свойств этих структур с целью оптимизации технологических режимов формирования слоев и границ раздела. Следует также отметить, что спонтанная поперечная модуляция состава в пленках полупроводниковых сплавов III-V приводит к сильным изменениям оптоэлектрических свойств полупроводниковых материалов, которые представляют технический интерес для производства квантово-размерных лазеров и фотодетекторов [3,4].

Основным методом исследования этих объектов является рентгенодифрактометрия высокого разрешения [5-8]. Этим методом исследованы как технологические параметры (толщина слоев, состав квантовой ямы (точки)), так и структурные – уровень деформации в слоях, степень их структурного совершенства.

Целью настоящей работы являлось: 1) исследование процессов возникновения латеральных модуляций состава в многослойных напряженных InGaAs/GaAs структурах и их проявлений в картинах дифракции рентгеновских лучей; 2) изучение влияния содержания индия в квантовых ямах (КЯ) на переход от двухмерного к трехмерному квантовых слоев с островками росту (квантовыми точками (КТ)).

2. Экспериментальная методика

Образцы были выращены на полуизолирующем арсениде галлия (100) на установке MBE (Riber 32). Амортизирующий буферный слой арсенида галлия толщиной 0.5 мкм выращивался при температуре подложки 580 °C. Затем температура подложки уменьшалась до 500 °С для выращивания многослойных сверхрешеточных структур 8x(14ML (In, Ga)As / 40ML GaAs). Образцы были выращены, с содержанием индия 0.2, 0.25, 0.28, 0.3 и 0.35, соответственно. Измерения КДО И построение карт двумерного распределения интенсивности вокруг узлов обратного пространства для симметричных 400 и асимметричных 311 и 224 рефлексов для двух взаимоперпендикулярных кристаллографичес-ких направлений [110] и [-1-10] проводились на высокоразрешающем дифрактометре "Х'Pert PRO MRD XL".

Кривые качания моделировались для отражения 004 для случая двух плоских волн методом [9], что вполне правомерно для планарной структуры.

3. Результаты экспериментальных исследований и их обсуждение

Экспериментальные КДО, а также результаты подгонки теоретических кривых для симметричного отражения 004 от некоторых образцов с различным содержанием индия в твердом растворе представлены на рис.1.

Наблюдаемые на них особенности можно качественно просто объяснить. Видно, что кроме пика подложки и основного максимума, вызванного средней решеткой структуры (нулевого сателлита), на хвостах КДО наблюдается сложная интерференционная представляющая структура, собой взаимодействие волн с одинаковыми периодами колебаний [1]. Осцилляции с малым периодом отвечают за толщину всей структуры и за наличие на поверхности структуры защитного слоя толщиной $t = (\lambda \sin \theta_0) / \Delta \theta \sin 2\theta$. Более длиннопериодные осцилляции имеют ярко выраженный максимум, свидетельствующий о формировании периодической структуры, отличающейся от подложки на величину среднего параметра решетки $\Delta a = -a_0 ctg \vartheta \cdot \Delta \vartheta$. Анализ КДО (как симметричных 004, так и асимметричных 113) показал, что все структуры, в той или иной степени являются псевдоморфными.

В результате процедуры подгонки для рефлекса 400 были получены толщины слоев в периоде сверхрешетки (СР), распределение индия в пределах КЯ, а также изменение параметра решетки в направлении роста структуры. Эти результаты обобщены в табл.1.



a)

б)

Рис.1. Расчетные (сплошная линия) и экспериментальные (точки) КДО для рефлекса 004 в структурах с содержанием индия: a) x=0.25; б) x=0.28.

Номер структуры	Состав	Толщина КЯ,	Толщина слоя	Период СР,
		HM	GaAs, нм	HM
1	0.2	4.5	15.9	20.38
2	0.25	5.5	17.91	23.41
3	0.28	5.0	17.31	22.31
4	0.3	4.7	16.94	21.69

Табл.1. Состав и параметры квантовых ям In_xGa_{1-x}As по данным рентгеновской дифрактометрии.

Однако измерения отдельных сканов вокруг узла обратной решетки не проясняют картину зарождения планарных модуляций состава. Поэтому был использован анализ карт распределения интенсивности вокруг узлов обратной решетки.



Рис.2 Карты распределения интенсивности вокруг УОР 113 в структурах с содержанием индия: a) x=0.25; б) x=0.28.

На рис.2 приведены характерные карты распределения интенсивности вокруг узла 113 для структур с составом индия 0.25 и 0.28, где плоскость дифракции параллельна, соответственно направлению [110]. Из анализа рисунка следует, что для структуры с составом индия 0.25 наблюдается обычная картина распределения интенсивности для планарной структуры без каких-либо латеральных особенностей. Для структуры же с составом индия 0.28 наблюдается появление латеральных сателлитов при ориентации плоскости рассеяния параллельно [110] направлению, свидетельствующее о начале формирования КТ. Из этих карт определены напряжения как вертикальные, так и латеральные в слоях периода сверхрешетки (СР). Как показали результаты численного моделирования КДО структура квантовых ям такова, что верхние и нижние ее слои оказываются размытыми и с меньшим содержанием индия, чем более глубокие по отношению к интерфейсу части квантовой ямы.

Полученные значения деформации для направления параллельного гетерогранице, в структурах составом индия 0.3 с свидетельствуют о значительной релаксации решетки, частичном срыве т.е. 0 псевдоморфного роста, что позволяет сделать некоторые заключения появлении 0 трехмерного роста островковых структур.

Анализ экспериментальных КДО 004 и 113

для исследуемых структур свидетельствует о том, что основной объем квантового слоя состоит из двух областей, отличающихся по составу от заданного. Наряду с основным слоем (х=0.17), возникает дополнительный слой с большим составом (х=0.9), вероятно, в виде латеральных модуляций состава, являющихся предпосылкой для образования островковых структур. Ярким примером, свидетельствующим в пользу образования трехмерной структуры, является наличие латеральных сателлитов на картах распределения интенсивности вокруг узлов решетки (OP) 004 обратной 113. и представленные на рис.2.

Напряжения, рассчитанные для области растяжения в барьере и в области сжатия для ямы составляют, соответственно, 0.00034 и 0.003.

4. Выводы

Согласие между экспериментальными и теоретически рассчитанными КДО свидетельствуют о том, что многослойная структура, созданная на подложке GaAs, имеет хорошее кристаллическое качество, а граница раздела между барьерными слоями GaAs и КЯ Ga_{1-х}In_хAs для образцов с содержанием индия 0.2-0.25 четкая и когерентная. Дальнейшее повышение концентрации индия в твердом растворе приводит к некоторому нарушения псевдоморфного возникновению роста и латеральных модуляций состава С последующим зарождением трехмерных образований в виде островков. При этом формирование латеральных модуляций состава строго происходит определенных в кристаллографических направлениях [110], и вызвано анизотропией в распределении упругих постоянных и поверхностных связей для направлений [110] и [1-10] в структуре цинковой обманки.

- Holy, U.Pietch, T.Baumbach. High-Resolution X-Ray Scattering from Thin Films and Multilayers. (Berlin: Springer: 1998).
- Strelchuk V.V., Kladko V.P., Yefanov O.M., Kolomys O.F., Mazur Yu.I., Wang Z.M., Salamo G.J. Semiconductor Physics, Quantum Electronics & Optoelectronics, 8, No 1, 36, (2005).
- Kegel I., Metzger T.H., Lorke A., Paisl J., Stangl J., Bauer G., Garcia G.M., Petroff P.M.. Phys. Rev. Lett. 85, No8. 1694 (2000).
- Krost A., Blasing J., Heinrichsdorf F., Bimberg D. Appl. Phys. Letter. 75, No19, 2957 (1999).
- Дроздов Ю.Н., Гусев С.А., Садова Е.Н., Данильцев В.М., Хрыкин О.И., Шашкин В.И. Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. №2. 67 (2003).

- Zhang K, Heyn Ch., Hansen W. Appl. Phys. Lett. 77, No9 1295 (2000).
- Кладько В.П., Мачулин В.Ф., Григорьев Д.О., Прокопенко И.В. Рентгенооптические эффекты в многослойных периодических квантовых структурах. (Киев, "*Наукова думка*". 2006).
- Mazur Yu.I., Wang Z.M., Salamo G.J., Strelchuk V.V., Kladko V.P., Machulin V.F., Valakh M.Ya., Manasreh M.O., J. Appl. Phys., 99, Issue 2, 02537 (2006).

ДИНАМИЧЕСКАЯ ТЕОРИЯ ДИФРАКЦИИ ДАРВИНА ДЛЯ ЛАТЕРАЛЬНО ОГРАНИЧЕННЫХ СТРУКТУР

<u>С.И. Колосов</u>¹, В.И. Пунегов^{1,2}

¹Сыктывкарский государственный университет, Сыктывкар, 167001 Россия ²Коми научный центр УрО РАН, ул. Коммунистическая 24, Сыктывкар, Россия e-mail: kolos@syktsu.ru

Введение.

Динамическая теория дифракции Дарвина [1], основанная на методе рекуррентных соотношений, в силу своей простоты и наглядности применяется для решения конкректных задач рассеяния рентгеновских лучей и нейтронов от кристаллов с совершенной периодичностью [2–5].

С другой стороны, теория Дарвина может быть обобщена для описания дифракции на искаженных структурах. В частности, в рамках модели Дарвина исследовано влияние тепловых колебаний решетки на динамическую дифракцию рентгеновских лучей [6]. Дарвиновский подход также был обобщен для рассмотрения задач динамической дифракции в искаженных кристаллах с трехмерным полем деформации произвольного вида [7].

Все отмеченные выше теории, использующие формулы рекуррентных соотношений Дарвина, разработаны для планарных структур с отражающими атомными плоскостями бесконечных размеров.

В последние годы заметно возрастает интерес к дифракции рентгеновских лучей латерально ограниченных структурах на [8]. Вычисление кривых дифракционного отражения OT совершенных кристаллов прямоугольного сечения в рамках динамической дифракции проводилось в работе [9]. В данной работе проведен расчет по методу Дарвина.

Основные уравнения

Как известно, согласно теории Дарвина, если на плоскопараллельную кристаллическую пластинку падает плоская волна, то выражения для амплитуд прошедшей и рассеянной волн Tи S можно записать в следующем виде [1]

$$T_{n} = (1 - iq_{0})e^{-i\varphi}T_{n-1} - iqe^{-2i\varphi}S_{n}$$

$$S_{n} = (1 - iq_{0})e^{-i\varphi}S_{n+1} - iqe^{-i\varphi}T_{n} \quad (1)$$

Здесь T_n , S_n — амплитуды волн падающей на плоскость с номером n и отраженной непосредственно над плоскостью n. -iq отношение амплитуды волны, рассеянной одной атомной плоскостью в направлении отражения, к амплитуде падающей волны. $-iq_0$ — отношение амплитуды рассеянной этой же плоскостью волны к амплитуде падающей волны. Если пластинка имеет конечную толщину, равную N межплоскостных расстояний, то для системы уравнений (1) ставится система граничных условий: $T_0 = 1$, $S_N = 0$. Решение системы (1) ищем в виде: $S_n = \alpha u^n$ и $T_n = \beta u^n$. Используя граничные условия, окончательно находим:

$$S_n = -B \frac{u_2^N u_1^n - u_1^N u_2^n}{(Au_1 - 1)u_2^N - (Au_2 - 1)u_1^N}$$

$$T_n = \frac{(Au_1 - 1)u_2^N u_1^n - (Au_2 - 1)u_1^N u_2^n}{(Au_1 - 1)u_2^N - (Au_2 - 1)u_1^N}$$

где $u_{1,2} = \frac{1+A^2 - BC \pm \sqrt{(1+A^2 - BC)^2 - 4A^2}}{2A},$ $A = (1 - iq_0)e^{-i\varphi}, B = -iq, C = -iqe^{-2i\varphi},$ $\varphi = (2\pi d/\lambda)\sin\theta, d$ — межплоскостное расстояние, λ — длина волны падающего излучения. Интенсивность отражения излучения кристаллической пластинкой равна $I = |S_0|^2.$

Данное решение получено для плоскопараллельной пластинки конечной толщины, т.е. для пластинки ограниченной вдоль оси OZ, но бесконечно протяженной вдоль осей OX и Oy. Обобщим теорию Дарвина на системы, ограниченные вдоль оси OX, т.е. пусть толщина пластинки есть L_z , а ее ширина вдоль оси OX есть L_x , как это показано на рис. 1.



Рис. 1.

Введем межплоскостное расстояние d. Пусть координата левой грани кристалла, на которую падает волна, есть x = 0. Волна, входящая в точку x = 0, z = 0 проходит вдоль оси ОХ до отражения следующей плоскостью расстояние $\Delta x = d \operatorname{ctg} \theta$. Нанесем на атомные плоскости разностную сетку с узлами $x_j = j\Delta x$, в которых рентгеновская волна отражается или проходит.

Пусть T_n^j — значение рассеянной волны непосредственно перед узлом (j,n), S_n^j соответствующее значение отраженной волны (рис. 2).



Рис. 2. Ход лучей внутри кристалла. Индексы n нумеруют атомные плоскости, индексы j нумеруют узлы отражения (прохождения) волн T и S.

Тогда рекуррентные уравнения для вол
нTиSможно записать в виде:

$$T_{n}^{j} = \left[(1 - iq_{0})T_{n-1}^{j-1} - iqS_{n-1}^{j-1} \right] e^{-i\varphi}$$
$$S_{n}^{j} = \left[(1 - iq_{0})S_{n+1}^{j-1} - iqT_{n+1}^{j-1} \right] e^{-i\varphi}$$
(2)

Здесь $\varphi = 2\pi d/(\lambda \sin \theta)$ — разность фаз волны в двух соседних узлах прохождения (отражения). Заметим, что φ здесь отличается от того значения, что входит в выражения (1). Выберем фазу плоской волны T в узле с координатами (j,n) = (0,0) равной нулю, а модуль ее равным единице, т.е. $T_0^0 = 1$. Тогда граничные условия для волны T на верхней поверхности кристалла (z = 0) $T_0^j = \exp(-i\frac{2\pi d}{\lambda}\cos^2\theta/\sin\theta \cdot j)$, $j = 0, 1, ..., N_x$ $(N_x \Delta x = L_x)$, на левой боковой поверхности (x = 0) $T_n^0 = \exp(-i\frac{2\pi d}{\lambda}\sin\theta \cdot n), n = 0, 1, ..., N_z$. Для волны S соответствующие значения есть $S_n^0 = 0, S_{N_z}^j = 0.$

Рекуррентные уравнения (2) легко решаются численно. Амплитуда отражения от кристалла находится по формуле:

$$S = \operatorname{ctg} \theta_B \sum_{j=0}^{N_x} S_0^j \exp\left(i\frac{2\pi d}{\lambda}\frac{\cos^2\theta}{\sin\theta} \cdot j\right) + \sum_{n=1}^{N_z} S_n^{N_x} \exp\left(i\frac{2\pi d}{\lambda}\sin\theta \cdot n\right), \quad (3)$$

где θ_B — угол Брэгга. Здесь в первую сумму входят значения волны S на верхней поверхности кристалла, во вторую сумму значения на правой боковой поверхности Экспоненциальные кристалла. множители учитывают разности фаз между волной, выходящей с узла (0,0) и волнами, выходящими с верхней и правой боковой поверхностей кристалла. Множитель $\operatorname{ctg} \theta_B$ = $\Delta x/d$ учитывает соотношение расстояний между узлами по горизонтали и вертикали (см. рис. 2).

Интенсивность отраженной волны есть $I = |S|^2$.

Результаты расчетов

Численное решение уравнений (2)проводилось при следующих значениях параметров. Отношение межплоскостного расстояния к длине волны падающего излучения $d/\lambda = 0.47$. Амплитуды $q_0 = 10^{-3}$, $q = 0.5 \cdot 10^{-3}$. На рисунках 3–7 изображены кривые дифракционного отражения при различных значениях числа отражающих N_z (характеризует плоскостей толщину кристалла вдоль оси OZ) и различных значениях числа узлов N_x (характеризует ширину кристалла вдоль оси ОХ). По горизонтальной оси отложены отклонения от угла Брэгга в угловых секундах, по вертикальной оси — интенсивность отражения в условных единицах. Когда ширина кристалла (вдоль оси ОХ) достаточно мала (рис. 3), то интенсивность дифракционного отражения не очень значительно отличается от тех результатов, коорые можно получить из кинематического приближения. С ростом ширины кристалла вдоль оси ОХ кривая дифракционного отражения принимает форму, характерную для бесконечно широкой плоскопараллельной пластинки.

Эти результаты качественно согласуются с теми, что получены в работе [9].



Рис. 3. $N_z = 2000, N_x = 1000.$



Рис. 6. $N_z = 4000, N_x = 10000.$







Рис. 5. $N_z = 4000, N_x = 4000.$



Рис. 7. $N_z = 4000, N_x = 20000.$

Работа выполнена при финансовой поддержке целевой программы "Развитие научного потенциала высшей школы" (проект РНП.2.1.1.3425)

- [1] Darwin C.G., Philos. Mag. 27, 315; 675 (1914)
- [2] Borie B., Acta Cryst. 23, 210 (1967)
- [3] Borie B., Acta Cryst. 21, 470 (1966)
- [4] Игнатова В.К., Кристаллография. **37**, 1100 (1992)
- [5] Dub P., Litzman, Acta Cryst. A55, 613 (1999)
- [6] Chung J.S., Durbin S.M., Acta Cryst. A55, 14 (1999)
- [7] Prudnikov I.R., Acta Cryst. A54, 1034 (1998)
- [8] Pietsch U., Holy V. and Baumbach T., High Resolution X-ray Scattering — from Thin Films
- to Lateral Nanostructures. 2nd ed. New York: Springer Verbag. (2004)
- [9] Колосов С.И., Пунегов В.И., Кристаллография. 50, 401 (2005)

ТЕОРЕТИЧЕСКОЕ ОБОСНОВАНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ РЕЗУЛЬТАТОВ ДИФРАКЦИИ РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ В МОНОКРИСТАЛЛАХ ПРИ НАЛИЧИИ ТЕМПЕРАТУРНОГО ГРАДИЕНТА

<u>В.Р. Кочарян</u>

Институт прикладных проблем физики НАН РА: 375014, Республика Армения , г. Ереван ул., Нерсесяна 25 e-mail: Vahan2@Yandex.ru

Известно. что наличие внешних воздействий (температурный градиент. акустические колебания) приводит к увеличению интенсивности дифрагированого пучка R рассеяния рентгеновских процессе лучей находящихся в условии Брэгга в геометрии Лауэ. В [1] показано, что при определенных параметрах внешних воздействий для отражающих атомных плоскостей (1011) кварца происходит полная переброска рентгеновского излучения из направления прохождения направление в дифракции. Этот процесс для плоской и сферической волн рассмотрен в теоретических работах [2,3], результаты которых хорошо согласуются с экспериментальными данными.

В работе [4] экспериментально показано, что угловая ширина дифрагированого излучения, которое полностью перебрасывается в направление отражения, зависит от толщины рассеивателя и по мере увеличения имеет место уширение столика Дарвина. В настоящей работе проведен теоретический анализ данного процесса.

Когда система координат выбрана так, что начало отсчета (О) совпадает с центром холодной грани кристалла, вектор отражения **h** направлен по оси X, а нормаль к выходной поверхности направлена по оси Z, в этом случае уравнение Такаги [5] в двухволновом приближении принимает вид:

$$\frac{2i}{k} \left(\cos \theta \frac{\partial \mathbf{D}_h}{\partial z} - \sin \theta \frac{\partial \mathbf{D}_h}{\partial x} \right) + \tag{1}$$

+
$$C\chi_h \mathbf{D}_0 e^{-i\mathbf{h}\mathbf{U}} + (\chi_0 - \alpha)\mathbf{D}_h = 0$$

$$\frac{2i}{k} \left(\cos\theta \frac{\partial \mathbf{D}_0}{\partial z} + \sin\theta \frac{\partial \mathbf{D}_0}{\partial x} \right) + , \qquad (2)$$

 $+\chi_0 \mathbf{D}_h + C\chi_{\overline{h}} \mathbf{D}_h e^{-i\mathbf{n}\mathbf{U}} = 0$

где параметр *α* характеризует отклонение от точного брэгговского угла:

$$\alpha = -2\sin 2\theta_{\mu}\Delta\theta_{\mu}$$

В случае падающей плоской монохроматической волны граничными условиями для уравнений (1) и (2) будут:

$$D_0(0) = 1,$$

$$D'_0(0) = i \frac{\chi_0 k}{2 \cos \theta},$$

$$D_h(0) = 1,$$

$$D'_h(0) = -iC \frac{\chi_h k}{2 \cos \theta},$$

Функцию смещения U_x , согласно [6], на

расстоянии *x*₀ от холодной грани кристалла можно представить в виде

$$U_x = \frac{t^2 - 4z^2}{8R}$$

где t - толщина кристалла, R - радиус кривизны отражающих атомных плоскостей в окрестности x_0 .

Решение уравнении (1) и (2) при вышеупомянутых условиях можно представить как линейную комбинацию функций Эрмита и гипергеометрических функций.

На рис.1 приведены теоретически рассчитанные зависимости относительных интенсивностей отраженных и проходящих пучков от радиуса кривизны отражающих атомных плоскостей кристалла при разных значениях толщины монокристалла без учета поглощения. Как видно из рис.1, насыщение интенсивности отраженного и зануление интенсивности проходящего пучков происходит при одной и той же величине деформации (т.е. кривизне отражающих атомных плоскостей), для исследуемых разных толщин образцов. Полученные результаты свидетельствует о том, что полная переброска рентгеновского излучения от направления прохождения в направление отражения происходит при определенной величине кривизны отражающих атомных плоскостей, независимо ОТ толшины исследуемого образца, что хорошо согласуется с экспериментальными результатами. Далее, на рис.2 приведены численные расчетные кривые качания отражающих атомных плоскостей (1011) монокристалла SiO₂ в зависимости от кривизны этих плоскостей. Как видно из рис.2, с уменьшением радиуса кривизны кривая качания медленно уширяется, а максимальное значение

относительной интенсивности увеличивается, достигая единицы (при полной переброске). При дальнейшем уменьшении радиуса кривизны отражающих плоскостей, кривые качания уширяются, максимумы медленно а их уменьшаются. Эти результаты хорошо описывают экспериментальные результаты, полученные авторами [7].

На рис.3 приведены кривые качания отражающих плоскостей $(10\overline{1}1)$ монокристалла SiO₂, при радиусе кривизны соответствующем полной переброске рентгеновского излучения, для разных толщин кристалла. Из этих рисунков видно, что чем больше толщина монокристалла, тем шире кривая качания, т.е. тем больше угловая апертура полного перебрасываемого от монокристалла рентгеновского излучения.



Рис.1 Зависимости относительных интенсивностей отраженных (I) и проходящих (II) пучков от кривизны отражающих атомных плоскостей (1011) монокристалла SiO₂, для разных толщин исследуемых образцов: a) t=0.6мм, б)t=1мм, в)t=2мм.



Рис.2 Кривые качания отражающих атомных плоскостей $(10\overline{11})$ монокристалла SiO₂ толщиной t=1мм, при разных кривизнах этих плоскостей: а) R=45м, б)R=10м, в)R=3.5м.



Рис.3 Кривые качания отражающих атомных плоскостей $(10\overline{1}1)$ монокристалла SiO₂, при радиусе кривизны соответствующем полной переброске рентгеновского излучения (R=10м), для разных толщин кристалла: а) t=0.6 мм, б) t=1мм, в) t=2 мм.

Таким образом теоретически показано, что угловая ширина дифрагированого излучения, которое полностью перебрасывается в направление отражения, по мере увеличения толщины рассеивателя увеличивается.

Автор выражает благодарность профессору академику А.Р. Мкртчяну за внимание и ценные обсуждения.

- Мкртчян А. Р., Навасардян М. А. и Мирзоян В. К., Письма в ЖТФ, 8, 677 (1982).
- [2] Gabrielyan R. G. and Aslanyan H. A., Phys. Stat. Sol. b,123, K97 (1985).

- [3] Габриелян Р. Г. и Асланян А. А., Изв. АН Арм. ССР. Физика. 21, 337 (1986).
- [4] Нореян С. Н., Мирзоян В. К. и В. Р. Кочарян, Известия НАН Армения, физика, 39,124 (2004)
- [5] Takagi S., Acta Cryst., 15, 1311,(1962) J. Phys. Soc. Japan, 26, 1239 (1969).
- [6] Нореян С. Н., Мирзоян В. К. и Кочарян В. Р., Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 1,18 (2004).
- [7] Мирзоян В. К., Нореян С. Н. и Кочарян В. Р.. Известия НАН Армения, физика, 40, 53 (2005).

175

Сверхпроводящие резонаторы для лазера на свободных электронах

Г.Р. Крепс

DESY, Notkestr. 85, 22607 Hamburg, guennadi.kreps@desy

Введение.

возникновения Для синхронного излучения в лазере на свободных электронах необходим пучек с высокой светимостью т. е. с большой плотностью заряженных частиц. Выбор сверхпроводящих высокочастотных резонаторов для ускорения обусловлен прежде всего возможностью получения большой светимости пучка. Кроме того сверхпроводящие резонаторы эффективнее передают энергию ускоряемым частицам. Данная работа посвящена описанию конструкции и технологии производства сверхпроводящих резонаторов по проекту TESLA Test Facility и используемых в лазере на свободных электронах.

Примущества сверхпроводящих резонаторов для ускорителя.

Заряженные частицы или группы частиц, пролетая через резонатор, возбуждают в нем электомагнитные колебания самых различных частот. Ускоряемые частицы возбуждают поле в резонаторе, которое не успевает затухнуть до прихода следующих частиц, воздействует на них и вызывает прямолинейной отклонение частиц ОТ траектории. Таким образом траектории отдельных частиц не совпадают и пучек «размазывается», его светимость а уменьшается. Среди различных типов колебаний наибольшую опасность представляют дипольные моды. Действие этих мод возрастает прямо пропорционально отклонению пучка от оси резонатора и практически отсутствует на оси резонатора. Поэтому удержанием пучка на оси резонаторов достигается максимально высокая его светимость. С увеличением диаметра резонатора требования к точности положения пучка уменьшаются. Однако увеличение диаметра приводит к увеличению запасенной электромагнитной энергии, росту поверхности стенок плошали и значительному возрастанию тепловых потерь. Для сверхпроводящих резонаторов незначительны стенках потери в И увеличение диаметра не снижает эффективности передачи энергии к

Выбор рабочей ускоряющим частицам. частоты 1.3 ГГц обусловлен компромисом между факторами в пользу высоких частот (шунтовым сопротивлением, уменьшением площади поверхности, запасенной энергией). факторов в пользу низкой частоты (возбуждение полей высших мол. возможностью их подавления, допустимым количеством ячеек остаточным и поверхностным сопротивлением в условиях сверхпроводимости), а также стандартом частоты мощных клистронов [1].

Материал и характеристики сверхпроводимости.

Сверхпроводящие резонаторы изготавливают из сверхчистого ниобия и охлаждают сверхтекучем гелием с температурой 2 К. Такие условия необходимы для работы с высокочастотными полями большой напряженности. Высокочастотное магнитное поле проникает в тонкий поверхностный слой и вызывает потери тепловые остаточном на сопротивлении. Хотя ниобий становится сверхпроводником при 9 К, снижение температуры до 2 К в сотни раз уменьшает поверхностное сопротивление[1]. Теплопроводность сверхпроводника, которая эффективности особенно важна для охлаждения, определяется чистотой Для резонаторов применяется материала. ниобий с характеристикой чистоты RRR >300. Сверхпроводимость нарушается если напряженность магнитного поля превышает критическое значение. Для ниобия его значение относительно высокое и превышает 200 мТ. Постоянное внешнее магнитное поле, например, магнитное поле Земли, также увеличивает потери. Поэтому резонаторы эффективно экранируются от воздействия магнитных полей.

Форма резонатора.

Форма ячеек резонатора (Рис. 1) оптимизирована для уменьшения автоэлектронной эмиссии [2]. Ускорение электронов и дальнейшая бомбардировка поверхности ячеек вызывает дополнительные потери энергии, разогрев стенок резонатора, и нарушение сверхпроводящего состояния. В отличие от теплых резонаторов, в которых возбуждаемые пучком колебания высших мол быстро затухают в результате электрических потерь стенках, В в сверхпроводящих резонаторах длительность колебаний паразитных высших мол значительно больше требуются И дополнительные меры для их подавления. На резонатора устанавливаются конпах специальные антенны, демфирующие высшие моды, но создающие незначительные потери на рабочей частоте резонатора [3]. C увеличением количества ячеек эффетивность работы антенн высших мод снижается,

поэтому конструкция антенн, количество ячеек и форма крайних ячеек оптимизирована для эффективного подавления высших мод. На основе экспериментов и моделирования выбран резонатор содержащий 9 ячеек. Форма крайних ячеек отличается от средних ячеек для того, что бы при равномерном ускоряющем поле во всех ячейках нарушить симметрию высших мод и устранить запертые в середине резонатора высшие моды. Ячейки укреплены кольцами, увеличивающими жесткость конструкции и уменьшающими расстройку частоты под действием сил Лоренца.

Укрепляющие кольца

Порт главной антенны



Рис. 1 Сверхпроводящий резонатор

Технология производства сверхпроводящих резонаторов

Антенна-

демфер высших мод

Полуячейки прессуются из необиевых свариваются пистов в вакууме и электронным пучком. Места сварки предварительно протачиваются и тщательной подвергаются очистке. Прецизионная точность механической обработки И стабильность условий автоматической сварки необходимы для получения резонаторов заданной геометрической формы. После изготовления резонаторы подвергаются мойке, химической очистке или электрополировке. Присутствие водорода в поверхностом слое приводит к снижению проводимости и дополнительным Для снижения потерям. концентрации водорода резонаторы отжигаются в вакуумной печи при 800°С. Затем проводится настройка ячеек на плановую частоту, равномерное ускоряющее поле, и коррекция симметрии ячеек на оси резонатора. На заключительном этапе технологической обработки повторяется электрополировка и окончательная мойка очищенной водой под высоким давлением. Все резонаторы испытываются в вертикальном криостате. Измеряются максимальная напряженность поля, добротность и уровень электронной эмиссии. Дополнительный отжиг при температуре 120 °С дополнительно повышает добротность и максимальную напряженность поля. После успешной проверки резонатор заваривается в резервуар, заполняемый в дальнейшем жидким гелием. Ha завершающий этапе монтируются антенны. Монтаж элементов резонатора выполняется в особо чистом помещении класса 10. Высокие требования К чистоте помещения И специальная мойка необходимы чтобы избежать электронной эмиссии при высокой напряженности поля. Линейка ИЗ 8 резонаторов резонаторов размещается в одном криогенном модуле. Перед сборкой резонаторов модуля большинство дополнительно испытываются в горизонтальном криостате в условиях наиболее приближенных к условиям работы в ускорителе.

Основные характеристике сверхпроводящих резонаторов

	1			
Частота	1300 МГц			
Градиент	23-35 МВ/м			
Добротность	> 5.1E+9			
Длина	1283.4 м			
Количество ячеек	9			
Коэффициет связи ячеек	1.87%			
R/Q	1036 Ом			
[1] R. Brinkmann. TESLA Tec	hnical Design			
Report. Part II, The	Accelerator			
http://tesla.desy.de/new_pages/TDR_CD/partII/a				
<u>ccel.html</u> (2001).				
[2] D.A. Edwards. TESLA TES	T FACYLITY			
LINAC – Design Report. TESLA 95-01 (1995).				

[3] J. Sekutowicz. Higher Order Mode Coupler for TESLA. DESY Print TESLA 94-07 (1994).

Выявление неоднородностей структуры пироуглеродных материалов методами электронной микроскопии

<u>В.Н. Кукин</u>¹, Н.И. Боргардт¹, А.В. Агафонов², В.О. Кузнецов²

¹Московский государственный институт электронной техники (технический университет),

124498, проезд 4806, д.5, Москва, Зеленоград, Россия

² ЗАО "ТРИ Карбон", 125254, ул. Гончарова, д.5, Москва, Россия

e-mail: kukin@lemi.miee.ru

Искусственные углеродные материалы находят широкое применение во многих областях науки, техники, медицины. Разнообразие видов и физико-механических свойств этих материалов обусловлено особенностями их структуры, основу которой составляют гексагональные сетки углерода. Технический графит, углеродные волокна, пироуглерод и нанотрубки являются одними из наиболее известных видов таких материалов.

Настоящая работа посвящена изучению методами электронной микроскопии неоднородностей структуры одного из видов искусственных углеродных материалов - углеситалла.

Углеситалл представляет собой изотропный пиролитический материал, образующийся при термическом разложении углеродосодержащих газов - метана и пропана в смеси с хлоридом боpa [1]. Его структура, физико-механические свойства, а также способ получения в общих чертах такие же, как и в случае пироуглерода. Одним из важных применений углеситалла, в том числе из-за высокой износоустойчивости и биологической совместимости с кровью, стало его использование в конструкциях искусственных клапанов сердца [2]. Технологический процесс получения углеситалла состоит в формировании на графитовой подложке монолитного слоя толщиной не менее 4-5 мм. Его проводят в осесимметричном реакторе при давлении 800 -1300 Па и температуре 1450 - 1490 °С. Длительность процесса составляет 5-12 часов, при этом в газовую среду в небольших количествах добавляется азот. В процессе производства углеситалла особое внимание уделяется вопросам минимального износа деталей, из которых изготавливают искусственные клапаны сердца. Это достигается за счет подбора оптимальных значений плотности и микротвердости, во многом определяющих прочностные свойства материала. С другой стороны технология получения углеситалла связана с контролем многих факторов, влияние которых на физико-механические свойства формирующегося материала изучено недостаточно, и как следствие при его производстве не всегда удается обеспечить требуемую однородность свойств во всем объеме выращиваемого монолитного слоя. В этой связи улучшение качества углеситалла, увеличение выхода годной продукции невозможно без применения современных научных методов исследования его свойств и, в том числе, его структуры.

Сложная структура углеситалла может быть всесторонне исследована на основе совместного использования ряда электронно-микроскопичес ких методов, позволяющих изучать его строение и идентифицировать образующие его фазы с разной степенью детализации, начиная с микронного и заканчивая атомарным уровнем разрешения. В качестве таких методов были использованы электронографический анализ, темнопольные и светлопольные изображения с дифракционным контрастом, высокоразрешающая электронная микроскопия и спектроскопии энергетических потерь быстрых электронов, растровая микроскопия. Некоторые из них подробнее описаны в работе [3]. Исследования выполнялись на просвечивающем электронном микроскопе Philips CM-30 с ускоряющим напряжением 300 кВ и растровом электронном микроскопе SEM-515. Образцы для исследований в просвечивающем режиме изготавливались с использованием механического и ионного утонения.

Из результатов исследований следует, что, несмотря на изотропные свойства углеситалла, микроскопически его структура является неоднородной. При этом на электронных микрофотографиях в зависимости от масштаба изображения выявлялись детали изображения различной пространственной протяженности.

На рис. 1 представлено светлопольное дефокусированное изображение от участка образца при сравнительно небольшом увеличении. Из данного рисунка видно, что контраст изображения областей А, Б и В существенно отличается один от другого. Эти различия проявлялись и на электронограммах, полученных от каждой из обозначенных областей. Электронограммы от участков образца больших размеров, включающих обрасти с разным контрастом, имели одинаковый вид. Размер анализируемой области определялся диаметром селекторной диафрагмы. При проведении электронографического анализа, было установлено, что неоднородности в строении материала перестают быть заметными, если поперечный размер анализируемой области превышает 10 мкм. Электронограмма 1, соответствующая этому случаю, дана на рис. 2 и ее кольцеобразный вид характерен для любого участка образца.


Рис.1. Дефокусированная светлопольная микрофотография образца углеситалла. Контраст изображения областей А и Б обусловлен разной ориентацией гексагональных сеток углерода., область В представляет собой выделение второй фазы. Спектр энергетических потерь быстрых электронов на врезке 1 соответствует областям А и Б, на врезке 2 - области В.



Рис. 2. Электронограмма 1 соответствует любому участку образца с размерами более 10 мкм, электронограммы 2-4 - разным участкам образца с размерами около 1 мкм.

Диафрагмы меньшего диаметра позволяли анализировать области с размером около 1 мкм. Полученные данные свидетельствовали о том, что углеситалл состоит из фаз двух видов. Большая часть всего материала приходилась на фазу первого вида. Для нее были характерны типичные признаки турбостратной структуры [4]. проявляющиеся на электронограммах либо в виде ярких дуг интенсивности, либо двух слабых дифракционных колец (электронограммы 2 и 3 на рис. 2), либо набора дуг, представляющих собой часть этих колец. На рис. 1 участки образца, от которых получены электронограммы 2 и 3, обозначены как области А и Б соответственно. Из описанных выше электронограмм также были получены величины межплоскостных расстояний, характерных для фазы первого вида.

С помощью спектроскопии энергетических потерь быстрых электронов анализировался состав локальных участков образца, имеющих размеры порядка одного микрона. На спектрах, полученных от фазы первого вида (врезка 1 на рис. 1), выявлялся единственный характеристический пик, положение и форма которого соответствовали К-краю углерода (284 эВ).

В итоге при идентификации фазы первого вида вся совокупность данных – ее состав, характерный вид электронограмм, величины межплоскостных расстояний - указывала на то, что по своему строению она является пироуглеродом. Пироуглерод представляет собой материал, состоящий из кристаллитов с характерными размерами около 10 нм, в которых атомы углерода располагаются в равноудаленных друг от друга параллельных слоях, формирующих базисные плоскости [5]. Эти плоскости состоят из гексагональных углеродных сеток. Сетки в соседних плоскостях разориентированы по отношению друг к другу. Из-за этой разориентировки строгая периодичность позиций атомов углерода сохраняется только в пределах базисных плоскостей. Структуру с таким расположением атомов называют двумерно упорядоченной или турбостратной. Разный вид электронограмм и изображений с дифракционным контрастом (как, например, в областях А и Б на рис. 1) указывали на наличие плоскостей, ориентированных преимущественно вдоль некоторого выделенного направления в пределах областей с размерами 0,5-1,5 мкм.

Электронные микрофотографии с другим масштабом изображения, на которых разрешались плоскости, образующие гексагональные сетки углерода, подтверждали вывод о принадлежности фазы первого вида к пироуглероду. Участок образца, от которого получено данное высокоразрешающее изображение, соответствует области А на рис. 1, а фрагмент ее увеличенного изображения представлен на микрофотографии 2 (рис. 3). Пунктиром на этой микрофотографии обозначены границы участка, соответствующие высокоразрешающему изображению. На таком



Рис. 3. Высокоразрешающее изображение фазы первого вида (1); фрагмент увеличенного светлопольного изображения области А на рис. 1; темнопольная микрофотография с изображениями мелких кристаллических включений.

изображении (с номером 1 на рис. 3) слева и справа видны почти параллельные друг другу светлые и темные полосы. Эти полосы представляют собой изображения гексагональных сеток углерода, расположенных параллельно электронному пучку. Их также называют базисными плоскостями турбостратной структуры. В центральной части этой микрофотографии, имеющей вид широкой светлой полосы, отсутствует контраст, который характерен для базисных плоскостей, параллельных электронному пучку. Эта особенность высокоразрешающего изображения в целом типична для структуры углеситалла. Ее можно объяснить, если предположить наличие в матричной фазе локальных участков нанометровых размеров, в пределах которых ориентация базисных плоскостей кристаллитов отклоняется от их преимущественного направления.

Для анализа фаз второго вида применялась электронная дифракция в сочетании со светлопольными и темнопольными изображениями, спектроскопия энергетических потерь быстрых электронов, а также высокоразрешающие микрофотографии. Из полученных результатов следовало, что фазы второго вида являются монокристаллическими включениями с двумя различными кристаллическими решетками. Так как частицы каждой из этих фаз имели свой диапазон размеров, они были поделены на две группы: крупные и мелкие. Более крупным (как, например, частица В на рис. 1) с размерами кристаллитов в диапазоне 0,1-0,25 мкм соответствовали картины микродифракции с точечными рефлексами (например, электронограмма 4 на рис. 2). На спектрах энергетических потерь (как на врезке 2 рисунка 1), формирующихся от участков образца с крупными монокристаллическими частицами, присутствовал ярко выраженный пик бора (К-край, 188 эВ), а интенсивность пика углерода была существенно меньше, чем на спектрах от фазы первого вида. Для второй группы частиц из-за их малых размеров, составляющих около 5-20 нм, точечные электронограммы не наблюдались. Сопутствующие им отражения присутствовали на кольцевых электронограммах, образующихся от относительно больших участков образца (электронограмма 1 на рис. 2). Визуализация этих частиц проводилась с помощью темнопольных изображений (микрофотография 3 на рис. 3). На основе анализа электронографических данных было установлено, что мелкие частицы относятся к одной из модификаций карбида

нитрида бора. Кроме просвечивающей электронной микроскопии часть образцов, имеющих разные значения микротвердости, исследовалась в режиме растровой электронной микроскопии. Целью исследования было получение качественной и количественной информации, характеризующей образцы материала с разными структурными и физико-механическими свойствами и извлекаемой при этом непосредственно из растровых изображений. Получение этой информации предусматривает применение методов цифровой обработки изображений. Идея такого подхода состоит в поиске удобного критерия оценки качества материала, с одной стороны достаточно формализованного, основанного на анализе характерных особенностей топологического рисунка на изображении, а с другой стороны, учитывающего данные о его строении и свойствах. Достоинством рассматриваемого подхода можно считать применение относительно простых методов исследования, например, таких как растровая или оптическая микроскопия. Одним из примеров подобного подхода является использование кластерного формализма для описания разупорядоченных систем, в том числе пористых сред, например, сверхпроводящих пен на основе висмута [6]. Свойства таких систем зависят как

бора, а крупные – могут быть кубической фазой

от линейных размеров неоднородностей, так и от их относительной площади и часто имеют фрактальный характер [7]. Несмотря на то, что прямое сравнение изображений, полученных в растровом и просвечивающем режимах некорректно, в основе разрабатываемых методов получения такой информации могут лежать данные о структуре углеситалла, полученные ранее с помощью методов просвечивающей микроскопии, а также различные способы цифровой обработки изображений [8]. Задачей такой обработки экспериментальных изображений является выявление топологических особенностей изображения, которые ввиду сложного характера контраста трудно, а иногда и невозможно определить при непосредственном зрительном анализе растровых микрофотографий, что подтверждается изображениями поверхности разлома образцов углеситалла на рис. 4. С другой стороны характер контраста на рис. 4 позволяет предположить, что при данном масштабе увеличения на микрофотографиях должны присутствовать элементы изображения, отражающие такие свойства материала как его однородность и периодичность структуры.



Рис. 4. Изображения образцов углеситалла, полученные в режиме сканирующей микроскопии, со значениями микротвердости 1540 Мпа (1) и 1140 Мпа (2).

В докладе приводятся примеры использования цифровой обработки растровых изображений. Результаты, касающиеся последнего раздела доклада, являются во многом дискуссионными и требуют проведения дальнейших исследований.

- [1] Волков Г.М., Калугин В.И., Сысков К.И., Докл. АН СССР, **183**, №2, 396 (1968).
- [2] Татаринов В.Ф., Виргильев В.С., Евдокимов С.Е., Перспективные материалы, №4, 41 (1999).
- [3] Кукин В.Н., Боргардт Н.И., Агафонов А.В., Кузнецов В.О., Заводская лаборатория. Диагностика материалов, № 11, 24 (2005).
- [4] Oberlin A., Carbon., 40, 7, (2002).
- [5] Pauw V., Reznik B., Kalhofer S., Carbon., **41**, 71 (2003).
- [6] Балаев Д.А., Белозерова И.Л., Гохфельд Д.М. и др., ФТТ, **48**, №2, 193 (2006).
- [7] Шредер М., Фракталы, хаос, степенные законы, Ижевск: НИЦ "Регулярная и хаотическая динамика", 2005, 528 с.
- [8] Гонсалес Р., Вудс Р., Цифровая обработка изображений. М.: Техносфера, 2005, 1071 с.

ВЛИЯНИЕ ДИСЛОКАЦИОННЫХ АНСАМБЛЕЙ В ЭПИТАКСИАЛЬНЫХ СТРУКТУРАХ НА ФОРМУ РЕНТГЕНОВСКИХ ДИФРАКЦИОННЫХ ПИКОВ

Р.Н.Кютт

Физико-технический институт им. А.Ф.Иоффе РАН, 194021, С-Петербург, Политехническая, 26 г.kyutt@mail.ioffe.ru

Введение

Дефекты со слабо спадающими полями смещений, как известно, вызывают уширение дифракционных рентгеновских пиков. B настоящее время используется два подхода к обработке экспериментальных данных от таких структур с целью получения параметров этих дефектов – анализ полуширин дифракционных пиков, измеренных для отражений нескольких порядков, и анализ формы дифракционной линии. Чаще всего В исследованиях дислокационных структур применяется первый вариант, который сводится к построению зависимости полуширины от брэгговского угла (так называемого графика Вильямсона-Холла) В итоге из трехкристальных мод [1]. сканирования: в симметричной брэгговской получить геометрии можно следующие параметры дефектной структуры: средний угол разориентаций и латеральный размер областей когерентного рассеяния из 0-кривых и среднюю величину деформации сжатия-растяжения и размер когерентных областей вдоль нормали из кривых Ө-2Ө-моды. Основная сложность в использовании этого подхода состоит в выборе размерного закона сложения И деформационного вкладов в полуширину квадратичного или линейного. Поэтому в последнее время предлагаются различные варианты усовершенствования метода [2-3].

Детальный анализ полуширин с использованием комбинации разных геометрий дифракции был предложен в [4] для получения набора компонент тензора микродисторсии и определения из них плотности отдельных семейств прямолинейных дислокаций.

В последние годы заметно оживился интерес к анализу формы дифракционных линий. Связано это с желанием получить структурную информацию ИЗ одной дифракционной кривой, не прибегая к измерениям нескольких рефлексов. Начало было дано таким работам Уорреном и Авербахом [5], которые еще в 1950 г. Фурье-анализ предложили формы рентгеновской линии, позволяющий получить в итоге средние размеры кристаллитов и среднюю деформацию внутри них. В последующих исследованиях [6-8] (как теоретических, так и экспериментальных) были рассмотрены другие подходы к изучению формы дифракционных пиков (аппроксимация функцией Войта, другими феноменологическими функциями, более точный расчет профиля линии с учетом разных факторов и т.д.). Как и работа [1], они базировались на модели мозаичного кристалла и были направлены на разделение вкладов от размеров блоков и деформации.

Кристаллы с дислокациями лишь в первом приближении могут быть описаны моделью Для хаотических мозаичного кристалла. дислокаций как блочная модель [9-10], так и строгая кинематическая теория с рассмотрением полей деформаций вокруг дислокаций [11-12], оперировали гауссовской формой ущиренных дифракционных пиков с отклонением от нее на распределения. крыльях Такая же форма получается и из теоретического анализа влияния дислокационных сеток в рассогласованных эпитаксиальных системах в случае pd>1, где pлинейная плотность дислокаций в сетке, а dпленки [13]. Экспериментальные толшина измерения для систем с сетками дислокаций на гетерогранице пленка-подложка также показали перпендикулярного гауссовское уширение дифракционному вектору (0-мода сканирования) распределения интенсивности. Но для сильно рассогласованных систем, где велик вклад прорастающих дислокаций, образующихся в процессе 3D-роста пленок, распределение вдоль дифракционного вектора (0-20-мода) имеет лоренцовскую форму [14]. Наиболее детальный анализ формы дифракционных пиков проведен авторами работ [15-18].

В большинстве этих работ рассматриваются одномерные интегральные распределения дифракционного интенсивности или вдоль вектора и усредненное по ориентациям кристаллитов, что соответствует дифракции от поликристаллов, или интегрированное по сфере Эвальда, что воспроизводит двухкристальную кривую качания от монокристаллов. В настоящей работе обобщены результаты экспериментальных рентгеновских измерений дифракционных рефлексов от ряда эпитаксиальных структур с различными семействами дислокаций И проанализирована форма трехкристальных мод сканирования, т.е. распределений интенсивности вдоль дифракционного вектора И перпендикулярно ему.

Эксперимент

Экспериментальные измерения проводились на трехкристальном дифрактометре с

использованием анализатора. При степени углового уширения больше 100 угловых секунд анализатора вместо кристаллического использовалась узкая щель перед детектором (с 70" по 2θ). разрешением Измерялись дифракционные кривые 0- и 0-20- мод сканирования, что позволяло анализировать уширение и форму дифракционной линии в двух направлениях – перпендикулярно и дифракционному параллельно вектору, соответственно. Изучалось распределение интенсивности для рефлексов разных порядков в двух геометриях дифракции – симметричной брэгговской и симметричной лауэвской. Форма дифракционных пиков анализировалась на основе аппроксимации функцией Войта или степенными зависимостями.

Объектами служили эпитаксиальные структуры, содержащие различные семейства дислокаций. Влияние дислокационных сеток изучалось на примере гетероструктур на основе соединений $A^{3}B^{5}$ и $A^{2}B^{6}$. В качестве структур с прорастающими дислокациями были использованы однослойные и многослойные эпитаксиальные системы на основе A3-AlGaN. нитридов (GaN. InN). характеризующиеся высокой плотностью прорастающих прямолинейных дислокаций.

Результаты

Влияние дислокационных сеток. Плоские дислокационные сетки, возникающие на гетерогранице пленка – подложка в процессе релаксации упругих напряжений, вызывают уширение рентгеновских рефлексов в направлении, перпендикулярном дифракционному вектору и практически не сказываются на распределении интенсивности влоль Н. Форма уширенных пиков Өсканирования при этом хорошо описывается гауссианом. Пример для системы ZnMgSe -GaAs приведен на рис.1. При наличии других дефектов (дефектов упаковки или кластеров) появляется лоренцовская составляющая. Это позволяет разделить вклады ОТ сетки дислокаций и дефектов недислокационной природы.



Рис.1 Кривая *θ*-моды отражения эпитаксиальной пленки с сеткой дислокаций.

Влияние прорастающих дислокаций. Дифракционные пики от гетероструктурр с большой плотностью прорастающих дислокаций не описываются чисто гауссовской функцией, а доренцовскую составляющую. содержат Измеренные в настоящей работе уширенные пики рефлексов от слоев GaN AlGaN хорошо аппроксимировались пиковой функцией Войта как для θ -, так и для θ -2 θ -моды сканирования, хотя на дальних крыльях углового распределения (/ $\Delta \theta$ />2w, где w – полуширина пика) экспериментальная интенсивность на θ-кривых в брэгговской геометрии падает заметно быстрее Войт-функции. Аппроксимация поведения интенсивности на хвостах таких кривых степенной функцией дает падение по закону α^{-4} и даже быстрее. В брэгговской геометрии для большинства образцов с прямолинейными системами дислокаций превалирует гауссовская составляющая. На рис.2 и 3 представлены примеры $\theta \theta - 2\theta$ характерные и кривых 0002-брэгговского трехкристальных отражения для двух образцов сверхрешетки AlGaN/GaN с разной системой прорастающих дислокаций и разной степенью уширения. Если первый ИЗ них содержит семейства прямолинейных прорастающих перпендикулярно гетерогранице дислокаций краевого и винтового образец большей типов, то второй (c Al) концентрацией характеризуется более хаотичным распределением дислокаций. ТЕМизображения поперечных срезов этих структур также представлены на рис. 2. Из сравнения кривых для двух образцов видно, что относительный вклад лоренцовского уширения тем больше, чем хаотичней система дислокаций.



Рис. 2. Кривые θ -моды для среднего пика сверхрешетки для образцов системы CPAlGaN/GaN – GaN – сапфир, отражение 0002.



Рис.3. Форма среднего пика сверхрешетки в режиме θ -2 θ -сканирования для двух образцов системы CPAlGaN/GaN –GaN – сапфир, брэгговское отражение 0002.

Для Лауэ-геометрии имеют место те же закономерности, хотя относительный вклад лоренцовского уширения в кривые Ө-моды заметно больше, чем для брэгговских отражений. Можно предположить, что упорядоченные семейства одноименных дислокаций приводят к гауссовской форме уширенных дифракционных пиков, в то время хаотическое распределение дислокаций дает распределение интенсивности ближе к функции Лоренца. Учитывая, что в кривые Ө-моды брэгговской дифракции основной вклад вносят прорастающие прямолинейные винтовые уширение -кривых дислокации, θ а симметричных Лауэ-отражений может быть горизонтальными вызвано только говорить о дислокациями, можно более хаотическом распределении горизонтальных дислокаций или их фрагментов по сравнению с вертикальными дислокациями. Для образца с наибольшим содержанием Al в слоях форма θ-пика Лауэ-рефлексов соответствует чисто лоренцовской функции, что и подтверждает сильно неупорядоченное распределение дислокаций в этом образце.

B отличие от θ -кривых, которые чувствительны к разориентациям отражающих кристаллографических плоскостей, уширение пиков 0-20- моды обусловлено неравномерным распределением дилатационных полей вокруг дислокаций. Уширение θ -2 θ -пиков Лауэрефлексов в нитридных гетероструктурах вызвано влиянием вертикальных прорастающих дислокаций краевого типа. Поэтому большая доля лоренцовской составляющей в форме этих пиков позволяет предположить различный влияния винтовых и краевых характер дислокаций на распределение интенсивности.

Для интегральных двухкристальных кривых симметричного брэгговского отражения во многих случаях падение интенсивности на хвостах описывается степенной зависимостью α^{-3} , что соответствует теоретическому рассмотрению, выполненному для прорастающих дислокаций в [13]. Однако в ряде

случаев наблюдалась и более быстрая степенная зависимость.

Зависимость от порядка отражения. С увеличением отражения порядка доля гауссовской составляющей в форме θ -пиков слегка уменьшается, а доля лоренцовской возрастает, что указывает на то, что последняя также вызвана разориентациями (т.е. в нашем случае дислокациями), а не конечными размерами когерентных областей. При заметном вкладе размерного эффекта тенденция изменения должна прямо противоположной, быть поскольку уширение от конечных размеров латеральных областей пропорционально 1/sin($\theta_{\rm B}$), а влияние локальных разориентаций не зависит от брэгговского угла. То же самое имеет место и для Лауэ-дифракции, для которой относительный вклад лореццовского уширения заметно больше, чем для брэгговского отражения

Зависимость от глубины слоя. Сравнение формы пиков для слоев, расположенных на разной глубине, позволяет оценивать изменение дислокационной структуры при переходе от ниже лежащих слоев к вышележашим. Особенно наглядно это проявляется в сильнорассогласованных системах с буферными слоями.



Рис. 4. Сравнение формы пиков qсканирования отражения от сверхрешетки и буферного слоя для 0002-брэгговского отражения (вверху) и 11-20-Лауэ-рефлекса (внизу). Пики совмещены по высоте.

На рис. 4 приведен пример для эпитаксиальной системы сапфир - GaN – CP AlGaN/GaN, показывающий, что θ-пики от буферного слоя имеют заметно большую долю 184

лоренцовского уширения, в то время как гауссовское уширение примерно одинаково. Это может быть объяснено вкладом очень сильно нарушенной тонкой области вблизи границы сапфир - буферный слой (т.е. неравномерным распределением дислокаций в буферном слое).

Изменение формы пиков для разных слоев в многослойной системе позволяет проследить изменение в распределении дислокаций по глубине и может оказаться полезным при изучении механизмов релаксации между слоями.

Такой анализ может быть использован для изучения изменения дефектной структуры по глубине и в других случаях. На рис. 5 представлен пример брэгговского отражения от эпитаксиального слоя GaN после имплантации в него ионов Er. Как известно, при имплантации с лозами меньше критической вблизи поверхности образуется слой с положительной деформацией относительно матрицы. Сравнение формы Ө-пиков отражения от имплантированного слоя и недеформированной матрицы GaN и их аппроксимация функцией Войта показывает, что при одинаковом гауссовском вкладе В ЭТИ пики доля лоренцовской составляющей лля имплантированного слоя заметно больше. Это указывает на то, что при неизменности дислокационной структуры после имплантации в поверхностном слое образуются дефекты (вероятно, аморфные кластеры вокруг треков), диффузное рассеяние от которых и вызывает более медленное падение интенсивности на хвостах кривых.



Рис. 5. Пики θ -сканирования для дифракции от эпитаксиальной пленки GaN на сапфире, имплантированной ионами Er (энергия 1мэв, доза $1*10^{15}$ см⁻²). Полые точки – отражение от имплантированного слоя, сплошные - от матрицы GaN, пунктир – аппроксимация функцией Войта.

- [1]. G.K.Williamson, W.H.Hall. Acta Metall. **1**, 271 (1952).
- [2]. T.Ungar, A.Borbely. Appl.Phys.Lett., **69**, 3173 (1996).
- [3]. [3] P.Scardi, M.Leoni, R.Delhez. J.Appl.Cryst., **37**, 381 (2004)
- [4]. V.Ratnikov, R.Kyutt, T.V.Shubina,
- T.Pashkova, B.Monemar, J.Appl.Phys., **88**, 6252 (2000).
- [5]. B.E.Warren abd B.L.Averbach. J.Appl.Phys., 21, 595 (1950).
- [6]. J.I.Langford, A.J.C.Wilson. J.Appl.Cryst., **11**, 102 (1978).
- [7]. D.Balzar. J.Appl.Cryst., 25, 559 (1992).
- [8]. D.Balzar, N.Andebrand, M.R.Daymond et al. J.Appl.Cryst., **37**, 911 (2004).
- [9]. Ayers J.EJ. Crystal Growth 135, 71 (1994).
- [10]. Krivoglaz M.A. *Fiz.Met Metalloved* **12**, 465. (1961)
- [11]. Wilkens M. *Kristall und Technik* **11**, 1159 (1976)
- [12]. Kaganer V.M., Kohler R., Schmidbauer M.,Opitz R. and Jenichen B. *Phys. Rev B* 55 1793.(1997)
- [13]. Kyutt R., Sorokin L., Argunova T.,
- Ruvimov S.. Solid State Phys., 36, 1473 (1994)
- [14]. I.Groma. J.Appl.Cryst., 33, 1329 (2000).
- [15]. V.M.Kaganer, O.Brandt, A.Tramper,
- K.H.Ploog. Phys.Rev. B72, 045448 (2005)
- [16]. L.Kirste, K.M.Pavlov, S.T.Mudie,
- V.I.Punegov, N.Herres. J.Appl.Cryst., **38**, 183 (2005).
- [17]. S.Denis, V.Holy, Z.Zhong, G.Bauer.
- O.Ambacher. Appl.Phys. Lett., 85, 3065 (2004).
- [18]. Hordon M.J. and Averbach B.L. Acta Met. 9, 237 (1961)

ДИАГНОСТИКА ПОРИСТЫХ СЛОЕВ МЕТОДОМ ВЫСОКОРАЗРЕШАЮЩЕЙ РЕНТГЕНОВСКОЙ ДИФРАКТОМЕТРИИ

A.A. Ломов, Р.М. Имамов, Д.Ю. Прохоров, D. Nohavica¹, P. Gladkov¹

Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, Ленинский просп. 59, 119333 Москва, Россия ¹Institute of Radio Engineering and Electronics CAS, Chaberska 57, 18251 Prague 8, Czech Republic e-mail: a.lomov@ns.crys.ras.ru

В последнее десятилетие возросший интерес к нанопористым полупроводниковым структурам связан как с изучением в них квантоворазмерных эффектов, так и их практическим применением. Создаваемые пористые слои являются 3Dградиентными кристаллами и требуют для своего описания большого количества параметров: толщину, деформацию, пористость, плотность, когерентность пор, микро- и нанокристаллитов, их размеры, вид и кристаллографическое положение пор и т.п. Задача диагностики пористых материалов стимулирует развитие различных методов, в том числе и рентгенодифракционых. Их экспериментальная реализация играет при этом важную роль И является основой лля фундаментального понимания процессов взаимодействия излучения с веществом.

Систематические дифракционные исследования пористых кристаллических слоев были начаты с середины 80-х годов прошлого века и выполнены в основном при изучении пористого кремния (ПК). С помощью двухкристальных кривых отражения в [1,2] было показано, что оставшиеся в слое ПК кристаллиты когерентны между собой и испытывают тетрагональные искажения. Возможность анализа пор по диффузному рассеянию была продемонстрирована в [3]. При помощи малоуглового рассеяния и дифракции при скользящих углах падения от свободных пленок пористого кремния (ПК) определено распределение пор по размерам [4]. В [5] для определения параметров пор предложено использовать малоугловое брэгговское рассеяние. Качество пористых слоев и их структура были изучены методом рентгеновской интерференционной топографии [6]. Величина пористости и параметры пор могут быть извлечены из данных метода рентгеновской рефлектометрии [7]. В [8] впервые определены структурные параметры (толщины *l*, пористости P(z), деформации $\Delta d(z)$) субмикронных слоев ПК. Для характеризации вида и расположения пор в [9] было предложено использовать диффузное рассеяние.

Настоящая работа посвящена диагностики пористых слоев InP методами высокоразрешающей рентгеновской дифрактометрии и рефлектометрии.

Пористые слои создавались на 001 ориентированных подложках *n*-InP с уровнем легированния [N_D-N_A]~10¹⁸см⁻³ методом электрохимического травления в режиме анодирования в растворе HCl. Особенностью структуры полупроводников А₃В₅ (сфалерита) является наличие полярных направлений, приводящих к понижению симметрии, и, в частности, грани (110) и (110) становятся неэквивалентными. В зависимости от технологических условий формируются колоннообразные поры двух типов: частично кристаллографически ориентированные поры (КО-поры) и поры, ориентированные вдоль линии тока (ТО-поры). В результате каждый тип пор составляет различные углы наклона ф с поверхностью образца [10].

Схема записи кривых дифракционного отражения с расположением образца показана на рис.1.



Рис.1 Схема установки кристалла-образца в методе ТРД при азимутальном угле $\phi=90^{0}$.

Эксперименты по анализу дифракционного рассеяния от образцов пористого InP вблизи узла (004)выполнялись на трехкристальном рентгеновском дифрактометре ТРС-1. Источником излучения служила рентгеновская трубка $(\lambda = 0.154 \text{HM})$ Для мощностью 1.2кВт. формирования падающего на образец излучения использовался щелевой монокристалл Ge с трехкратным отражением 004, а в качестве кристалла-анализатора -плоский Ge(004). Кривые трехкристальной рентгеновской дифрактометрии записывались в режиме осканирования (при фиксированных угловых положениях 9 кристаллаанализатора) и в режиме $\omega + \omega_0/29$ - сканирования.

На двухкристальной кривой дифракционного отражения, записанной от образца D94 (ТО-поры, t_{сл}≈ 0.5мкм) наблюдается интерференционая картина, состоящая из широких горбов и мелких осцилляций вокруг основного брэгговского максимума (рис.2, кривая *1*). Такая картина характерна при наличии вблизи поверхности слоя, имеющего сложную структуру [11] или содержа. щего упорядоченные дефекты [12]. На рис. 2 показаны сечения узла 004 образца D94 вдоль

(кривая 2, $\omega/29$ - скан.) и поперек (кривая 3, ω скан.) вектора обратной решетки. Видно, что вид кривых значительно отличается. На «хвостах» кривой 2 наблюдаются мелкопериодные осцилляции, доказывающие образование слоя толщиной $L_{Ilop} = (\lambda \times \gamma_h)/(\Delta\theta \times \sin 2\theta_{5p})$.

Амплитуда осцилляций позволяет определить количество когерентных кристаллитов с учетом плотности слоя ρ =(1-P) (P- пористость), которая определяется по данным рефлектометрии.



Рис.2 КДО (1) и сечения (2,3) узла обратной решетки 004 образца D94 с ТО- порами.

Вид кривых (рис.2) показывает, что в отличие от образцов пористого кремния слои пористого InP аналогичной ($\sim 3 \times 10^{-4}$) по величине деформации не испытывают. Поэтому кривые *1* и *2* имеют практически симметричный вид. Значительное число когерентных кристаллитов позволяет не только оценить толщину слоя, но и извлечь статический фактор Дебая-Валлера (f = exp(-W) ≈ 0.3).

Анализ сечения (кривая 3) показывает, что в приповерхностном слое существуют имеющие ближний порядок рентгеноаморфные дефекты (в нашем случае поры) с поляризуемостью отличной от поляризуемости кристаллитов. Угловое расстояние между характерными «плечами» на кривой 2 соответствует среднему расстоянию между дефектами $L_{Cp} \approx \lambda/2\Delta\omega\sin\theta_{E^*}$, а полуширина центральной части диффузного рассеяния— среднему размеру («диаметру») поры на поверхности образца.

Для определения численных параметров пор, их особенностей, связанных с методикой приготовления образцов, необходимо построение их пространственной модели. С этой целью были записаны кривые ТРД при различном азимутальном положении образца (рис.1). На рис.3, 4 представлены сечения узла 004 для двух положений по углу ф=0 (сплошная линия) и φ=90 угл. град. (прерывистая линия) образцов D95 (при 9=0, 100угл.сек.) D116 И (при 9=0, 200угл.сек.).



Рис.3 Сечения узла 004 вдоль q_x от образца D95 с TO- порами при $\phi=0$ (---) и $\phi=90^0$ (----).

Видно (рис.3), что для образца D95 кривые ТРД при различных 9 по форме принципиально не изменяются. На всех кривых кроме динамических максимумов наблюдаются «плечи», симметрично расположенные относительно ω =0. При углах 9 свыше 100 угл.сек. «плечи» не наблюдаются.



Рис.4 Сечения узла 004 вдоль *q*_x от образца D116 с КО- порами при φ=0 (---) и φ=90⁰ (----)

Напротив, вид сечений (рис.4) для образца D116 существенным образом зависит от азимутального его положения. В случае $\phi=90^0$ при

 $\theta = \theta_{0}$ «плечи» наблюдаются совсем не И интенсивность диффузного рассеяния меньше соответствующих значений, полученных при $\phi = 0^0$. На сечениях, записанных при 9=200 угл.сек., соотношение интенсивностей противоположное. Этот результат доказывает изменение положения пор относительно плоскости отражения при вращении образца вокруг вектора обратной решетки [004]. Изменение формы сечений диффузного рассеяния ранее наблюдалось при исследовании упорядоченных дефектов в эпитаксиальных [12] и пористых слоях кремния [13].

Известно [14], что распределение интенсивности вокруг узла обратной решетки представляет себя Фурье образ фактора формы ИЗ рассеиваюшего объекта. В этой модели быть интенсивность рассеяния может представлена в виде:

$$I(q_x, q_z) = C[F(\mathbf{S})|G(\mathbf{q})|^2 dq_y, (1)$$

где *C* - константа, S = h + q, h - вектор обратной решетки, G(q) - фурье-трансформанта фактора формы отдельного дефекта, а F(S) определяется взаимным расположением пор в кристалле.

$$F(\mathbf{S}) = \langle \sum_{m} \sum_{n} \exp[i \mathbf{S}(\mathbf{\rho}_{m} - \mathbf{\rho}_{n})] \rangle$$

В кристалле из-за зависимости скорости травления от индексов грани поры удобно представить в виде параллелепипедов с характерными размерами a_x , a_y , a_z . Учитывая возможный разброс размеров и размытие границ пор, Фурье –трансформанта будет иметь вид $G(\mathbf{q})$:

$|G(\mathbf{q})|^2 = g(q_x)g(q_y)g(q_z).$

Поэтому из анализа рассеяния на порах можно получить информацию об их форме И расположении, определить угол ξ наклона поры к поверхности образца и фрактальности. Так в [9] экспериментально показано, что цилиндрические поры, расположенные вдоль нормали к поверхности (ξ=90°) образца, создают диффузное рассеяние в латеральном направлении. При этом интенсивность диффузного рассеяния вдоль нормали к поверхности резко падает. Форма сечений соответствует кривым на рис.5, на котором представлены сечения в режиме $\omega + \omega_0/29$ сканирования для образцов D95(°) и D116 (•) при $\phi = 0^0$.

Полуширина наблюдаемых дифракционных максимумов определяется средней толщиной когерентно рассеивающего кристаллита $l_z \approx \lambda/2\Delta\theta\cos\theta_{\rm b}$. С учетом угла наклона оси поры к поверхности для образца D95 (ξ =90⁰) получаем длину поры $l=l_z/\sin\xi\approx 1250$ нм. Эта величина меньше толщины пористого слоя $L\approx 2$ мкм, определенного по периоду толщинных осцилляций. Анализ формы q_z -сечения для образца D116 показывает, что длина КО-пор меняется в широких пределах. Полученный результат свидетельствует, что структура слоев с токовыми порами более однородна.

Анализ соотношения (1) позволяет понять трансформацию распределения интенсивности

диффузного рассеяния вблизи узла обратной решетки при отклонении поры в плоскости рассеяния от нормали к поверхности на угол $\pi/2$ - ξ .



Рис.5 q_z -сечения при ω =-220 угл.сек диффузного рассеяния от образцов InP(004) с ТО-порами (•) и КО-порами (•).

Максимум распределения интенсивности этого рассеяния в плоскости перпендикулярной продольной оси поры, повернется на такой же угол в сторону нормали к поверхности. В результате интенсивность диффузного рассеяния на ωсечении при 9=0 сильно снизится, а при увеличении |9| начнет возрастать и проявляться в виде «плечей», что и наблюдается на рис.4 для угла $\phi = 90^{\circ}$. Анализ нескольких сечений позволяет определить тип пор, а из углового положения «плечей» легко получить средний угол наклона пор к поверхности образца: tg $\xi = (q_{x0} / q_{z0})$ (sin ϕ), где q_{x0} и q_{z0} координаты «плеча» на сечениях. Для образца D116 была получена величина угла $\xi = 52(2)^0$, что примерно соответствует кристаллографическому направлению [111] (в кубическом кристалле $\xi_{111}=54,7^0$.), имеющему большую скорость травления. Знание угла ξ позволяет оценить среднюю длину КО-пор: $L_{KO} = l_{z} / \sin \xi \approx 800$ нм и поперечный размер поры d≈*l*_{rs}sinξ≈ 80нм.

Необходимо отметить, что положение максимума на сечениях (рис.5) от токовых пор (D95) смещено на 5угл.сек в область больших углов что соответствует величине деформации сжатия -4×10^{-5} . Для образца D116 деформации в пористых слоях не обнаружены.

представлены изображения На рис. 6,7 поверхности и сколов исследуемых образцов, полученные при помощи сканирующей электронной микроскопии. Видно, что структура пор в исследуемых образцах различна, и находится согласии с результатами дифракционных в исследований. Кроме того, определенный из этих картин средний размер рассеивающих объектов вдоль поверхности D_x ≈ 70нм хорошо согласуется с величиной, полученной методом трехкристальной рентгеновской дифрактометрии.



Рис.6 Электронно-микроскопическое изображение боковой поверхности (110) слоя с ТО-порами (образец D95), на вставке представлено изображение границы раздела пористый слой-монокристаллическая подложка.



Рис.7 РЭМ изображение скола грани (110) образца D116 с КО-порами в объеме слоя.

Полученные результаты показывают, что из сечений двумерного распределения интенсивности вблизи узла обратной решетки, полученных методом ТРД при различных азимутальных положениях образца ф относительно нормали к поверхности, можно извлечь информацию не только об основных искажениях структуры (толщины, деформации, пористого слоя количестве когерентных кристаллитов), но и определить геометрические параметры пор, их тип и ориентацию. Для построения более полной модели пористого слоя необходимо помимо численного моделирования диффузного рассеяния привлечение данных рентгеновской рефлектометрии. Комплексное применение высокоразрешающих рентгеновских методик является необходимым условием для диагностики пористых слоев и может служить мощным инструментом при изучении механизма электрохимического анодирования полупроводниковых подложек..

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант №05-02-1785) и Роснауки (Госконтракт №02.434.11.7058)

[1] Barla K., Herino R., Bomchil G., Phister J.C., Freund A. J. Cryst. Growth. **68**, 727 (1984).

[2] Labunov V., Bondarenko V., Glinenko L., Dorofeev A., Tabolina L., Thin. Solid. Films, **137**, 123 (1986).

[3] Goudeau P., Nandon A., Bomchil G., Herino R, J.Appl.Phys, **66**, 2, 625 (1989).

[4] Vezin V., Goudeau P., Naudon A., Halimaoui A., Bomchil G., Appl. Phys. Lett., **60**, 21, 2625 (1992).

[5] Ломов А.А., Бушуев В.А., Караванский В.А., Кристаллография. **45**, 5, 915 (2000).

[6] Василенко А.П, Колесников А.В, Федоров АА., Труханов Е.М., Пчеляков О.П., Соколов Л.В., Заводская лаборатория. Диагностика материалов, **68**, 4, 25 (2002).

[7] Бушуев В.А., Ломов А.А., Сутырин А.Г, Караванский В.А., Перспективные материалы, **4**, 25 (2000).; Сутырин А.Г., Бушуев В.А., Ломов А.А. Известия РАН, Серия физическая, **4**, 545 (2004).

[8] Lomov A.A., Bellet D., Dolino G., phys.stat.sol.(b). **190**, 219 (1995).

.[9] Koppensteiner E., Schuh A, Bauer G., Holy V., Bellet D., Dolino G., Appl. Phys. Lett., **65**, 1504 (1994).

[10] Langa S., Tiginyanu I.M., Carstensen M., Christophersen J. and Föll H., Electrochemical and Solid-State Letters, **3**, 11, 514 (2000); Nohavica D., Gladkov P., Zelinka J., Dvořák M, Pirov J., Int Conf. NANO 04, October 2004, Brno, Czech Republic, Proceedings p.176.

[11] Tapfer L., Sciacovelli P., De Caro L., J. Phys. D: Appl. Phys., **28**, A179 (1995).

[12] Кютт Р.Н., Физика твердого тела, **39**, 7, 1188 (1997).

[13] Faivre C., Bellet D., J. Appl. Cryst., **32**, 1134 (1999).

[14] Guinier A. X-ray diffraction in crystals, imperfect crystals, and amorphous bodies., W.H. Freeman and Company. San Francisco and London. 1963. 378 P.

ОСОБЕННОСТИ ДИФРАКТОГРАММ НЕСТЕХИОМЕТРИЧЕСКИХ ФТОРИДНЫХ ФАЗ Са_{1-x}La_xF_{2+x}

<u>С.К. Максимов¹</u>

¹ Московский государственный институт электронной техники, проезд 4806, д.5 Москва, г. Зеленоград, Россия. e-mail: <u>maksimov@zelnet.ru</u>

Нестехиометрические фториды возникают при неизовалентном замещении [1], например, в $Ca_{1-x}La_xF_{2+x}$ ион Ca^{2+} замещается ионом La^{3+} , что требует или появления межузельных ионов F⁺ или вакансий в катионной подрешетке [1]. В нестехиометрических фазах точечные дефекты являются структурообразующими элементами, и дефектная структура определяет уникальные свойства этих фаз, а также перспективы их использования для решения многих задач [1].

Выяснение закономерностей строения нестехиометрических соединений необходимо для формирования композиций с заданными свойствами. Взаимодействия в катионной и анионной подрешетках нестехиометрических фторидов ведет к расслоению на нанометровые объемы (наноструктурированности). Однако во многих случаях не определена даже природа расслоения, и не определено представляет ли оно собой модуляцию по концентрации компонентов при сохранении монокристалличности или протекает через преципитацию новой фазы [1].

Структурные исследования фторидных фаз связаны со сложностями. На дифрактограммах от объектов с нанометровыми вариациями состава должен наблюдаться ряд дифракционных эффектов [2], которые не выявлялись для рентгенограмм наноструктурированных фаз со структурой CaF_2 [1]. О наноструктурированности этих фаз судят по данным электронномикроскопических исследований, в которых обнаружены объекты нанометровых размеров, имеющие изображения с контрастом муара [1].

Природа этих объектов проблематична. отвечающие им отражения исчезают на электронограммах, соответствующих точным высокосимметричным проекциям в решетке матрицы. Предположено, что это исчезновение обусловлено динамическими эффектами в рассеянии электронов [3]. Однако исчезновение рефлексов от преципитатов при изменении проекции может вызываться также разворотом между решетками преципитатов и матрицы [4].

На первый взгляд подобные развороты не могут возникать, если исследуемый объект суть двойник. Электронограмма с неполным набором рефлексов, от объектов в $Ba_{1-x}La_xF_{2+x}$ предположительно двойниковой природы приведена в [3]. Однако позиции нематричных

отражений на этой электронограмме смещены от теоретических позиций двойниковых рефлексов. Постулировалось, что двойники в Ва_{1-х}La_xF_{2+х} возникают в результате релаксации напряжений несоответствия, связанных преципитатами, по механизму, показанному для $Sr_{0.1}La_{0.9}MnO_3$ [5]. Однако сами преципитаты не выявлены, и предположено, что отсутствие их изображений близостью вызвано амплитуд атомного рассеяния Са и La [3]. Поэтому исследования, обобщаемые в данном сообщении, выполнены на Са_{1-х}Lа_хF_{2+х}. Причем было уделено внимание доказательству двойниковой природы объектов, обладающих изображениями с контрастом муара, а также механизму генерации двойников.

проекции [001] Лля все плоскости двойникования наклонены относительно плоскости проекций под углом ≈ 55°, что создает приблизительно одинаковые условия лля изображений всех двойников, независимо от плоскости залегания. Эта проекция позволяет наиболее точно оценивать плотность и распределение двойников.

Электронограммы и микрофотография для кристалла $Ca_{1-x}La_xF_{2+x}$, отвечающие проекции [001] в кубической решетке матрицы приведены на рисунках 1-3.



Рис. 1. Электронограмма для Ca_{1-x}La_xF_{2+x} и проекции [001] со сверхструктурными рефлексами, прямой шрифт – отражения

¹ Все исследования, описанные в настоящем сообщении, выполнены на образцах, любезно предоставленных Б.П. Соболевым (ИКРАН)

матрицы, курсив – сверхструктурные рефлексы, стрелками указаны двойниковые отражения.



Рис. 2. Электронограмма для проекции [001] от объема с двойниками. Стрелками указаны пары из матричного и двойникового рефлексов. В соответствии с [3] двойниковые рефлексы смещены относительно матричных вдоль направлений $\langle 110 \rangle$ на расстояние, не зависящее от порядка рефлекса и равное $\frac{1}{3}$ \vec{g}_{111} .



Рис. 3. Типичная микрофотография Ca_{1-x}La_xF_{2+x}, * - преципитаты упорядоченной фазы, муаровые изображения – наноразмерные двойники.

именуемые далее как глобулярные и муаровые. Соответствие глобулярных изображений включениям упорядоченной фазы и муаровых – двойникам доказано по темнопольным снимкам в соответствующих рефлексах. Наноразмерные Двойники локализованы вокруг включений и возникают при релаксации напряжений несоответствия.

Однако для проекции [001] двойниковые отражения лежат в двойниковых Лауэ-зонах выше или ниже плоскости нулевой Лауэ-зоны.

Поэтому для этой проекции двойниковые рефлексы могут появляться на электронограмме при отклонениях от точной проекции [001] и исчезать, если ось проекций точно совпадает с направлением [001].

Для однозначного определения причин отсутствия двойниковых рефлексов необходимо проекций. использование для которых направление электронного пучка, лежит в плоскости двойникования (т.е. в плоскости проекций лежит одно из направлений (111)). Однако для проекций с относительно высокой ретикулярной плотностью матричных отражений (напр. (112)), позиции двойниковых рефлексов совпадают с позициями матричных отражений или рефлексов, возникающих в результате двойной дифракции. Поэтому интересны проекции (011), в которых лежат по два направления (111), и позиции двойниковых отражений не совпадают с позициями матричных рефлексов или рефлексов, возникающих за счет двойной дифракции. Кроме того, для проекций (011) наблюдается высочайшая ретикулярная плотность отражений, и электронограммы для этих проекций наиболее подвержены влиянию динамических эффектов.

Особенности электронограмм от объема с двойниками могут быть изучены с помощью рисунка 4.



Рис.4. Электронограмма от объема $Ca_{1-x}La_xF_{2+x}$ с единичным двойником роста с плоскостью двойникования (111). Рефлексы матрицы индицированы прямым шрифтом, двойниковые – курсивом, Сетка двойниковых рефлексов развернута на 180° относительно сетки рефлексов матрицы. Ряды рефлексов, параллельные рядам, включающим рефлекс 000, именуются далее слоевыми линиями. Слоевая линия, проходящая через рефлекс 000, является нулевой, а остальные получают номера 1, 2, 3 и т.д. Рефлексы двойника ложатся на отражения матрицы в нулевой и 3-ей слоевых линиях. и смещены на $\frac{1}{3}$ $\vec{\mathbf{g}}_{111}$ вдоль $[1\overline{1}\overline{1}]$ или $[\overline{1}11]$

Особенности электронограмм от наноразмерных двойников для проекции [011] могут отличаться от теоретических (рис.5).



двойниковыми Рис.5. Электронограмма с рефлексами для Ca_{1-x}La_xF_{2+x} и практически точной проекции [011] от объема с наноразмерными двойниками. Указаны индексы двойниковых отражений и следы плоскостей двойникования $(\overline{1}11)$ и $(1\overline{1}1)$. Наблюдаются двойниковые рефлексы, лежащие в первых слоевых линиях, но отсутствуют даже следы двойниковых рефлексов, локализованных во 2-й и более высоких слоевых линиях. Точками отмечены теоретические позиции двойниковых рефлексов. Позиции рефлексов двойников могут отличаться от теоретических.

Чтобы показать связь дифракционных аномалий с условиями дифракции на рис 8 приведена электронограмма для проекции, отклоненной от направления [011].



Рис. 6. Электронограмма для того же объема $Ca_{1-x}La_xF_{2+x}$, что на рис.6. Проекция отклонена от [011] на $\approx 1^{\circ}$. Индексы рефлексов матрицы – прямой шрифт, двойников с плоскостью двойникования $(\overline{111})$ – курсив, с плоскостью двойникования $(\overline{111})$ – курсив, с плоскостью двойникования $(\overline{111})$ – курсив и подчеркивание. Позиции рефлексов двойников близки к теоретическим. При отклонении от проекции [011] на электронограммах от наноразмерных двойников появляются рефлексы во 2-й и 3-й слоевых линиях, и характер электронограммы приближается к теоретическому.

Электронограмма на рисунке 5 идентична электронограмме, полученной при близких условиях дифракции для двойников в $Ba_{1-x}La_xF_{2+x}$ и опубликованной в [3]. Различия между этими электронограммами (меньшее отклонение экспериментальных двойниковых рефлексов от теоретических позиций для $Ca_{1-x}La_xF_{2+x}$, чем для $Ba_{1-x}La_xF_{2+x}$), по-видимому, не являются принципиальными.

При получении электронограммы на рисунке 5 удалось подобрать такую экспозицию, при которой фон заметен вплоть до точек, соседних с теоретическими позициями двойниковых отражений 004, $1\overline{13}$, $2\overline{22}2$. Однако даже диффузные следы этих отражений не выявлены. Диффузный фон проработан также для одной из третьих слоевых линий. Т.е., если указанные рефлексы существуют, то их интенсивность ниже уровня фона. Аналогичная ситуация наблюдалась в [3], где также отмечалось, что рефлексы 2-й слоевой линии подавлены.

Протяженность двойниковых рефлексов на рис.5 вдоль $\langle 111 \rangle$ равна $\approx 1/7 \ \mathbf{g}_{111}$. Это позволяет оценить характерную толщину двойников вдоль направлений $\langle 111 \rangle$ в 2,0 – 2,5 нм. Средний латеральный размер двойников на рис. 3 составляет 7 – 10 нм. Направление $\langle 1\overline{13} \rangle$ лежит практически в плоскости двойника. Поэтому, если протяженность рассеивающего материала достаточна для возбуждения отражений 111, то протяженность в 7 – 10 нм должна быть достаточна для возбуждения, по меньшей мере, диффузных рефлексов типа $1\overline{13}$.

Идентичность результатов для Ba_{1-x}La_xF_{2+x} и Ca_{1-x}La_xF_{2+x}, а также изменения на электронограммах при отклонении от точного отражающего положения, наблюдаемые при сопоставлении рисунков 5 и 6, как минимум, не противоречат гипотезе, объясняющей подавление части рефлексов динамическими эффектами.

Однако эти результаты не могут служить окончательным доказательством достоверности «динамической» гипотезы работы [3]. Решетки двойников когерентно сопряжены с матрицей по плоскостям {111}, но латеральные поверхности двойников сформированы стенками дислокаций. О том, что в исследованных образцах существует высокий уровень напряжений прямо говорит размытие рефлексов на рис.1. Упругие напряжения могут приводить к разворотам всего объема, включающего двойник относительно решетки матрицы. Локальными разворотами решеток возможно объясняется несоответствие экспериментальных позиций двойниковых отражений теоретическим.

Однако рис. 7 показывает, что аномалии могут наблюдаться не только для деталей дифрактограммы, связанных с нанометровыми объектами, но дифракционной картины в целом.



Рис.7. Электронограмма, отвечающая области с высокой плотностью двойников. Подавлены не только двойниковые отражения, локализованные в удаленных слоевых линиях, но ослаблены также матричные отражения, лежащие на 1-й, 2-й, 3-й слоевых линиях.

Для рисунка 7 можно также найти альтернативное объяснение, например, что анализируемая электронограмма является составной. Однако аномальный характер могут электронограммы иметь также co сверхструктурными отражениями. Подобная электронограмма со приведена на рисунке 8, где наблюдаются сверхструктурные отражения 110, 130, 150, 310, 330, но отсутствуют отражения 100, 010, 210 и др. Для сетки сверхструктурных рефлексов, также можно ввести слоевые линии, и сверхструктурные распределить отражения, между этими слоевыми линиями. При этом оказывается, что выявляемые сверхструктурные отражения локализованы на 2-й, 4-й и 6-й слоевых линиях, но отражения, которые должны быть локализованы на 1-й, 3-й и 5-й слоевых линиях отсутствуют.

Никакие особенности в распределении ионов Ca^{+2} и La^{+3} , не могут привести к подавлению части сверхструктурных рефлексов. Если ионы Ca^{+2} и La^{+3} чередуются вдоль направлений $\langle 011 \rangle$, то автоматически вдоль направлений $\langle 001 \rangle$ происходит чередование плоскостей с преобладанием Ca^{+2} и La^{+3} . Возможно, что не случайным является также совпадение четности слоевых линий, на которых происходит подавление отражений матрицы на рисунках 7 и 8.



Рис. 8. Электронограмма с неполным набором сверхструктурных отражений. Отражения матрицы индицированы прямым шрифтом, сверхструктурные отражения – курсивом. Показаны слоевые линии 1 – 6 в решетке сверхструктурных рефлексов.

Совокупность всех описанных в настоящем сообщении дифракционных аномалий, повидимому, имеет единую причину. Хотя в каждом конкретном случае, аномалии могут иметь альтернативное объяснение, единственным общим объяснением остается «динамическая гипотеза» работы [3].

- B. P. Sobolev. The Rare Earth Trifluorides. Part
 Introduction to Materials Science of Multicomponent Metal Fluoride Crystals. Institut d'Estudis Catalans. Barcelona. 2001. 459 p.
- 2. 2. А. Гинье. Рентгенография кристаллов. Физматгиз. 1961. М. 604 стр.
- 3. С. К. Максимов, П. Эрреро, Б. П. Соболев. Письма в ЖТФ. 2004. Т. 30. № 23. С. 15 – 23.
- П. Хирш, А. Хови, Р. Николсон, Д. Пэшли, М. Уэлан. Электронная микроскопия тонких кристаллов. 1968. Мир. М. 574 стр.
- I. Lebedev, G. Van Tendenloo, S. Amelinckx, F. Razavi, H.-U. Habermeier. Phil. Mag. A. 2001. vol. 81. P. 797 – 824.

НОВЫЙ МЕТОД ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНО-ИНТЕГРАЛЬНОЙ ТРЕХКРИСТАЛЬНОЙ ДИФРАКТОМЕТРИИ МИКРОДЕФЕКТОВ

Молодкин В.Б., Кисловский Е.Н., Олиховский С.И., <u>Владимирова Т.П.</u>, Решетник О.В., Середенко Р.Ф., Кочелаб Е.В.

> Институт металлофизики им. Г.В.Курдюмова НАН Украины, 36, бульв. Акад. Вернадского, г. Киев-142, UA-03680, Украина e-mail: tvlad@imp.kiev.ua

Построение детальных карт распределений интенсивности диффузного рассеяния (ДР) в пространстве обратной решетки по измеренным двумерным профилям трехкристальной дифрактометрии (ТКД) связано со значительным объемом измерений, а их анализ нужлается в значительном количестве расчетов [1-3]. Известен также подход [4], в котором используется способ экспериментального выделения когерентной составляющей полной кривой отражения (ПКО) исследуемого образца. Вычитание этой составляющей из ПКО, измеренной в обычной двухкристальной рентгенооптической схеме, дает возможность найти диффузную составляющую дифрагированной интенсивности, проинтегрированной по углам выхода (по сфере Эвальда). При обработке этих результатов пренебрегается неизбежным вкладом части интенсивности ДР при регистрации когерентной составляющей, а также отсутствием вклада заметной части "хвостов" ПКО и, таким образом, вносится систематическая погрешность в конечные результаты диагностики. На фоне такого ограниченного набора возможностей, связанных с использованием двумерных распределений дифрагированной интенсивности, проверка идеи использования интегральных параметров дифференциальных профилей ТКД, которая без существенных потерь информативности значительно повышает экспресность измерений и их анализ, представляется весьма актуальной.

Обычно с помощью ТКД измеряют профиль интенсивности дифракции при фиксированном отвороте исследуемого образца $\Delta \theta$ как функцию угла отворота кристалла-анализатора $\Delta \theta'$. Если исследуемый кристалл содержит однородно распределенные ограниченные дефекты, то при этом наблюдают, как правило, три пика: главный при $\Delta \theta' = \Delta \theta'_{M} = \Delta \theta (1 + b_{S})$, где $b_{S} = \gamma_{0} / |\gamma_{H}|$ — параметр асимметрии образца, γ_{0} и $\gamma_{\rm H}$ – косинусы углов, образуемых волновыми векторами падающей плоской волны К и рассеянной плоской волны К' с внутренней нормалью к поверхности монокристалла, псевдопик при $\Delta \theta' = \Delta \theta'_{s} = \Delta \theta$ и диффузный пик при $\Delta \theta' = \Delta \theta'_{\rm D} = \Delta \theta \sin^2 \theta_{\rm B}$. Форма псевдопика задается коэффициентом отражения монохроматора, а главный и диффузный пики определяются соответственно когерентной и диффузной компонентами коэффициента отражения исследуемого кристалла. Эти пики хорошо разделяются при достаточно больших отклонениях образца $\Delta \theta$, значительно превышающих ширину его области полного отражения w:

$$\left|\Delta\theta\right| >> w = \frac{2C|\chi_{r\mathbf{H}}|E}{\sqrt{b_{S}}\sin 2\theta_{B}},\tag{1}$$

где поляризационный множитель C = 1 или $|\cos 2\theta_{\rm B}|$ для соответственно σ - и π -поляризаций излучения, $\chi_{\rm rH}$ – фурье-компонента вещественной части поляризуемости кристалла, $E = \exp(-L_{\rm H})$ – статический фактор Дебая-Валлера.

В случае хорошего разделения всех пиков можно определить интегральные интенсивности этих пиков, как площади под каждым из них (интегральные параметры пиков). Найденные таким способом интегральные интенсивности когерентного (главного) и диффузного пиков зависят только от углового отклонения исследуемого кристалла $\Delta\theta$ и могут быть однозначно связаны с когерентной и диффузной компонентами коэффициента отражения этого кристалла, сумма которых измеряется двухкристальным дифрактометром (ДКД). При выполнении условия (1) соответствующие интегралы просто факторизуются:

$$I_{\rm M}(\Delta\theta) \approx I_0 R_{\rm coh}(\Delta\theta) R_{\rm iM} R_{\rm iA} , \qquad (2)$$

$$I_{\rm D}(\Delta\theta) \approx I_0 R_{\rm diff}(\Delta\theta) R_{i\rm M} R_{i\rm A} , \qquad (3)$$

$$R_{\rm diff}(\Delta\theta) = \int d(\Delta\theta') r_{\rm diff}(k_x, k_z) = \int d\Omega_{\rm K'} R_{\rm D}({\bf k}), \quad (4)$$

где R_{iM} и R_{iA} – интегральные коэффициенты отражений соответственно монохроматора и анализатора, $d\Omega_{\mathbf{K}'}$ – элемент телесного угла в направлении \mathbf{K}' . Величина ошибки, допускаемой при такой факторизации, имеет порядок величины $(w/\Delta\theta)^2$.

Отношение интегральных интенсивностей диффузного и когерентного пиков $Q = I_D/I_M$, как видно из (2) и (3), уже не будет зависеть от инструментальных факторов ТКД. С учетом суммирования по поляризациям это отношение имеет вид:

$$Q = \frac{R_{\text{diff}}^{(\sigma)} + \rho R_{\text{diff}}^{(\pi)}}{R_{\text{coh}}^{(\sigma)} + \rho R_{\text{coh}}^{(\pi)}},$$
(5)

где $\rho = \left|\cos 2\theta_{\rm B}^{\rm M} \cdot \cos 2\theta_{\rm B}^{\rm A}\right|$, $\theta_{\rm B}^{\rm M}$ и $\theta_{\rm B}^{\rm A}$ – углы Брэгга соответственно монохроматора и анализатора. При получении формулы (5) предполагалось, что справедливы приближенные равенства $R_{i\rm M}^{(\pi)} \approx \left|\cos 2\theta_{\rm B}^{\rm M}\right| R_{i\rm M}^{(\sigma)}$ и $R_{i\rm A}^{(\pi)} \approx \left|\cos 2\theta_{\rm B}^{\rm A}\right| R_{i\rm A}^{(\sigma)}$.

Экспериментальные измерения профилей трехкристальной дифрактометрии проводились в бездисперсионной рентгенооптической схеме (1,-1,1) в брэгговской геометрии дифракции на всех трех кристаллах с использованием характеристического CuK_{σ_1}-излучения от рентгеновской трубки БСВ- 29, работающей в режиме 30кВ×30мА.

Для получения профилей ТКД при каждом фиксированном положении образца $\Delta \theta$ кристалл-анализатор вращался в окрестности его точного отражающего положения в угловом интервале приблизительно 200" пошагово. Величина шага выбиралась в процессе измерений в зависимости от условий эксперимента. Продолжительность регистрации дифрагированной интенсивности в каждом угловом положении системы образец-анализатор выбиралась таким образом, чтобы обеспечить точность не хуже 3 %. Критерием надлежащего качества юстировки образца и анализатора было условие сохранения дифракционного отражения при изменении их азимутального положения с точностью около 30". Такая процедура не требовала дополнительной юстировки образца относительно главной оси гониометра при определении его азимутального положения и разрешала довольно точно и быстро контролировать величину отклонения дифракционных условий в плоскости рассеяния.

В качестве исследуемого образца использовался монокристалл кремния, выращенный методом Чохральского и отожженный при температуре 1160°С на протяжении 50 часов.

На Рис. 1 приведены измеренные профили ТКД при отрицательном и положительном углах отворота образца. Следует обратить внимание на различие высот главного и псевдопиков. Оно обусловлено влиянием ДР на монохроматоре, которое подтверждено отдельным экспериментом на том же дифрактометре с установкой монохроматора в положение образца, а в положение монохроматора – високосовершенного монокристалла кремния, выращенного методом бестигельной зонной плавки.

Значения углов отворота образца $\Delta \theta$, которые используются при обработке измерений для каждого профиля ТКД, определялись по расстоянию между главным и псевдопиками, которое согласно теории равняется $b_{\rm S}\Delta\theta$. Такой подход позволяет устранить возможные неточности в отсчете углов, которые возникают при определении нулевого положения из-за люфта.



Рис.1. Экспериментальные профили ТКД для симметричного отражения Si (111), излучение CuK_{6.}.

Другой источник систематической погрешности связан с вычислением интегральных интенсивностей (ИИ) главного ($I_{\rm B}$) и диффузного ($I_{\rm D}$) пиков, величины которых завышаются вследствие перекрывания их хвостов с хвостами псевдопика. Для исследуемого образца это перекрытие дает заметный вклад даже при больших углах отворота образца $|\Delta \theta| >> w$. Для минимизации соответствующей погрешности вычислялась симметричная форма главного и диффузного пиков (см. Рис. 1), которая разрешала рассчитывать ИИ каждого пика как двойную площадь под его половиной (относительно максимума) с противоположной псевдопику стороны.

Рассчитанные таким образом значения интегральных параметров когерентного и диффузного пиков для набора профилей трехкристальной дифрактометрии от исследуемого кристалла позволили установить зависимость их отношения $Q = I_{\rm B}/I_{\rm M}$ от отклонения образца $\Delta\theta$ (Рис. 2). Следует подчеркнуть, что в это отношение не входит интенсивность первичного пучка I_0 , благодаря чему устраняется погрешность, которая связана с ее измерением. Кроме того, как сами интегральные параметры пиков, так и их отношение Q, в отличие от их дифференциальных параметров (ширины и высоты), не зависят от формы коэффициента отражения анализатора.

Для численной обработки зависимости $Q(\Delta \theta)$ необходимо конкретизировать модель дефектов. Известно [5], что в кристаллах кремния, выращенных методом Чохральского, при высокотемпературном отжиге образуются аморфные частицы новой фазы преципитаты SiO₂, которые можно считать сферическими с радиусом $R_{\rm P}$, и хаотически распределенные дислокационные петли размером $R_{\rm L}$.



Рис. 2. Угловая зависимость отношения ИИ диффузного и когерентного пиков профилей ТКД.

Обработка зависимости $Q(\Delta \theta)$ для выбранной модели дефектов проводилась методом наименьших квадратов. Она дала следующие значения параметров этих дефектов: $R_{\rm P} = 0.98$ мкм и $R_{\rm L} = 5.0$ мкм с соответствующиконцентрациями $n_{\rm P} = 3, 1 \cdot 10^5 {\rm cm}^{-3}$ ΜИ И $n_{\rm L} = 3, 1 \cdot 10^7 {\rm см}^{-3}$. Эти значения параметров дефектов хорошо согласуются с результатами рентгенодифракционной топографии и РЭМ, полученными от этого образца, а также с известными литературными данными для образцов Si, которые имеют аналогичные характеристики [5].

С целью проверки полученных характеристик дефектов исследуемого образца была проведена диагностика структурного совершенства независимым методом высокоразрешающих ПКО [6]. Результат подгонки теоретически рассчитанной к экспериментально измеренной ПКО представлен на Рис. 3.



Рис.3. ПКО образца для отражения (333) излучение CuK_{*α*₁} в области полного отражения (сплошная линия – теория, точки – эксперимент).

Статистическая обработка экспериментальных ПКО осуществлялась методом наименьших квадратов с контролем надежности по обычному и взвешенному R- факторам, значения которых не превышали 8%. Определенные таким образом параметры сферических кластеров ($R_{\rm P}$ =1,0 мкм, $n_{\rm P}$ =2,3·10⁵см⁻³) и дислокаципетель (больших $R_{\rm L} = 5.0$ мкм, онных $n_{\rm L} = 4,0.10^7 {\rm cm}^{-3}$ $R_{\rm L} = 0,005$ мкм, И мелких $n_{\rm L} = 3.0 \cdot 10^{16} {\rm сm}^{-3}$) хорошо коррелируют со значениями, полученными предложенным методом. Отличие результатов диагностики относительно мелких петель ($R_{\rm L} = 0,005$ мкм) связано с эффектом угнетения кристаллом-анализатором вклада ДР от них в методе ТКД.

В апробированном методе диагностики, который использует впервые установленные, в рамках созданной теоретической модели, аналитические соотношения между площадями диффузного и главного пиков на профилях ТКД, реализуется преимущество ТКД, которое заключается в возможности отдельного измерения диффузной и когерентной компонент интенсивности дифракции на образце. Это позволяет анализировать отношение их ИИ на каждом профиле. Благодаря этому исчезает необходимость контроля интенсивности падающего на образец пучка (I_0), точное определение которого является достаточно сложной задачей, так как ее величина обычно достигает 10⁶ имп./сек. Следует также отметить значительно меньшую трудоемкость предложенного метода в сравнении с традиционным способом, который базируется на составлении карт изодиффузных линий (картографирование обратного пространства) и требует измерения большого количества профилей ТКД с регистрацией их для разных направлений в пространстве обратной решетки (последнее обеспечивается попеременной фиксацией $\Delta \theta$ или $\Delta \theta'$ и сканированием соответственно по $\Delta \theta'$ и $\Delta \theta$). Все вышеупомянутые особенности метода обеспечивают существенное повышение чувствительности и надежности рентгенодифракционного определения характеристик дефектов в монокристаллах.

Другой особенностью метода, в отличие от измерений на ДКД, есть то, что благодаря наличию кристалла- анализатора эффективно подавляется вклад от теплового ДР и ДР от точечных дефектов образца.

Разработаны и апробированы физические основы нового, существенно более простого в сравнении с известным методом картографирования обратного пространства, метода дифференциально-интегральной трехкристальной рентгеновской дифрактометрии, который базируется на измерении и анализе найденных аналитически как функции параметров дефектов интегральных характеристик дифференциальных профилей одномерного распределения интенсивности дифракции в окрестности узла обратной решетки. Показано, что наиболее информативным есть отношение "интегральной" интенсивности ДР І_D к соответствующей когерентной I_M, которое обрабатывается с использованием новой физической модели, основанной на результатах обобщенной динамической теории с учетом инструментальных факторов рентгенооптической схемы дифрактометра. Полученные значения параметров микродефектов для исследуемого образца хорошо согласуются не только с результатами прямых наблюдений, но и с результатами независимого метода высокоразрешающей двухкристальной дифрактометрии.

[1] Завьялова А.А., Ломов А.А., Маргушев З.Ч., Кристаллография, **36**, №1, 20 (1991).

[2] Iida A., Kohra K., Phys. Stat. Sol (a), **51**, No.2, 533 (1979).

[3] Zaumseil P., Winter U., Phys. Stat. Sol (a), **70**, No.2, 497 (1982).

[4] Holý V., Kubena J., Phys. Status Solidi. (b). 170, No.1, P. 9 (1992).

[5] Borghesi A., Plaggi A., Sassella A., Stella A., Pivas B., Physical Review B., **46**, No.7, P. 4123 (1997).

[6] Оліховський С.Й., Кисловський Є.М., Молодкін В.Б., Лень Є.Г., Владімірова Т.П., Решетник О.В., Металлофиз. новейшие технол. **22**, № 6, 3 (2000).

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХАРАКТЕРИСТИК КРУПНЫХ ДИСЛОКАЦИОННЫХ ПЕТЕЛЬ В МОНОКРИСТАЛЛЕ СZ Si ПОСЛЕ ОБЛУЧЕНИЯ ВЫСОКОЭНЕРГЕТИЧЕСКИМИ ЭЛЕКТРОНАМИ

Молодкин В.Б., <u>Низкова А.И.</u>, Олиховский С.И., Дмитриев С.В., Венгер В.Н., Белоцкая А.А.

Институт металлофизики им. Г.В. Курдюмова НАН Украины, бульв. Акад. Вернадського, 36, 03680, ГСП, Киев-142, Украина

Образец был вырезан ИЗ слитка монокристаллического кремния, выращенного по методу Чохральского (CZ Si) в виде пластины, параллельной плоскости {111}, толшиной *t*=4000мкм. облучения Доза высоконергетическими электронами составила 1.8 кГрэй. Результаты измерений полной интегральной отражательной способности (ПИОС) R_i для различных брэгг-рефлексов МоКα-излучения, проведенных на двухкристальном дифрактометре, представлены во второй строке таблицы 1. При измерениях использовалось симметричное отражение 220 от кристалла-монохроматора Si. В третьей строке таблицы 1 приведены величины отношений, полученных экспериментальных значений ПИОС к значениям интегральной отражательной рассчитанным способности (ИОС). для идеального монокристалла в соответствующих дифракции, (p). Наличие условиях на поверхности монокристаллов остаточного нарушенного слоя (НПС) было учтено при использовании предложенной в работе модели НПС. Величины отношений экспериментальных значений ПИОС, связанных с рассеянием РЛ на хаотически распределенных дефектах (ХРД), к значениям ПИОС, рассчитанным для ИОС идеального монокристалла в соответствующих условиях дифракции (р_{ХРД}), приведены в четвертой строке Таблицы 1.

ТАБЛИЦА 1. Величины ПИОС R_i , ρ и $\rho_{CPД}$ облученного высокоэнергетическими электронами монокристалла CZ Si для симметричных 111, 333, 444 и 555 и для 660 асимметричного и кососимметричного (при ψ =35.27°) брэгг-рефлексов *МоК* α -излучения

hkl	111	333	444	555	660 ₅₀ °	660 ₉₀ °
$R_i \cdot 10^6$	39.5±0.9	6.94±0.15	4.71±0.12	1.35 ± 0.03	4.18±0.12	2.63±0.03
ρ	2.04±0.03	2.12±0.03	2.09±0.03	2.13±0.03	1.49±0.03	2.11±0.03
р _{ХРД}	1.81 ± 0.03	2.02±0.03	2.02±0.03	2.07±0.03	1.45±0.03	2.07±0.03

Из Таблицы 1 видно, что увеличение ПИОС в результате облучения намного превышает погрешности определения ПИОС.

Подгонка значений р_{хрд}, рассчитанных с использованием выражений, полученных в работах [1-3], к экспериментальным р_{хрд} проводилась использованием модели С дефектной структуры, описанной в работе [4]. В облученном образце предполагалось наличие больших петель *R*_{loops} =15мкм, обнаруженных методом ПИОС в исходном образце. Кроме этого порожденные высокоэнергетическими электронами пары Френкеля образуют мелкие дислокационные петли, радиусом *R*_{loops}=0.02мкм. Причем большие петли, как и в исходном образце, распределены в объеме равномерно, а концентрация мелких петель уменьшается от поверхности вглубь образца, поскольку электроны проникают в образец на малую глубину. Путем подгонки угловой (333 и 555

брэгг-отражения) и азимутальной зависимостей ПИОС, полученных с использованием 660 брэгг-отражений $MoK\alpha$ -излучения, с применением выражений для ХРД последовательно для случаев с разной глубиной поглощения t_{abs} , как в работе [4], определялись концентрации больших и малых петель: $R_{big \ loops}$ =15мкм, $c_{big \ loops}$ =5·10⁻¹³; R_{loops} =0.02мкм, c_{loops} ~1/ t_{abs} .



Рис.1. Распределение по толщине образца мелких петель, полученное в предположении, что концентрация крупных петель не изменяется с глубиной.

[1] S.I.Olikhovskii, V.B.Molodkin, E.N.Kislovskii, E.G.Len and E.V.Pervak, Phys.Stat.Sol. (b) **231**, No.1, 199 (2002).

[2] Молодкин В.Б., Олиховский С.И., Дмитриев С.В., Лень Е.Г, Первак Е.В. Металлофиз. и

новейшие технол., 2005, в печати.

[3] Таланин И.Е. Механизм образования и свойства ростовых микродефектов в бездислокационных монокристаллах кремния / Дис. ... док. физ.-мат. наук. – Черновцы, 2005.

[4] Молодкин В.Б., Низкова А.И., Олиховский С.И., Московка И.А., Богданов Е.И., Богданов С.Е., Белова М.М., Дмитриев С.В., Попов В.М., Рудницкая И.И., Венгер В.Н. Металлофиз. и новейшие технол., 2005, в печат

ПОЛНАЯ ИНТЕГРАЛЬНАЯ ОТРАЖАТЕЛЬНАЯ СПОСОБНОСТЬ В ГЕОМЕТРИИ БРЭГГА МОНОКРИСТАЛЛОВ С ХАОТИЧЕСКИ РАСПРЕДЕЛЕННЫМИ КРУПНЫМИ ДЕФЕКТАМИ

Молодкин В.Б., Низкова А.И., Олиховский С.И., <u>Дмитриев С.В.</u>, Венгер В.Н., Белоцкая А.А.

Институт металлофизики им. Г.В. Курдюмова НАН Украины, бульв. Акад. Вернадського, 36, 03680, ГСП, Киев-142, Украина

Определение значений среднего радиуса R и концентрации с хаотически распределенных в объеме монокристалла дефектов кулоновского типа (ХРД) размерами намного меньше длины экстинкции путем использования зависимостей полной интегральной отражательной способности (ПИОС) от модуля вектора дифракции R_i (*H*) или от длины волны используемого излучения $R_i(\lambda)$ в геометрии Брэгга не осуществимо. Это связано с преобладающим проявлением дефектов в виде возникновения и роста диффузной составляющей. Более слабо, в случае мелких дефектов, проявляется эффективное поглощение диффузной и брэгговской составляющих ПИОС из-за ухода части дифрагированной интенсивности в диффузный фон вследствие рассеяния их на дефектах. В этом случае основную роль играет только один из факторов динамического лучей рентгеновских (РЛ) рассеяния статический фактор Дебая-Валлера е^{-L}. L не зависит от λ , а зависимость L(H) позволяет установить присутствуют ли в монокристалле кластеры или мелкие дислокационные петли (ДП), если $L \sim H^2$, или при $L \sim H^{3/2}$ крупные петли. Подгонка к экспериментально полученным значениям ПИОС рассчитанных по формулам динамической теории рассеяния РЛ монокристаллом, содержащим ХРД. дает возможность определить только объемную долю ХРД, а для определения R и с требуется дополнительное измерение толщинных ($R_i(t)$, где *t* – толщина монокристаллического образца) или спектральных (R_i (λ)) зависимостей ПИОС в геометрии Лауэ. Когда верхняя граница области рассеяния Хуаня k_m на порядки превышает величину интерференционного коэффициента поглощения µ_i, азимутальная зависимость последнего практически не влияет на величину диффузной компоненты ПИОС, при k_m>> µ_i в работе [1] получено кинематическое выражение для диффузной компоненты отражательной способности. Однако так не должно быть в тех случаях, когда k_m одного порядка с интерференционным коэффициентом поглощения μ_i .

В работах [2,3] получены формулы для ПИОС монокристалла, содержащего ХРД с размерами, сравнимыми с длиной экстинкции, в геометриях Лауэ и Брэгга. Резульатом настоящей

работы являлась экспериментальная апробация диагностических возможностей метода ПИОС в геометрии Брэгга в случае больших ХРД. Расчеты, проведенные в данной работе, показали, что µ_i значительно возрастает при увеличении степени асимметрии отражения. При этом величина ПИОС должна быть максимальной при кососимметричном отражении и уменьшаться с увеличением степени асимметрии отражений, а асимметрия азимутальной зависимости нормализованной ПИОС (р=R_i/R_{i perf.}) появляется и растет с увеличением среднего радиуса ХРД. Это и обеспечивает в таких случаях возможность диагностики характеристик ХРД.

[1] S.I.Olikhovskii, V.B.Molodkin, E.N.Kislovskii, E.G.Len and E.V.Pervak, Phys.Stat.Sol. (b) **231**, No.1, 199 (2002).

[2] В. Б. Молодкин, С. И. Олиховский, С. В. Дмитриев, Е. Г. Лень, Е. В. Первак, Б. В. Шелудченко. Металлофиз. и новейшие технол., 2005, в печати.

[3] Молодкин В.Б., Олиховский С.И., Дмитриев С.В., Лень Е.Г, Первак Е.В., Металлофиз. и новейшие технол., 2005, в печати.

РЕНТГЕНОДИФРАКЦИОННАЯ ДИАГНОСТИКА ДЕФЕКТНОЙ СТРУКТУРЫ ИОННО-ИМПЛАНТИРОВАННЫХ МОНОКРИСТАЛЛОВ

В.Б. Молодкин, С.И. Олиховский, Е.Н. Кисловский, <u>Е.Г. Лень</u>, Т.П. Владимирова, В.Н. Венгер

Институт металлофизики им. Г.В. Курдюмова НАН Украины, Киев e-mail докладчика: len@imp.kiev.ua

Существование значительного диффузного ионнорассеяния (**Д**Р) от дефектов в имплантированных слоях является хорошо экспериментальным фактом, известным установленным с помощью измерений кривых дифракционного отражения (КДО) на двух- и трехкристальных рентгеновских дифрактометрах [1-4]. Несмотря на это, при анализе рентгенодифракционных данных от таких систем часто пренебрегают эффектами ДР от дефектов кристаллической структуры, которые могут существенным образом влиять на результаты диагностики [5,6]. Существующие теоретичеподходы к описанию динамической ские дифракции И эффектов взаимодействия когерентно и диффузно рассеянных волн в таких кристаллических структурах основываются на интегро-дифференциальных уравнениях типа уравнений Такаги [7], решение которых требует значительных вычислительных затрат, из-за чего они мало пригодны для структурной неоднородных кристаллических диагностики слоев по измеренным КДО.

Цель данной работы заключается в создании теоретической модели дифракции рентгеновских лучей в поверхностных слоях монокристаллов, которая объединяла бы в себе простоту кинематических выражений [8], полукинематических [9] и полноту динамического рассмотрения, которая должна учитывать как фотоэлектрическое поглощение когерентных волн, так и их эффективное поглощение вследствие ДР, а также непосредственный вклад ДР в угловое распределение дифрагированной интенсивности (см. также работу [10]).

Теоретическое рассмотрение упрощается в случае сильнопоглощающих кристаллов. Для них глубина фотоэлектрического поглощения соизмерима с экстинкционной длиной (Л), что приводит значительному ослаблению к динамических эффектов. Вследствие этого или в случаях, когда характерные размеры областей когерентного рассеяния в нарушенном поверхностном слое становятся меньшими длины экстинкции, при рассмотрении дифракции в неоднородном нарушенном поверхностном применить «послойное» слое можно приближение [8] и для каждого подслоя использовать кинематическое приближение

обобщенной динамической теории рассеяния рентгеновских лучей в несовершенных монокристаллах с однородно распределенными микродефектами [11,12]. Это можно сделать, если считать, что в каждом подслое усредненная по ансамблю дефектов деформация постоянна, а дефекты распределены однородно.

Будем полагать, что амплитудный коэффициент отражения кристалла можно представить в виде суммы динамической амплитуды рассеяния в основном объеме кристалла и кинематической амплитуды рассеяния в неоднородном слое. При этом для получения первой можно воспользоваться в рамках обобщенной динамической теории рассеяния в несовершенных монокристаллах [11,12] приближением толстого кристалла, а второй – кинематическим приближением тонкого кристалла. Такой подход позволяет упростить расчеты и в то же время, в отличие от существующих кинематического и полукинематического подходов, учесть как влияние ДР от дефектов в подкладке и нарушенном слое на когерентную составляющую дифрагированной интенсивности, так и непосредственный вклад интенсивности ДР в коэффициент отражения кристалла

$$R(\Delta\theta) = R_{\rm coh}(\Delta\theta) + R_{\rm diff}(\Delta\theta). \quad (1)$$

Когерентную компоненту коэффициента отражения кристалла с нарушенным слоем можно представить в виде:

$$R_{\rm coh} = \left| F_{\rm abs}^{1/2} X_0 + X^{\rm kin} \right|^2 = R_{\rm coh}^{\rm S} + R_{\rm coh}^{\rm L} + R_{\rm coh}^{\rm LS} , \quad (2)$$

где $R_{\rm coh}^{\rm S}$ и $R_{\rm coh}^{\rm L}$ – соответственно когерентные компоненты коэффициентов отражения подкладки и слоя, $R_{\rm coh}^{\rm LS}$ – интерференционное слагаемое. Когерентная компонента коэффициента отражения толстой подкладки ($\mu_0 t >> 1$, μ_0 –линейный коэффициент фотоэлектрического поглощения в кристалле, t – толщина кристалла) с однородно распределенными дефектами при учете поглощения в нарушенном слое имеет вид:

$$R_{\rm coh}^{\rm S} = F_{\rm abs} \left| X_0 \right|^2, \tag{3}$$

тут $X_0 = (\zeta b)^{1/2} (y - s(y^2 - 1)^{1/2}), b = \gamma_0 |\gamma_{\rm H}|^{-1}$ – параметр асимметрии дифракции, y – нормированное угловое отклонение кристалла от точного брэгговского положения. Множитель $F_{\rm abs}$ учитывает поглощение падающей волны в

нарушенном слое за счет как неупругих процессов рассеяния, так и упругого ДР от дефектов. Выражение для X_0 по форме полностью совпадает с аналогичной формулой для совершенного кристалла, отличие же в том, что для несовершенного кристалла параметры $y, A \ i \ \zeta$ содержат дисперсионные поправки за счет ДР и статический фактор Дебая-Валлера $E = \exp(-L_{\mathbf{H}})$ (**H** –вектор обратной решетки).

В «послойной» модели, когда неоднородный поверхностный слой разбит на М подслоев отражения находится путем коэффициент суммирования амплитудных коэффициентов отражения от каждого подслоя и подкладки с соответствующих коэффициентов учетом поглощения. В результате такой процедуры и использования кинематического приближения тонкого кристалла можно для второго и третьего слагаемых в выражении (2) получить соответственно

$$R_{\rm coh}^{\rm L} = \left| X_{\rm L}^{\rm kin} \right|^2 / b \,, \tag{4}$$

$$R_{\rm coh}^{\rm LS} = 2F_{\rm abs} \operatorname{Re}\left(X_{\rm L}^{\rm kin} X_{0}^{*}\right) / b , \qquad (5)$$

где кинематический амплитудный коэффициент отражения от слоя толщиной $d = \sum_{j=1}^{M} d_j$ описывается выражением:

$$X_{\rm L}^{\rm kin} = \sum_{j=1}^{M} a_j X_j^{\rm kin}$$
, (6)

а X_j^{kin} является относительной амплитудой когерентных волн, дифрагированных от *j*-го подслоя толщиной d_j . В выражении (6) множитель

$$a_j = \prod_{i=j+1}^M \beta_i, \beta_i = e^{-\mu_i d_i}, j = \overline{1, M-1}, a_M = 1, (7)$$

учитывает поглощение падающей волны на глубине *j*-го подслоя (за исключением самого *j*-го подслоя) как из-за фотоэлектрического поглощения, так и за счет ДР от радиационных дефектов и микродефектов случайно распределенных во всем объеме кристалла. Выражение для множителя, учитывающего поглощение падающей волны в нарушенном слое (см. (2),(3),(5)), непосредственно следует из (7) $F_{\rm abs} = a_0 \equiv \prod_{i=1}^M \beta_i$.

В выражении (7) нормальный коэффициент поглощения в *j*-м подслое задается коэффициентом фотоэлектрического поглощения μ_0 и коэффициентом поглощения из-за ДР в данном подслое μ_{j}^j

$$\mu_{j}^{\rm L} = \left(\mu_{0} + \mu_{\rm ds,j}^{\rm L}\right) (b+1) / (2\gamma_{0}). \tag{8}$$

Относительная амплитуда дифрагированной когерентной волны от *j*-го подслоя X_j^{kin} зависит как от статического фактора Дебая-Валлера (E_j), так и коэффициента поглощения вследствие ДР на дефектах ($\mu_{ds,j}^{L}$) в *j*-ом подслое, а

также от углового отклонения $\Delta \theta_j$ волнового вектора падающей волны **К** от точного брэгговского условия из-за поперечной ε_{\perp}^j и продольной $\varepsilon_{\parallel}^j$ деформаций в *j*-м подслое [9].

Диффузную компоненту КДО имплантированного кристалла можно представить как сумму диффузных компонент коэффициентов отражения подкладки (R_{diff}^{S}) и нарушенного слоя (R_{diff}^{L})

$$R_{\rm diff} = R_{\rm diff}^{\rm S} + R_{\rm diff}^{\rm L} \,. \tag{9}$$

Диффузная компонента рассеянной толстой подкладкой интенсивности с учетом поглощения в нарушенном слое определяется как

$$R_{\rm diff}^{\rm S}(\Delta\theta) = F_{\rm abs}F_{\rm dyn}(\Delta\theta)\frac{\mu_{\rm ds}(k_0)}{(b+1)\mu_0}.$$
 (10)

Экстинкционный множитель F_{dyn} описывает модуляцию интенсивности ДР, которая обусловлена экстинкцией сильных брэгговских волн, а коэффициент $\mu_{ds}(k_0)$ – поглощение вследствие ДР на дефектах, $k_0 = K\Delta\theta\sin(2\theta_B), \Delta\theta$ – угловое отклонение исследуемого кристалла от точного брегговского положения $\theta_{\rm B}$ (см., например, [9]).

Если в кристалле случайно распределены дефекты нескольких типов и справедлив закон суперпозиции для полей статических смещений от них, то можно записать:

$$L_{\mathbf{H}} = \sum_{\alpha} L_{\mathbf{H}}^{\alpha} , \qquad \mu_{\mathrm{ds}} = \sum_{\alpha} \mu_{\mathrm{ds}}^{\alpha} , \qquad (11)$$

α нумерует тип дефекта. Показатели экспоненты L_H в статическом факторе Дебая-Валлера для кластеров и дислокационных петель описываются известными выражениями [13].

Для нахождения диффузной компоненты интенсивности, рассеянной неоднородным слоем, воспользуемся для каждого подслоя кинематическим приближением тонкого кристалла ($F_{\rm dyn} = 1$):

$$R_{\rm diff}^{\rm L} = \sum_{j=1}^{M} R_{\rm diff}^{j} , \qquad R_{\rm diff}^{j} = a_j \mu_{\rm ds}^{j} d_j / \gamma_0 , \quad (12)$$

где $\mu_{\rm ds}^{\alpha,j}(k_0^j)$ – коэффициент эффективного поглощения из-за ДР в *j*-м подслое за счет дефектов типа α , $\gamma_0 = \sin(\theta_{\rm B} - \psi)$, ψ – угол между поверхностью и отражающими плоскостями кристалла.

Исследуемый образец монокристалла галлий-гадолиниевого граната (ГГГ) $Gd_3Ga_5O_{12}$ ориентацией [111], выращенный методом Чохральского, был имплантирован ионами Ne⁺ при условиях, исключающих каналирование. Доза облучения и энергия ионов составляли соответственно $D = 10^{15}$ см⁻² и E = 80 кэВ. Экспериментальные КДО (Рис.1) получались с использованием высокоразрешающего двухкрис-



тального рентгеновского дифрактометра (ДКД) с широко открытым окном детектора.

Рис.1. Экспериментальная (маркеры) и расчетная (сплошная линия) КДО для рефлекса (444) излучения СиК $_{\alpha_1}$ (а), а также ее левый (б) и правый (в) "хвосты". Дополнительно представлены парциальные вклады от когерентной (штриховая линия) и диффузной (пунктирная линия) компонент КДО.

Известно, что в нарушенном поверхностном слое кристалла после имплантации имеются точечные дефекты, кластеры И дислокационные петли [1-4,14,15], а в основном объеме монокристалла граната, кроме собственных точечных дефектов, присутствуют также ростовые микродефекты (кластеры и дислокационные петли) [13]. В рамках этой модели дефектной структуры имплантированного монокристалла полагалось, что дефекты в объеме кристалла распределены основном однородно и приводят только к изменению средней постоянной решетки. Наличие в нарушенном поверхностном слое дополнительных дефектов из-за имплантации высокоэнергетических ионов, которые распределены неоднородно вглубь от поверхности кристалла, приводит к образованию неоднородного профиля деформации в этом же направлении.

В рамках «послойной» модели связь между величинами поперечной и продольной деформаций в нарушенном поверхносном слое и средними деформациями, которые вызваны наличием в нем дефектов, можно задать соотношениями:

$$\varepsilon_{\perp} = \varepsilon_{\parallel} = \left(\varepsilon^{\rm C} + \varepsilon^{\rm L} + \varepsilon^{\rm PD}\right)/3,$$

где средние деформации, созданные кластерами (ε^{C}), дислокационными петлями (ε^{L}) и точеч-

ными дефектами (ε^{PD}) соответственно, определяются известными выражениями $\varepsilon^{\text{C}} = n_{\text{C}}\Gamma\varepsilon_{\text{C}}V_{\text{C}}$, $\varepsilon^{\text{L}} = n_{\text{L}}V_{\text{L}}$, $\varepsilon^{\text{PD}} = n_{\text{PD}}\Gamma\varepsilon_{\text{PD}}V_{\text{PD}}$, где величины $n_{\alpha} = c_{\alpha}/v_{c}$ и V_{α} обозначают концентрацию и объем дефекта типа α , а ε_{α} – деформацию на границе между дефектом и матрицей.

Профили деформации (ε_{\perp}) и показателя статического фактора Дебая-Валлера (L_H) в нарушенном поверхностном слое исследуемого образца, полученные путем обработки экспериментальной КДО для рефлекса (444) ГГГ излучение CuK_{α_1} , приведены на Рис.2. В процессе подгонки было установлено, что определяющее влияние на измеренную КДО имеют как дефекты, которые равномерно распределены во всем объеме кристалла, так и дефекты, которые образовались в нарушенном поверхностном слое при ионной имплантации. последних Наличие является причиной поперечной деформации и существенного роста статфактора в нарушенном поверхностном слое (Рис.2). Показано, что доминирующими в подкладке являются крупные и мелкие дислокационные петли, а интенсивность ДР от нарушенного слоя определяется вакансионными Характеристики петлями малого радиуса. дефектной структуры исследуемого образца ГГГ приведены в таблице.

Параметры дислокационных петель в основном объеме кристалла и в нарушенном поверхностном слое были также независимо найдены путем обработки КДО, измеренной для рефлекса (888), излучение CuK_{α_1} . Из-за существенного роста для этого рефлекса, по сравнению с рефлексом (444), статфактора Дебая-Валлера и связанного с этим уменьшения интенсивности, рассеянной нарушенным слоем, эта КДО значительно меньше ощущает влияние последнего и в большей мере характеризует дефекты в основном (неимплантированном) объеме кристалла. Найденные таким путем характеристики дислокационных петель в объеме и в нарушенном поверхностном слое хорошо коррелируют с характеристиками петель, определенными при обработке рефлекса (444), а также с данными исследования неимплантированного граната [13] (см. таблицу).

Таблица. Характеристики дефектной структуры монокристаллов ГГГ до и после имплантации и
онов Ne⁺ с энергией 80 кэВ и дозой $10^{15}~{\rm cm}^{-2}$

Рефлекс	(Основной обт	Нарушенный слой			
(hkl)	$R_{\rm L1}$, нм	$n_{1}, \text{ cm}^{-3}$	$R_{\rm L2}$, нм	$n_2, \text{ cm}^{-3}$	$R_{\rm L}$, нм	$n_{\rm L}^{\rm max}$, cm ⁻³
444 *	600	9.8×10 ⁹	5	8×10 ¹⁵		
444	500	7.9×10 ⁹	8	5.9×10 ¹⁴	3	4.7×10^{17}
888	610	6.8×10 ⁹	7.6	6×10^{14}	3	4.6×10 ¹⁷

^{*} Данные для неимплантированного монокристалла ГГГ из работы [13], получены путем обработки КДО, измеренной на CuK_a, излучении.



Рис.2. Профили деформации в нарушенном слое ионно-имплантированного кристалла ГГГ (кривая 1 получена путем обработки рефлекса (444), 2 – рефлекса (888)) и показателя статического фактора Дебая-Валлера (3 – суммарный, 4 – за счет радиационных дефектов).

Надежное определение характеристик дефектов В объеме кристалла позволило корректно оценить деформацию И характеристики дефектов нарушенном В поверхностном слое.

Из рис. 1 видно, что предложенная модель позволяет хорошо описать форму измеренной КДО во всем угловом диапазоне. Наплыв с правой стороны экспериментальной КДО от неоднородного слоя, как видно из сопоставления с расчетной кривой, формируется в основном за счет когерентной составляющей от нарушенного слоя. Интенсивность ДР от дефектов в основном объеме кристалла дает вклад в формирование как центральной части КДО, так и далеких хвостов. Вклад ДР от нарушенного слоя в основном приводит к усилению экстинкции когерентной составляющей от нарушенного слоя, которая имеет существенный вклад на далеких хвостах.

В завершение следует отметить, что преимуществом предложенной модели является возможность определения по измеренным КДО не только профилей деформации, но и характеристик дефектов в имплантированных кристаллах.

[1] Zaumseil, P., Winter, U., Cembali, F., Servidori, M. and Sourek, Z., Phys. Stat. solidi. A, **100**, 104 (1987).

- [2] Servidori, M., Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, **B19**, 443 (1987).
- [3] Zaumseil, P. and Winter, U., Phys. Stat. solidi. A, **120**, 67 (1990).
- [4] Servidori, M. and Fabbri, R., J. Phys. D: Appl. Phys., **26**, A22 (1993).
- [5] Larson, B.C. and Barhorst, J.F., J. Appl. Phys., **51**, 3181 (1980).
- [6] Cembali, F., Servidori, M., Gabilli, E., and

Lotti, R., Phys. Stat. solidi. A., 87, 225 (1985).

- [7] Петрашень, П.В., Металлофизика. **8**, 35 (1986).
- [8] Speriosu, V.S., J. Appl. Phys., **52**, 6094 (1981).
 [9] Петрашень, П.В., ФТТ, **16**, 2168 (1974); там же, **17**, 2814 (1975).

[10] Оліховський, С.Й., Молодкін, В.Б., Кисловський, Є.М., Лень, Є.Г., Владімірова, Т.П., Скакунова, О.С., Остафійчук, Б.К., Металлофиз. новейшие технол., **27**, 653 (2005).

[11] Molodkin, V.B., Olikhovskii, S.I., Kislovskii, E.N., Len, E.G. and Pervak, E.V., Phys. Stat. solidi. B, **227**, 429 (2001).

[12] Olikhovskii, S.I., Molodkin, V.B., Kislovskii, E.N., Len, E.G. and Pervak, E.V., Phys. Stat. solidi. B, **231**, 199 (2002).

[13] Кисловський, С.М., Оліховський, С.Й., Молодкін, В.Б., Остафійчук, Б.К., Владімірова, Т.П., Лень, Є.Г., Решетник, О.В., Металлофиз. новейшие технол., **27**, 217 (2005).

[14] Speriosu, V.S. and Wilts, C.H., J. Appl. Phys., 54, 3325 (1983).

[15] Balestrino, G., Lagomarsino, S., Milani, E., Gerard, P. and Tucciarone, A., J. Appl. Phys., **63**, 2751 (1988).

СЕКЦИОННЫЕ ИЗОБРАЖЕНИЯ ДИСЛОКАЦИЙ, ПЕРПЕНДИКУЛЯРНЫХ ПОВЕРХНОСТИ МОНОКРИСТАЛЛОВ 6H-SiC

<u>А.О. Окунев</u>, Л.Н. Данильчук, В.А. Ткаль НовГУ им. Ярослава Мудрого, Великий Новгород, Россия <u>оао@novsu.ac.ru</u>

Введение

Сложность процессов дифракции рентгеновских лучей в неоднородных полях дефектами деформаций, создаваемых кристаллической решётки, обусловливает проведения экспериментов, важность направленных на изучение контраста от индивидуальных дефектов при различных условиях дифракции. Понимание механизмов, лежащих в основе формирования контраста, облегчает расшифровку рентгеновских топограмм [1-4]. Перспективным материалом для исследования контраста от дефектов является кремния. Монокристаллы карбид SiC, выращенные методом Лели, часто имеют низкую плотность дислокаций ($N_d < 10^2$ cm⁻²) и для них характерно наличие прямолинейных краевых и винтовых дислокаций с осями вдоль направления [0001] [5]. Применение метода рентгеновской топографии на основе эффекта Бормана (РТБ) [6] и поляризационно-оптического анализа (ПОА) [7] позволяет однозначно определить все основные параметры дислокаций кристаллографическое направление линии дислокации, направление и знак вектора Бюргерса, мощность дислокации. Образцы с расшифрованной дефектной структурой можно использовать для специальных дифракционных экспериментов, направленных на изучение дислокаций контраста от отдельных и позволяющих выявить его особенности, общие для любых кристаллов.

Методика эксперимента

дифракционных Лля экспериментов отобраны высокосовершенные кристаллы SiC политипа 6Н, выращенные методом Лели. Кристаллы были легированы азотом, имели птип проводимости концентрацию и нескомпенсированных доноров $N_D - N_A = 8 \cdot 10^{17} \div 3 \cdot 10^{18}$ cm⁻³. Образцы для исследований вырезались в виде пластинок, параллельных базисной плоскости (0001). Толщина образцов 450-500 µm обеспечивала при МоК_а-излучения использовании значение параметра мt в пределах 0,7 – 0,8, т.е. выполнялось условие «тонкого» кристалла, необходимое для секционного метода топографии. Предварительно образцы были исследованы методами ПОА и РТБ и содержали краевые и смешанные дислокации системы скольжения $\{1\overline{1}00\} < 11\overline{2}0 > c$ плотностью $10^1 -$ 10^2 cm⁻², а также винтовые дислокации с осью [0001] (плотность 1-6 ст⁻²). В данной работе исследовался контраст, полученный секционным методом в геометрии прохождения (СТП) от прямолинейных дислокаций, перпендикулярных поверхности образцов и пронизывающих их от поверхности одной до другой. При использовании симметричной съёмки такие дислокации лежат в плоскости рассеяния перпендикулярно вектору дифракции (рис. 1.).



Рис. 1. Схема получения секционных топограмм. Цифрами 1, 2 и 3 обозначены различные положения исследуемых дислокаций в треугольнике Бормана OMN.

секционного метода топографии Для использовалась рентгеновская трубка БСВ-22. толщина щели перед образцом составляла 20 µm, расстояние фокус рентгеновской трубки образец было ~ 120 ст. Для регистрации топограмм применялись ядерные фотопластинки эмульсией типа МР, обеспечивающие с разрешение ~ 760 lpi. Изображения дефектов оцифровывались непосредственно с негатива с использованием микроскопа МИН-8 И цифрового фотоаппарата Olympus C-5060.

Экспериментальные изображения дислокаций, перпендикулярных поверхности образца

На рис. 2,а показана секционная топограмма области кристалла 6H-SiC, полученная при использовании отражения

второго порядка от плоскостей типа (1120). кристалла, Топограмма того места же полученная методом РТБ, представлена на рис. 2,b, взаимное расположение дислокаций показано на рис. 2,с. Секционная топограмма содержит (сверху вниз): изображения двух отрицательных краевых дислокаций, помеченных цифрами 1 и 2, изображения двух микродефектов, изображение группы из трёх смешанных дислокаций с плоскостью $(10\bar{1}0)$ скольжения и вектором Бюргерса $\vec{b} = a/3 |\overline{1}2\overline{1}0|,$ наклонных к поверхности кристалла, и изображение положительной краевой дислокации (отмечена цифрой 3). перпендикулярны Краевые дислокации поверхностям кристалла и вектору дифракции *ğ*. Положительные и отрицательные дислокации имеют одинаковые плоскости скольжения (1100) и отличаются направлением вектора Бюргерса: у положительной дислокации 3 экстраполуплоскость подходит к плоскости скольжения сверху, и, соответственно, вектор Бюргерса $\vec{b}_3 = a/3 |\overline{1} |\overline{1} | 20 |$ направлен влево; у отрицательных дислокаций 2 1 и экстраполуплоскость расположена ниже плоскости скольжения, и векторы Бюргерса $\vec{b}_1 = \vec{b}_2 = a/3 |11\overline{2}0|$ направлены вправо.

На топограмме 2, b краевые дислокации формируют характерные чёрно-белые розетки контраста, антисимметричные относительно плоскости скольжения дислокации. Основную зону контраста этих розеток составляют 4 лепестка – два чёрных, расположенных со экстраполуплоскости стороны И характеризующих зону сжатия, а также два белых по другую сторону плоскости скольжения, характеризующих зону растяжения [6]. Соответственно, положительные И отрицательные дислокации на рис. 2, в имеют противоположную окраску лепестков розетки. Кроме того, розетки от краевых дислокаций имеют ещё по два длинных лепестка (чёрный и белый), вытянутых вдоль вектора дифракции. Описанные изображения характерны для краевых дислокаций, когда вектор дифракции коллинеарен вектору Бюргерса [6].

Зарегистрированные микродефекты по геометрическому критерию должны быть отнесены к микродефектам А-типа [5]. Их 2,b изображения на рис. имеют вид двухлепестковой розетки, чёрный лепесток которой расположен со стороны конца вектора дифракции *ğ*. Линия нулевого контраста розетки параллельна отражающим плоскостям. Сопоставление с результатами моделирования контраста в методе РТБ [6], показывает, что эти микродефекты расположены вблизи выходной для рентгеновских лучей поверхности кристалла и деформируют решётку по типу «внедрения». Ha секционной топограмме (рис. 2.a). полученной с использованием отражения второго порядка от того семейства же отражающих плоскостей, изображения этих микродефектов имеют вид светлых кругов примерно такого же размера без видимых деталей. Сопоставление изображений микродефектов и дислокаций на рис. 2,а и рис. уточнить 2.b. позволяет расположение лислокаций относительно треугольника рассеяния на топограмме, полученной методом СТП. Дислокация 1 смещена в сторону дифрагированного пучка рентгеновских лучей, дислокация 2 расположена вдоль вертикальной треугольника Бормана, биссектрисы И дислокация 3 смещена в сторону падающего пучка. Положение линий дислокаций в пределах треугольника рассеяния показано на рис. 1. Обрашает на себя внимание принципиальное отличие изображений дислокаций 1 и 2 от изображения 3. Первые два представляют собой сложные асимметричные розетки контраста, в яркий которых выделяется лепесток (чёрного) положительного контраста, расположенный вблизи ядра дислокации со стороны экстраполуплоскости, тогда как изображение дислокации 3 симметрично относительно скольжения плоскости дислокации.

Дополнительные эксперименты, проведённые на различных образцах, показали, что изображения дислокаций, показанные на рис. 2,a являются типичными для краевых дислокаций с осью [0001] в 6H-SiC. Если дислокация расположена вблизи биссектрисы треугольника рассеяния (как дислокация 2 на рис.2,а), то характерными деталями изображения являются яркий короткий лепесток, наклонный к плоскости скольжения дислокации и расположенный вблизи середины основания треугольника рассеяния, а также длинный узкий лепесток, вытянутый вдоль вектора дифракции. Изображение положительной дислокации, т.е. имеющей противоположное направление вектора Бюргерса, является симметричным относительно плоскости рассеяния изображению отрицательной дислокации (рис. 3,а-с). Таким образом, по расположению ближайшего к оси дислокации лепестка контраста на секционной топограмме можно однозначно определить экстраполуплоскости положение И, следовательно, знак вектора Бюргерса дислокации. Наблюдающаяся асимметрия изображения дислокации не обусловлена отклонениями оси дислокации от направления 0001 Для определения влияния на изображение отклонения оси дислокации от плоскости рассеяния были проведены съёмки при повороте кристалла вокруг вектора обратной решётки на небольшие (до 20°) углы. Сравнение топограмм показало, что основные особенности изображений при этом сохраняются (рис. 3,а-с). Если дислокация пересекает прямой пучок вдали от биссектрисы треугольника Бормана, то формируется яркое кинематическое изображение, проецирующееся вдоль направления дифрагированного пучка (дислокация 3 на рис. рис. 2,а, дислокации на рис. 3,e-g). Рис. 3,f отвечает случаю, когда дислокация пересекает прямой пучок на глубине, равной половине толщины кристалла. На таких изображениях дислокаций отсутствуют особенности, позволяющие определить направление и знак вектора Бюргерса.



Рис. 2. Топограммы кристалла 6H-SiC, полученные методом СТП (а), методом РТБ (b) и схема расположения дефектов в кристалле (c).



Рис. 3. Секционные изображения двух краевых дислокаций в 6H-SiC, расположенных вдоль биссектрисы треугольника рассеяния (a-c), пересекающих падающий пучок (e-g), и соответствующие схемы расположения дислокаций в кристалле (d, h).

На рис. 4,а-f приведены секционные топограммы другого кристалла SiC с левовинтовой дислокацией и группой краевых

дислокаций, перпендикулярных поверхности образца. Взаимное расположение дефектов показано на рис. 4, g. Определение типов и знаков дислокаций проводилось методом РТБ. Винтовая дислокация имеет минимально возможное для кристаллов 6H-SiC значение вектора Бюргерса b = 1,51 нм. На топограмме, полученной методом РТБ, был определён знак вектора Бюргерса – дислокация является левовинтовой [6]. Группа краевых дислокаций состоит примерно из 7 близко расположенных дислокаций с плоскостью скольжения $(01\overline{10})$ и векторами Бюргерса, направленными вдоль оси $[\overline{2}110]$. Отдельные изображения дислокаций группы методами рентгеновской топографии не разрешаются.

Рисунки 4,а-f демонстрируют изменение контраста при перемещении этих дефектов в пределах треугольника Бормана. Изображение дислокаций группы краевых в основном описывается четырёхлепестковой розеткой положительного (чёрного) контраста. Винтовая дислокация формирует изображение в виде двух кругов чёрного контраста в том случае, когда пересекает прямой или дифрагированный пучок вблизи выходной для рентгеновских лучей поверхности кристалла.



Рис. 4. Секционные изображения группы краевых дислокаций и винтовой дислокации, перпендикулярных поверхности образца 6H-SiC (a-f), и схема их расположения в кристалле (g).

Обсуждение результатов

Дислокация 2 на рис. 2,а расположена вдоль вертикальной биссектрисы треугольника рассеяния и яркие лепестки в центре изображения находятся вблизи проекции линии дислокации на поверхность кристалла. В работе [4] подобные изображения были получены на топограммах 60-градусных секционных дислокаций, перпендикулярных поверхности кристалла Si. В соответствии с результатами моделирования по уравнениям Такаги, яркое ядро изображения было объяснено в работе [4] концентрацией волнового поля в сильно искажённой области дефекта. В этом случае имеет место дифракционный эффект каналирования волнового поля в упругом ближнем поле дислокации.

Выявленная в нашей статье тонкая структура ядра изображения и его зависимость от взаимного расположения векторов \vec{g} и \vec{b}

свидетельствует о влиянии на контраст характера деформации кристаллической решётки в этой области. В случае, когда вектор дифракции коллинеарен вектору Бюргерса, изображение отрицательной дислокации в методе СТП зеркально симметрично относительно плоскости рассеяния изображению положительной дислокации (см. изображения дислокации 2 на рис. 2 и дислокаций на рис. 3,а-с). Зависимость формы ядра изображения от знака дислокации в методе СТП была также обнаружена в работе [8] для участков краевых дислокаций, выходящих перпендикулярно на поверхность кристалла 6Н-SiC.

Изображение группы краевых дислокаций на рис. 4 по форме подобно розетке эффективной деформации отражающих плоскостей, рассчитанной для основного поля дислокации (поля в объёме кристалла), и может быть объяснено в рамках геометрической оптики. В методе РТБ чёрно-белая окраска четырех основных лепестков розеток от краевых

объясняется образованием лислокаций волноводов для блоховских волн разных типов в областях с различными знаками кривизны функции локальных разориентаций и поглощением волн нормального типа [2]. При этом контраст формируется дальним полем дислокации, градиенты деформаций где успевает невелики. волновое поле И подстраиваться под изменения решётки. Очевидно, в случае «тонкого» кристалла волновые поля обоих типов достигают выходной для рентгеновских лучей поверхности кристалла и повышенная интенсивность будет наблюдаться в областях как с пониженным, так и повышенным эффективной значением деформации.

Из рис. 4,а-f следует, что наибольший вклад в изображение винтовой дислокации вносит релаксационное поле деформаций вблизи поверхности выхода рентгеновских лучей из кристалла. Двухлепестковая розетка контраста, повторяющая по форме розетку эффективной разориентации отражающих плоскостей. формируется тогда, когда дислокация пересекает выходную поверхность вблизи точки N (рис. 4,аf) или точки M (рис. 4,d-е). В первом случае интенсивность розетки контраста выше, чем во втором. В каждой розетке лепестки отличаются между собой по интенсивности. Измерения почернения плотности для розетки, формируемой дислокацией вблизи точки N (т.е. релаксационным полем на поверхности выхода лучей вблизи прямого пучка), показали, что лепесток, расположенный на топограмме ниже если смотреть вдоль (справа, вектора дифракции), характеризуется более высокой интенсивностью, чем верхний. Это позволяет по секционной топограмме определить знак вектора Бюргерса винтовой дислокации. Ha проекционных топограммах происходит суммирование контраста. изображение и винтовой дислокации состоит ИЗ двух соединённых между собой двухлепестковых розеток [9]. Длина изображения соответствует длине основания треугольника Бормана. Как и на секционных топограммах, у двух лепестков, расположенных на изображении дислокации со стороны начала вектора дифракции, интенсивность различна.

Сопоставление изображений винтовых дислокаций левого И правого вращения. зарегистрированных методами проекционной топографии Ланга И РТБ, позволило сформулировать правило для определения знака вектора Бюргерса по контрасту лепестков розетки, формируемой релаксационным полем на поверхности выхода лучей вблизи прямого пучка (расположенной на изображении со стороны начала вектора дифракции) на топограмме, полученной в условиях малого Дислокация поглошения. является правовинтовой, если из этой пары лепестков интенсивность выше у того, который расположен

слева, если смотреть вдоль вектора дифракции. И наоборот, дислокация является левовинтовой, если больше интенсивность лепестка, расположенного справа.

Выводы

Контраст интенсивности от перпендикулярных поверхности дислокаций в методе СТП в значительной степени определяется видом поля деформаций вокруг этих дислокаций и в ряде случаев соответствует розеткам эффективной разориентации отражающих плоскостей.

СТП можно однозначно B методе определить знак вектора Бюргерса краевой дислокации, перпендикулярной поверхности кристалла, И, следовательно, областей растяжения и сжатия кристаллической решётки. но только в том случае, когда ось дислокации расположена вблизи вертикальной биссектрисы треугольника Бормана. Также олнозначно определяется знак вектора Бюргерса (направление изгиба отражающих плоскостей вблизи поверхности) винтовой дислокации, перпендикулярной поверхности кристалла, по изображениям, полученным методами СТП и проекционной топографии Ланга.

Работа поддержана РФФИ, грант № 06-02-16230-а.

 Suvorov E.V., Polovinkina V.I., Nikitenko V.I., Indenbom V.L., Phys. stat. sol. (a), 26, 385 (1974).
 Суворов Э.В. Физические основы современных методов исследования реальной структуры кристаллов. Черноголовка, 1999. 232 с.

[3] Суворов Э.В., Смирнова И.А., Шулаков Е.В., Поверхность, 4, 100 (2004).

[4] Суворов Э.В., Смирнова И.А., Шулаков Е.В., Поверхность, 9, 64 (2004).

[5] Данильчук Л.Н., Окунев А.О., Удальцов В.Е., Потапов Е.Н., Ткаль В.А., Сборник докладов Национальной конференции по применению рентгеновского, синхротронного излучений, нейтронов и электронов для исследования материалов. Москва-Дубна, **3**, 177 (1997).

[6] Данильчук Л.Н., Дроздов Ю.А., Окунев А.О., Ткаль В.А., Шульпина И.Л., Заводская лаборатория, **68**, *11*, 24 (2002).

[7] Дроздов Ю.А., Окунев А.О., Ткаль В.А., Шульпина И.Л., Заводская лаборатория, **69**, *1*, 24 (2003).

[8] Окунев А.О., Шульпина И.Л., Письма в ЖТФ. **31**, *12*, 1 (2005).

[9] Окунев А.О., Ткаль В.А., Дроздов Ю.А., Данильчук Л.Н., Поверхность, 9, 58 (2004).

ИССЛЕДОВАНИЕ ЛИНЕЙНЫХ ДЕФЕКТОВ В МОНОКРИСТАЛЛАХ 6H-SiC ПО РОЗЕТКАМ КОНТРАСТА

А.О. Окунев, В.А. Ткаль, Л.Н. Данильчук, И.В. Дзюба

НовГУ им. Ярослава Мудрого, Великий Новгород, Россия

oao@novsu.ac.ru

Монокристаллы SiC обладают целым рядом уникальных свойств и находят широкое применение в современной опто- и микроэлектронике.

кристаллах 6H-SiC. B имеющих гексагональную симметрию, часть линейных дефектов располагается вдоль направления [0001] и под небольшими углами к нему. Для кристаллов, выращенных методом Лели, к таким дефектам относятся краевые и смешанные дислокации систем скольжения $\{1\,\overline{1}\,00\} < 11\overline{2}0 >$, краевые дислокации системы скольжения $\{\overline{2}110\} < 0\overline{1}10 >$ и винтовые дислокации с осью [0001] [1]. Для кристаллов, выращенных модифицированным методом Лели. характерными дефектами являются вытянутые направления вдоль роста слитка поры микронного и субмикронного размера, носящие название дислокационных микротрубок (ДМТ) эпитаксиальном наращивании [2]. При дислокации и ДМТ могут наследоваться эпитаксиальным слоем, представляя большую угрозу для работы электронных приборов на основе SiC.



Рис. 1. Изображение смешанной дислокации в 6H-SiC (α~10°, CuKα₁) (а) и расшифровка типа дислокации (б). Размер масштабной метки 20 мкм.

В методе рентгеновской топографии на основе эффекта Бормана (РТБ) дислокации, выходящие на поверхность кристалла 6H-SiC под углом, близким к 90°, формируют характерные розетки контраста, по которым проводится идентификация дислокаций и определение всех их характеристик [3-7]. Изображения розеточного типа от таких дислокаций формируются также в методах трансмиссионной секционной топографии (СТП) [8, 9] и поляризационно-оптического анализа (ПОА) [10]. В данном докладе основное внимание будет уделено изменению контраста от дислокаций в методе РТБ при отклонении их осей от направления [0001] и особенностям изображений микротрубок в методах рентгеновской топографии и поляризационнооптического анализа.





Рис. 2. Рентгеновская топограмма (а) участка кристалла с винтовой дислокацией (1) и группой краевых дислокаций (2) в 6H-SiC (Лели) и поляризационно-оптический снимок той же области кристалла (б).

Для системы скольжения $\{1\,\overline{1}\,00\} < 11\overline{2}0 > в$ кристаллах 6H-SiC характерным является наличие прямолинейных дислокаций с осями $<11\overline{2}\ell >$, наклоненных под различным углами α к оси [0001]. Крайними случаями являются краевая дислокация, перпендикулярная базисной плоскости (0001) кристалла (α =0), и винтовая дислокация, лежащая в базисной плоскости (α =90°). Если дислокация расположена вдоль оси [0001] и вектор дифракции коллинеарен вектору Бюргерса дислокации, то при симметричных съёмках она формирует 6-лепестковую розетку контраста [7].

При небольших (до 15°) отклонениях оси от направления [0001] смешанная дислокация продолжает формировать розетку контраста, по которой возможно определение направления и

знака вектора Бюргерса. Начиная с углов α~5°, трансформируется, приобретая розетка характерную форму «стрелки компаса» (рис. 1). Угол между осью дислокации и направлением [0001] определялся по длине изображения таких дислокаций на топограммах, полученных методом Ланга. Определение угла α и регистрация 6-лепестковой розетки в этом случае при возможны также использовании кососимметричных съёмок в методе РТБ.



Рис. 3. Фигуры двойного лучепреломления в кристаллах 6H-SiC, выращенных модифицированным методом Лели: розетки фотоупругости вокруг ДМ (а), контраст от наклонных к поверхности [0001] кристалла дислокаций (б).

Также в данной работе экспериментально и теоретически прослежено изменение розетки контраста в методе РТБ от винтовой дислокации с осью [0001] в 6H-SiC при отклонении её оси от направления преимущественного распространения энергии волнового рентгеновского поля в кристалле.

ДМТ в кристаллах 6H-SiC в большинстве интерпретируются как полые ядра работ супердислокаций, т.е. винтовых винтовых дислокаций, вектор Бюргерса которых *b*≥2*c*, (*c* высота элементарной ячейки в направлении роста кристалла [0001]). [11, 12]. Следует отметить, что существует и другая точка зрения на природу ДМТ [13], согласно которой ДМТ должны иметь вектор Бюргерса со значительной краевой составляющей. В данной работе для исследования ДМТ были применены методы рентгеновской топографии и поляризационнооптического анализа.

Большие возможности метода ПОА при исследовании дислокаций в SiC были продемонстрированы в работе [10]. При качестве достаточно высоком обработки поверхности пластин SiC краевые и смешанные дислокации, выходящие на поверхность (0001) пластин. формируют при наблюдении в скрещенных николях фигуры двойного лучепреломления. Форма и контраст фигур определяются взаимным положением плоскости скольжения дислокации и плоскостей колебаний николей поляризационного микроскопа, а также углом наклона оси дислокации к направлению просвечивания [0001] [10]. Как показывают наши наблюдения, винтовые дислокации с вектором

Бюргерса, равным одному параметру решётки *с*, не формируют контраста в методе ПОА (рис. 2).

При исследовании в скрещенных николях объёмных кристаллов SiC нами были выявлены фигуры фотоупругости, соответствующие линейным дефектам различной мощности, выходящим перпендикулярно или наклонно на поверхность пластин (рис. 3, 4а). Наибольшие по размеру розетки контраста соответствуют ДМТ Поляризационно-оптические 3.a). (рис. исследования показывают, что поля напряжений вокруг этих специфических дефектов полностью подобны полям напряжений вокруг краевых дислокаций (значительно превосходя их по размеру), т.е. демонстрируют наличие плоскости сдвига $\{1\,\overline{1}\,00\}$ или $\{11\overline{2}0\}$. Так, на рис. 3,а лефект, расположенный слева, характеризуется [1120]. слвигом вдоль направления расположенный справа – сдвигом вдоль направления [1100]. Приведённые на рис. 3,а изображения соответствуют случаю, когла плоскость сдвига составляет угол 45° с направлением колебаний в николях. При вращении образца с дефектами относительно поляризационного николей микроскопа происходит закономерное изменение розеток фотоупругости от микротрубок, аналогичное наблюдающемуся для краевых дислокаций с минимальным в решётке SiC вектором Бюргерса $\overline{b} = a/3\langle 11\overline{2}0\rangle$ [10]. Сходство между розетками фотоупругости от ДМТ и краевых дислокаций было также отмечено ранее в работах [14, 15].





Рис. 4. Выявленные методами ПОА (а) и проекционной топографии Ланга (б) изображения линейных дефектов в одной и той же области кристалла 6H-SiC, выращенного модифицированным методом Лели.

образом, большие деформации Таким кристаллической решётки вокруг микротрубок обусловлены краевой составляющей вектора Бюргерса этих дефектов. Исследования 6H-SiC, объёмных кристаллов метолом рентгеновской топографии на отражение также демонстрируют отсутствие осевой симметрии дальнодействующих полей деформаций вокруг таких дефектов, что было бы характерно для чисто винтовых дислокаций. На рис. 4,6

приведена рентгеновская топограмма кристалла с ДМТ, полученная методом Ланга, на которой видны изображения пучков дислокаций, ассоциированных с линией ДМТ. Возможно, гигантские розетки фотоупругости от ДМТ обусловлены суммарными полями этих дислокаций.

микротрубок в исследованных Кроме образцах были также выявлены изображения наклонных к поверхности (0001) дислокаций с большой краевой компонентой вектора Бюргерса (рис. 3,б). Для интерпретации изображений компьютерное моделирование проведено поляризационно-оптических изображений таких дислокаций для различных условий их наблюдения.

Работа поддержана РФФИ, грант № 06-02-16230-а.

- [1] Данильчук Л.Н., Окунев А.О., Вестник НовГУ, 10, 13 (1998).
- [2] Аргунова Т.С., Гуткин М.Ю., Шейнерман А.Г., Мохов Е.Н., Je J.H., Hwu Y., Поверхность, *8*, 59 (2005).
- [3] Данильчук Л.Н., Дроздов Ю.А., Окунев А.О., Ткаль В.А., Шульпина И.Л., Заводская лаборатория, **68**, *11*, 24 (2002).
- [4] Дроздов Ю.А., Окунев А.О., Ткаль В.А., Поверхность, 8, 6 (2002).
- [5] Дроздов Ю.А., Окунев А.О., Ткаль В.А., Шульпина И.Л., Заводская лаборатория, **68**, *12*, 30 (2002).
- [6] Данильчук Л.Н., Дроздов Ю.А., Окунев А.О., Ткаль В.А., Шульпина И.Л., Заводская лаборатория, **69**, *11*, 26 (2003).
- [7] Ткаль В.А., Окунев А.О., Дроздов Ю.А., Шульпина И.Л., Данильчук Л.Н., Поверхность, *1*, 32 (2004).
- [8] Окунев А.О., Данильчук Л.Н., Ткаль В.А., Дроздов Ю.А., Вестник НовГУ, 28, 143 (2004).
- [9] Окунев А.О., Шульпина И.Л., Письма в ЖТФ, **31**, *12*, 1 (2005)
- [10].Дроздов Ю.А., Окунев А.О., В.А. Ткаль, Шульпина И.Л., Заводская лаборатория, **69**, *1*, 24 (2003).
- [11]. Dudley M., Huang X.R., Huang W., Powell A., Wang S., Neudeck P., Skowronski M., Appl. Phys. Lett., **75**, *6*, 784 (1999).
- [12] Dudley M., Huang X.R., Vetter W.M., J. Phys D: Appl. Phys., **36**, A30-A36 (2003).
- [13] Heindl J., Dorsch W., Strunk H.P., Müller St.G., Eckstein R, Hofmann D., Winnacker A., Phys. Rev. Lett., **80**, *4*, 740 (1988).
- [14] Kato T., Ohsato H., Okamoto A., Sugiyama N., Okuda T., Materials Science and Engineering **B57**, 147 (1999).
- [15] Ohsato H., Kato T., Okuda T., Materials Science in Semiconductor Processing 4, 483 (2001).

ДИНАМИЧЕСКАЯ ТЕОРИЯ РЕЗОНАНСНОЙ ДИФРАКЦИИ РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ В ГЕОМЕТРИИ БРЭГГА ДЛЯ СОВЕРШЕННЫХ КРИСТАЛЛОВ

А.П.Орешко

МГУ им. М.В.Ломоносова, физический факультет, Воробьевы горы, 1, Москва, 119992, Россия e-mail: oreshko@mail.ru

ВВЕДЕНИЕ

Резонансная дифракция (РД) рентгеновского излучения (РИ) наблюдается в тех случаях, когда энергия падающего излучения близка к краю поглощения какого-либо элемента, входящего в состав кристалла, и является интенсивно развивающимся методом изучения свойств кристаллов [1]. Наиболее доступным метод РД стал при появлении источников синхротронного излучения, сочетающих большую яркость и высокую степень поляризации излучения с возможностью выбора нужной длины волны.

Так как вблизи краев поглощения величина коэффициента поглощения резко увеличивается и, тем самым, уменьшается глубина проникновения излучения в вещество, для интерпретации полученных экспериментальных данных по РД используется кинематическое приближение теории дифракции [2].

Однако ряд наблюдаемых в последнее время явлений не может быть удовлетворительно описан в рамках кинематической теории дифракции, что вызвало необходимость развития динамической теории РД.

Впервые попытка описания динамического рассеяния РИ в условиях РД получила свое развитие в [3], где использовался подход, аналогичный методу Дарвина [4] для описания динамического рассеяния РИ, основанный на введении амплитуды рассеяния РИ резонансным атомом и рассмотрении процесса многократного рассеяния РИ.

В настоящей работе развивается динамическая теория резонансной дифракции рентгеновского излучения в более простой форме, основанной на решении уравнений Максвелла в среде с периодически меняющейся поляризуемостью [5].

ДИНАМИЧЕСКАЯ ТЕОРИЯ РЕЗОНАНСНОЙ ДИФРАКЦИИ

Как хорошо известно, из микроскопических уравнений Максвелла в приближении линейной связи между индукцией $\mathbf{D}(\mathbf{r}, t)$ и напряженностью $\mathbf{E}(\mathbf{r}, t)$ электрического поля в стационарной пространственно-однородной среде можно получить следующую систему уравнений для Фурье-амплитуд поля в совершенном кристалле с учетом анизотропии, пространственной и временной дисперсии [6]:

$$\begin{bmatrix} 1 - \frac{(\mathbf{k}, \mathbf{k})}{\kappa_0^2} + \widetilde{\chi}^0(\omega, \mathbf{k}) \end{bmatrix} \mathbf{E}(\omega, \mathbf{k}) + \frac{1}{\kappa_0^2} ((\mathbf{E}(\omega, \mathbf{k}), \mathbf{k}), \mathbf{k}) + \sum_{\mathbf{h} \neq 0} \widetilde{\chi}^{\mathbf{h}}(\omega, \mathbf{k}) \mathbf{E}(\omega, \mathbf{k} + \mathbf{h}) = 0, \qquad (1)$$

где $\mathbf{E}(\omega, \mathbf{k}) - \Phi$ урье-компоненты напряженности электрического поля в кристалле, κ_0 – величина волнового вектора в вакууме. Величина $\chi_{ij}(\omega, \mathbf{k})$ называется диэлектрической поляризуемостью (ДП) среды, общие соотношения симметрии для тензора ДП рассмотрены в [2, 7]. Второй член выражения (1) учитывает непоперечность поля.

Решение уравнений (1) с соответствующими граничными условиями и является основной задачей динамической теории дифракции РИ.

В традиционной рентгеновской кристаллооптике расчет поляризуемости проводится обычно в приближении сильной связи [7], в котором не учитываются явления анизотропии и пространственной дисперсии, т.е. поляризуемости χ_{ij} считаются скалярами, а поля – поперечными. Однако вблизи краев поглощения явлением анизотропии пренебрегать нельзя.

Для простоты ограничимся рассмотрением двухволновой дифракции полей $\mathbf{E}_0 = \mathbf{E}(\omega, \mathbf{q}_0)$ и $\mathbf{E}_h = \mathbf{E}(\omega, \mathbf{q}_h)$, где \mathbf{q}_0 и $\mathbf{q}_h = \mathbf{q}_0 + \mathbf{h}$ – волновые векторы проходящей и дифрагированной волн в кристалле, и пренебрежем эффектами пространственной дисперсии, т.е. поля будем считать поперечными. Тогда для скалярных амплитуд $E_{o,h}^{(j)}$ проходящей $\mathbf{E}_0 = \mathbf{e}_0^j E_0^{(j)}$ и дифрагированной $\mathbf{E}_h = \mathbf{e}_h^j E_h^{(j)}$ волн следует система уравнений, описывающая динамическую дифракцию первичного изучения:

$$\delta_0 \mathbf{e}_0^j E_0^{(j)} - \widetilde{\chi}^0 \mathbf{e}_0^j E_0^{(j)} - \widetilde{\chi}^{-\mathbf{h}} \mathbf{e}_h^j E_h^{(j)} = 0, \qquad (2.1)$$

$$\delta_h \mathbf{e}_h^j E_h^{(j)} - \widetilde{\chi}^0 \mathbf{e}_h^j E_h^{(j)} - \widetilde{\chi}^{\mathbf{h}} \mathbf{e}_0^j E_0^{(j)} = 0, \qquad (2.2)$$

где $\mathbf{e}_{0,h}^{j}$ (j = 1, 2) – единичные вектора σ - и π поляризации проходящего и дифрагированного излучения ($\mathbf{e}_{0}^{1} = \mathbf{e}_{h}^{1}$), $\mathbf{e}_{0,h}^{3}$ – единичные вектора вдоль волновых векторов $\mathbf{q}_{0,h}$ соответственно, а $\delta_{0,h} = [(\mathbf{q}_{0,h}, \mathbf{q}_{0,h})/\kappa_{0}^{2}] - 1$. В (2.1, 2) проводится суммирование по повторяющимся индексам j= 1-3. Схематичное пространственное расположение векторов $\mathbf{e}_{0,h}^{j}$ и $\mathbf{q}_{0,h}$ приведено на рис. 1. Из условия поперечности полей следует, что $E_{0,h}^{(3)} = 0$.



Рис. 1. Схема расположения единичных векторов $\mathbf{e}_{0,h}^{j}$, волновых векторов проходящего \mathbf{q}_{0} и дифрагированного \mathbf{q}_{h} излучения и вектора обратной решетки **h**. (*hkl*) – отражающая плоскость.

Домножим выражения (2.1, 2) слева на \mathbf{e}_{0}^{i} и \mathbf{e}_{h}^{i} (i = 1, 2) соответственно и введем обозначения $C^{(i)} = (\mathbf{e}_{0}^{i}, \mathbf{e}_{h}^{i}) = \{1 \ (i = 1); \cos 2\theta \ (i = 2)\}, C^{(3)} = \sin 2\theta$, где θ – угол между падающим излучением и отражающими атомно-кристаллическими плоскостями (*hkl*). В результате получим следующую основную систему уравнений динамической теории РД:

$$(\delta_0 - \chi_{11}^{0}) E_0^{(1)} - C^{(1)} \chi_{11}^{-h} E_h^{(1)} - \chi_{12}^{0} E_0^{(2)} - (C^{(2)} \chi_{12}^{-h} - C^{(3)} \chi_{13}^{-h}) E_h^{(2)} = 0,$$
 (3.1)

$$- C^{(1)}\chi_{11}{}^{h}E_{0}{}^{(1)} + (\delta_{h} - \chi_{11}{}^{0})E_{h}{}^{(1)} - \chi_{12}{}^{h}E_{0}{}^{(2)} - (C^{(2)}\chi_{12}{}^{0} - C^{(3)}\chi_{13}{}^{0})E_{h}{}^{(2)} = 0,$$
(3.2)

$$-\chi_{21}^{0}E_{0}^{(1)} - \chi_{21}^{-h}E_{h}^{(1)} + (\delta_{0} - \chi_{22}^{0})E_{0}^{(2)} - (C^{(2)}\chi_{22}^{-h} - C^{(3)}\chi_{23}^{-h})E_{h}^{(2)} = 0,$$
(3.3)

$$- (C^{(2)}\chi_{21}{}^{h} - C^{(3)}\chi_{31}{}^{h})E_{0}{}^{(1)} - (C^{(2)}\chi_{21}{}^{0} - C^{(3)}\chi_{31}{}^{0})E_{h}{}^{(1)} - (C^{(2)}\chi_{22}{}^{h} - C^{(3)}\chi_{32}{}^{h})E_{0}{}^{(2)} + + \{(\delta_{h} - [\chi_{22}{}^{0}C^{(2)}{}^{2} - \chi_{33}{}^{0}C^{(3)}{}^{2}]) + C^{(2)}C^{(3)}(\chi_{23}{}^{0} - \chi_{32}{}^{0})\}E_{h}{}^{(2)} = 0.$$
(3.4)

Отличие системы уравнений (3) от хорошо известной традиционной основной системы динамической теории состоит в наличии недиагональных элементов тензора ДП χ . Если предположить, что χ – скалярная величина, то система (3) совпадает с традиционной основной системой динамической теории [5].

Для дальнейшего использования удобно переписать систему (3) в матричном виде $a_{ij}E^i = 0$ (*i*, *j* = 1-4), где a_{ij} – матрица коэффициентов, определенных в (3).

Система основных уравнений (3) имеет нетривиальное решение только в случае равенства нулю детерминанта этой системы

$$\det A = 0. \tag{4}$$

Дисперсионное уравнение (4) позволяет с привлечением граничных условий для волновых векторов на границе раздела двух сред найти комплексные величины волновых векторов $\mathbf{q}_{0,h}$ в кристалле.

Прежде чем решать основную систему уравнений динамической теории РД рассмотрим вид тензора диэлектрической поляризуемости.

В немагнитных кристаллах тензор ДП име-

ет вид $\chi_{ij} = \chi_0 \delta_{ij} + \chi_{ij}'$, где χ_0 обусловлен потенциальным вкладом в диэлектрические свойства кристалла (с учетом изотропной части дисперсионной поправки), а χ_{ij}' обусловлен анизотропным резонансным вкладом [1, 7, 8]:

$$\chi'_{jm} = \chi^{dd}_{jm} + i\chi^{dqs}_{jmn}(k'_n - k_n) + i\chi^{dqa}_{jmn}(k'_n + k_n) + \chi^{qq}_{jmmp}k'_nk_p + \dots, \qquad (5)$$

где **k** и **k**' - волновые векторы соответственно падающей и рассеянной волн; χ_{jm}^{dd} , χ_{jmn}^{dq} и χ_{jnnp}^{qq} диполь-дипольный, диполь-квадрупольный и квадруполь-квадрупольный вклады в резонансную часть ДП, а верхние индексы *s* и *a* обозначают симметричную и антисимметричную часть диполь-квадрупольного вклада.

Поскольку вероятность электронных переходов уменьшается с увеличением мультипольности [9], наибольший вклад в резонансное рассеяние дает диполь-дипольный член. Остальные вклады важны лишь тогда, когда дипольный вклад по каким-либо причинам обращается в нуль, а вкладами выше квадруполь-квадрупольного обычно пренебрегают.

Последовательное описание тензора ДП строится на основе квантовомеханической теории, требует знания атомных и кристаллических волновых функций электронов [7, 8] и далеко выходит за рамки настоящей работы. Необходимо лишь отметить, что тензор ДП вычисляется предварительно (в настоящее время вычисление элементов тензора χ_{ij} можно провести, например, при помощи программы *FDMNES* [10]) и затем считается постоянным в расчетах по динамической теории дифракции.

Перейдем к анализу дисперсионного уравнения (4). В силу непрерывности тангенциальных (вдоль поверхности) составляющих волновых векторов падающей на кристалл волны \mathbf{k}_0 и проходящей волны в среде \mathbf{q}_0 , вектор \mathbf{q}_0 получает приращение только вдоль нормали к поверхности (направленной в глубь среды) **n**, т.е. $\mathbf{q}_0 = \mathbf{k}_0$ + $k_0 \varepsilon \mathbf{n}$, где ε – так называемая аккомодация [5], подлежащая дальнейшему определению.

Таким образом, подставив тензор ДП в виде (5) в (4), получим, что дисперсионное уравнение является уравнением 8-ой степени относительно величины аккомодации ε и внутри кристалла может распространяться 8 проходящих и 8 дифрагированных волн. При этом в случае толстого кристалла следует выбирать только такие решения, для которых Ime_i > 0.

ГЕОМЕТРИЯ БРЭГГА

Рассмотрим задачу о зеркальном и дифракционном отражении плоской монохроматической волны $E_0 \exp(ik_0 \mathbf{r})$ от идеального монокристалла в условиях РД. Решение задачи будем проводить в наиболее общем случае скользящей некомпланарной брэгговской дифракции [11, 12]. Излучение падает из вакуума под произвольным углом скольжения ϕ_0 по отношению к поверхности так, что одновременно имеет место дифракционное отражение от атомно-кристаллических плоскостей, которые составляют угол ψ по отношению к нормали **n**, направленной в глубь кристалла вдоль оси *z*.

Поле в вакууме над поверхностью кристалла ($z \le 0$) состоит из трех волн:

$$\mathbf{E}_{vac}(\mathbf{r}) = \mathbf{A}_0 \exp(i\mathbf{k}_0 \mathbf{r}) + \mathbf{A}_S \exp(i\mathbf{k}_S \mathbf{r}) + \mathbf{A}_h \exp(i\mathbf{k}_h \mathbf{r}), \qquad (6)$$

где A_0 , A_s и A_h – амплитуды падающей, зеркальноотраженной и дифрагированной волн соответственно, $|\mathbf{k}_0| = |\mathbf{k}_s| = |\mathbf{k}_h| = k_0$, а $k_0 = 2\pi/\lambda$, $k_{Sz} = -k_{0z}$. Рентгеновская волна возбуждает в кристалле когерентную суперпозицию проходящей и дифрагированной волн

$$\mathbf{E}_{cr}(\mathbf{r}) = \mathbf{E}_0 \exp(i\mathbf{q}_0\mathbf{r}) + \mathbf{E}_h \exp(i\mathbf{q}_h\mathbf{r}), \qquad (7)$$

где $E_{0,h}$ – амплитуды, $\mathbf{q}_{0,h}$ – волновые векторы проходящей и дифрагированной волн в кристалле. Амплитуды E_0 , E_h в (7) удовлетворяют системе динамических уравнений (3), а величина є определяется из уравнения (4).

Анализ корней дисперсионного уравнения, показывает, что в геометрии Брэгга только 4 корня ε_j удовлетворяют условию Іт $\varepsilon_j > 0$, и в кристалле могут распространяться 4 проходящих и 4 дифрагированных волны.

Для определения амплитуд полей в (6), (7) нужно записать условия непрерывности тангенциальных компонент электрических и магнитных полей на границе кристалл-вакуум. В итоге получим следующую систему уравнений:

$$A_0^{\sigma} + A_s^{\sigma} = \sum_{j=1}^4 E_{0j}^{\sigma} , \qquad (8.1)$$

$$\gamma_0 \left(A_0^{\sigma} - A_s^{\sigma} \right) = \sum_{j=1}^4 \Gamma_{0j} E_{0j}^{\sigma} ,$$
 (8.2)

$$A_{h}^{\sigma} = \sum_{j=1}^{4} R_{hj}^{\sigma} E_{0j}^{\sigma} , \qquad (8.3)$$

$$-\gamma_h A_h^{\sigma} = \sum_{j=1}^4 \Gamma_{hj} R_{hj}^{\sigma} E_{0j}^{\sigma} , \qquad (8.4)$$

$$A_0^{\pi} + A_s^{\pi} = \sum_{i=1}^4 R_{0i}^{\sigma\pi} E_{0i}^{\sigma} , \qquad (9.1)$$

$$\gamma_0 \left(A_0^{\pi} - A_s^{\pi} \right) = \sum_{j=1}^4 \Gamma_{0j} R_{0j}^{\sigma \pi} E_{0j}^{\sigma} , \qquad (9.2)$$

$$A_{h}^{\pi} = \sum_{i=1}^{4} R_{hj}^{\pi} R_{0j}^{\sigma\pi} E_{0j}^{\sigma} , \qquad (9.3)$$

$$-\gamma_h A_h^{\pi} = \sum_{j=1}^4 \Gamma_{hj} R_{hj}^{\pi} R_{0j}^{\sigma \pi} E_{0j}^{\sigma} , \qquad (9.4)$$

где верхний индекс σ соответствует σ компоненте, а $\pi - \pi$ -компоненте, $\gamma_0 = k_{0z}/k_0$, $\gamma_{h0} = (\mathbf{k}_0 + \mathbf{h})_z/k_0$. Если ϕ_0 – скользящий угол падения излучения на кристалл, то $\gamma_0 = \sin\phi_0$, $\gamma_{h0} = \gamma_0 - \psi_B$, где $\psi_B = 2\sin\psi \sin\theta_B - \varphi \varphi$ фективный параметр угла наклона отражающих плоскостей ($\psi > 0$, $h_z < 0$), а θ_B – угол Брэгга, который определяется из соотношения $h = 2k_0 \sin\theta_B$.

Пусть φ_h – угол выхода дифрагированного излучения в вакуум по отношению к поверхности, тогда *z*-проекция $k_{hz} = -k_0 \gamma_h$, где $\gamma_h = \sin\varphi_h (\varphi_h > 0)$. Дифракционное отражение в область *z* < 0 (геометрия Брэгга) реализуется при таких углах скольжения φ_0 , что $\gamma_0 < \psi_B$, т.е. $\gamma_{h0} < 0$. Угол выхода φ_h при заданных углах φ_0 и ψ определяется выражением [11] $\gamma_h = (\gamma_{h0}^2 + \alpha)^{1/2}$, где параметр $\alpha = 1 - (\mathbf{k}_0 + \mathbf{h})^2/k_0^2 = 2\Delta9 \sin 29_B$ характеризует угловую отстройку падающего излучения от угла Брэгга, а условие $\alpha > -\gamma_{h0}^2$ задает допустимые отклонения $\Delta\theta = \theta - \theta_B$ от точного угла Брэгга.

В (8, 9) также введены обозначения $\Gamma_{0j} = \gamma_0 + \varepsilon_j$, $\Gamma_{hj} = \gamma_{h0} + \varepsilon_j$ (j = 1-4) и учтены связи между амплитудами дифрагированных и проходящих волн в кристалле: $E_{hj}^{\sigma} = R_{hj}^{\sigma} E_{0j}^{\sigma}$, $E_{hj}^{\pi} = R_{hj}^{\pi} E_{0j}^{\pi}$, $E_{0j}^{\sigma} = R_{0j}^{\sigma\pi} E_{0j}^{\sigma}$, которые следуют из системы (3).

Решение системы (8, 9) для амплитуд зеркально-отраженных и дифрагированных волн имеет вид:

$$A_{s}^{\sigma} = \frac{1}{2\gamma_{0}} \sum_{j=1}^{4} \left(\gamma_{0} - \Gamma_{0j} \right) \left(T_{j}^{\sigma} A_{0}^{\sigma} + T_{j}^{\pi} A_{0}^{\pi} \right), \qquad (10.1)$$

$$A_{s}^{\pi} = \frac{1}{2\gamma_{0}} \sum_{j=1}^{4} \left(\gamma_{0} - \Gamma_{0j} \right) R_{0j}^{\sigma\pi} \left(T_{j}^{\sigma} A_{0}^{\sigma} + T_{j}^{\pi} A_{0}^{\pi} \right), \quad (10.2)$$

$$A_{h}^{\sigma} = \sum_{j=1}^{4} R_{hj}^{\sigma} \left(T_{j}^{\sigma} A_{0}^{\sigma} + T_{j}^{\pi} A_{0}^{\pi} \right), \qquad (10.3)$$

$$A_{h}^{\pi} = \sum_{j=1}^{4} R_{hj}^{\pi} R_{0j}^{\sigma\pi} \Big(T_{j}^{\sigma} A_{0}^{\sigma} + T_{j}^{\pi} A_{0}^{\pi} \Big), \qquad (10.4)$$

где введены следующие обозначения:

$$\begin{split} T_{1} &= G_{41}G_{52} - G_{51}G_{42} \,, \\ T_{1}^{\sigma} &= -2\gamma_{0}G_{42}/T_{1} \,, \qquad T_{1}^{\pi} &= 2\gamma_{0}G_{52}/T_{1} \,, \\ T_{2}^{\sigma} &= 2\gamma_{0}G_{41}/T_{1} \,, \qquad T_{2}^{\pi} &= -2\gamma_{0}G_{51}/T_{1} \,, \\ G_{1j} &= \{R_{hj}^{\sigma}(\gamma_{h} + \Gamma_{hj})\}/\{R_{h4}^{\sigma}(\gamma_{h} + \Gamma_{h4})\}, \\ G_{2j} &= \{R_{hj}^{\sigma}R_{0j}^{\sigma\pi}(\gamma_{h} + \Gamma_{hj})\}/\{R_{h4}^{\sigma}R_{0j}^{\sigma\pi}(\gamma_{h} + \Gamma_{h4})\}, \\ G_{3j} &= (G_{2j} - G_{1j})/(G_{23} - G_{13}), \\ G_{4j} &= R_{0j}^{\sigma\pi}(\gamma_{0} + \Gamma_{0j}) - R_{03}^{\sigma\pi}(\gamma_{0} + \Gamma_{03})G_{3j} - \\ R_{04}^{\sigma\pi}(\gamma_{0} + \Gamma_{04})\{G_{1j} - G_{13}G_{3j}\}, \\ G_{5j} &= (\gamma_{0} + \Gamma_{0j}) - (\gamma_{0} + \Gamma_{03})G_{3j} - \\ (\gamma_{0} + \Gamma_{04})\{G_{1j} - G_{13}G_{3j}\}. \end{split}$$

Соотношения (10) представляют собой точное решение задачи о зеркальном и дифракционном отражении РИ от идеального кристалла в
геометрии Брэгга. Они справедливы для любых углов φ_0 при $\gamma_0 \le \psi_B$ и любых допустимых отклонений $\alpha \ge -(\gamma_0 - \psi_B)^2$ от точного угла Брэгга.

АНОМАЛЬНОЕ ПРОХОЖДЕНИЕ

Рассмотрев выше задачу зеркального и дифракционного отражения РИ от полубесконечного совершенного монокристалла в геометрии Брэгга для самого общего случая, перейдем к разбору частных случаев.

Рассмотрим дифракционное отражение от совершенного монокристалла, обладающего кристаллической решеткой с кубической симметрией. В этом случае тензор ДП становится диагональным, а основная система уравнений (3) - однородной относительно состояний поляризации. Для дальнейшего упрощения задачи ограничимся учетом только главного диполь-дипольного вклада в резонансную часть ДП (5) и не рассматриваем скользящие схемы дифракции.

Таким образом, фурье-компоненты тензора ДП примут вид $\tilde{\chi}^{0,\pm h} = \chi^{0,\pm h\,(1)} \delta_{ij} + \chi^{0,\pm h\,(2)}_{ii} \delta_{ij}$ (*i*, *j* = 1-3), где для удобства опущены верхние индексы *dd* у элементов χ_{ii} , а основная система уравнений динамической теории РД (3) – вид

$$(\delta_0 - \chi^{0\ (1)}_{-}) E_0^{(1)} - \chi_{11}^{0\ (2)} E_0^{(1)} - \chi^{-h\ (1)}_{-h} E_h^{(1)} - \chi_{11}^{-h\ (2)} E_h^{(1)} = 0,$$
(11.1)

$$-\chi_{11}^{h\ (1)}E_{0}^{(1)}-\chi_{11}^{h\ (2)}E_{0}^{(1)}+(\delta_{h}-\chi_{10}^{0\ (1)})E_{h}^{(1)}-\chi_{11}^{0\ (2)}E_{h}^{(1)}=0,$$
(11.2)

$$\begin{pmatrix} (\delta_0 - \chi^{0} \,^{(1)}) E_0^{(2)} - \chi_{22}^{0} \,^{(2)} E_0^{(2)} - \\ C^{(2)} \chi^{-h} \,^{(1)} E_h^{(2)} - C^{(2)} \chi_{22}^{-h} \,^{(2)} E_h^{(2)} = 0, \quad (11.3)$$

$$C^{(2)}\chi^{h\ (1)} E_{0}^{(2)} - C^{(2)}\chi_{22}^{h\ (2)}E_{0}^{(2)} + + (\delta_{h} - \chi^{0\ (1)})E_{h}^{(2)} - (\chi_{22}^{0\ (2)}C^{(2)\ 2} - \chi_{33}^{0\ (2)}C^{(3)\ 2})E_{h}^{(2)} = 0.$$
(11.4)

Таким образом, условие совместности системы (11) имеет вид det $A \equiv detA_1 detA_2 = 0$, где A_1 и A_2 – 2x2 матрицы коэффициентов уравнений (11.1, 2) и (11.3, 4) соответственно. Следовательно, для того, что бы система уравнений (11) имела нетривиальное решение, должно выполняться либо условие det $A_1 = 0$, либо det $A_2 = 0$.

Используя введенные выше обозначения и пренебрегая квадратичными по величине аккомодации є членами (не рассматриваем скользящие схемы дифракции) для корней є_і уравнений (11.1, 2) получим

$$\epsilon_{1,2} = [\{\eta^{0}(\gamma_{0} + \gamma_{h0}) + \gamma_{0}\alpha\} \pm \{[\eta^{0}(\gamma_{0} - \gamma_{h0}) + \gamma_{0}\alpha]^{2} + 4\gamma_{0}\gamma_{h0}\eta^{h}\eta^{-h}\}^{1/2}]/4\gamma_{0}\gamma_{h0}, \qquad (12)$$

где $\eta^{0, \pm h} = \chi^{0, \pm h} + \chi_{11}^{0, \pm h}$. Видно, что если параметр

$$\Delta = \eta^{0} \eta^{0} - \eta^{h} \eta^{-h} = 0, \qquad (13)$$

то при точном выполнении условия Брэгга ($\alpha = 0$) корень ε_2 обращается в нуль. В этом случае, как видно из (7), одна из волн будет распространяться без поглощения. Ситуации, в которых для

одного из корней Im $\varepsilon_i = 0$, будем называть случаями аномального прохождения. Ранее в [13] исследовался эффект аномального прохождения γ -квантов, резонансно взаимодействующих с ядрами в кристалле.

При точном выполнении условия Брэгга для "запрещенного" отражения [1], условие (13) упрощается. Действительно, для "запрещенного" отражения $\chi^{\pm h} = \chi_{11}^{\pm h} = 0$ и условие (13) принимает вид $\Delta = \chi^0 + \chi_{11}^0 = 0$.

Таким образом, в настоящей работе построена динамическая теория резонансной дифракции рентгеновского излучения в совершенных кристаллах. Показано, что основные уравнения обычной динамической теории дифракции являются частным случаем резонансной динамической теории. Показана возможность явления аномального прохождения сквозь кристалл излучения с энергией, близкой к энергии краев поглощения атомов, аналогичного явлению подавления неупругих каналов рассеяния нейтронов и γквантов.

Автор выражает глубокую благодарность Е.Н.Овчинниковой за интерес к работе и плодотворные обсуждения полученных результатов.

Работа поддержана грантами РФФИ 04-02-16866 и 05-02-16770.

- 1. Дмитриенко, В.Е., Овчинникова, Е.Н. // Кристаллография, **48**, S59 (2003).
- Беляков, В.А., Дмитриенко, В.Е. // УФН, 158, 679 (1989).
- Ведринский, Р.В., Козырев, В.Э., Новакович, А.А., Гончар, А.А. // Исследовано в России, 129, 1311 (2005).
- 4. Darwin, C.G. // Phil. Mag., 27, 315,675 (1917).
- Пинскер, З.Г. Рентгеновская кристаллооптика. М.: Наука (1982).
- Агранович, В.М., Гинзбург, В.Л. Кристаллооптика с учетом пространственной дисперсии и теория экситонов. М.: Наука (1979).
- 7. Колпаков, А.В., Бушуев, В.А., Кузьмин, Р.Н. // УФН, **126**, 479 (1978).
- Blume, M. Resonant anomalous X-Ray scattering. Eds. Materlik G., Sparks C.J., Fisher K. Amsterdam: Elsevier, 495 (1994).
- Ландау, Л.Д., Лифшиц, Е.М. Электродинамика сплошных сред. М.: Наука (1992).
- 10. http://www-cristallo.polycnrsgre.fr/Themes_de_recherche/Simul/
- Александров, П.А., Афанасьев, А.М., Степанов, С.А. //Кристаллография, 29, 197 (1984).
- 12. Бушуев, В.А., Орешко, А.П. // ФТТ, **43**, 906 (2001).
- Афанасьев, А.М., Каган, Ю. // ЖЭТФ, 64, 1558 (1973).

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРНЫХ ОСОБЕННОСТЕЙ КРИСТАЛЛОВ GaSb(Si), ВЫРАЩЕННЫХ В РАЗЛИЧНЫХ УСЛОВИЯХ ТЕПЛОМАССОПЕРЕНОСА, КОМПЛЕКСОМ ДИФРАКЦИОННЫХ МЕТОДОВ

<u>И.А. Прохоров¹</u>, Ю.А. Серебряков¹, Е.Н. Коробейникова¹, Б.Г. Захаров¹, В.В. Ратников², И.Л. Шульпина²

¹ НИЦ "Космическое материаловедение" Института кристаллографии РАН, 248640, Калуга, ул. Академическая, 8, НИЦ КМ ИК РАН ² Физико-технический институт имени А.Ф. Иоффе РАН, 194021, Санкт-Петербург, Политехническая ул., 26, ФТИ им. А.Ф. Иоффе РАН zakharov@kaluga.rosmail.com

Нестационарная конвекция в расплаве в процессе роста кристаллов вызывает осцилляции скорости роста, что может приводить к неоднородностям в распределении примеси и основных компонентов состава на микроуровне. Это послужило одной из причин для проведения широкомасштабных исследований процессов кристаллизации в условиях микрогравитации. Предполагалось, что в отсутствие термогравитационной конвекции будет реализован диффузионный режим тепломассопереноса, приводящий к однородному распределению состава кристаллов.

Уже первые эксперименты по росту кристаллов на борту космических аппаратов продевозможность существенного монстрировали улучшения микрооднородности кристаллов из-за значительного снижения интенсивности конвективных течений в расплаве. Однако, как показали дальнейшие исследования, получение совершенных кристаллов в условиях микрогравитации происходит скорее случайно, чем носит закономерный характер. Многочисленные специфические факторы орбитального полета (остаточные квазистационарные микроускорения, вибрации, сложный характер изменения малых массовых сил, развивающаяся при наличии свободной поверхности расплава капиллярная конвекция Марангони и т.п.) оказывают непосредственное влияние на ход процесса кристаллизации, значительно усложняя возможность получения более однородных и совершенных кристаллов.

Концентрационные и структурные неоднородности, выявляемые в кристаллах различными аналитическими методами, отражают особенности тепломассопереноса вблизи фронта кристаллизации и являются в настоящее время основным источником информации как об особенностях процесса кристаллизации, так и возмущающих эффектах различных внешних факторов. В связи с этим, наряду с изучением закономерностей и условий образования микронеоднородностей в кристаллах, существенное значение приобретает развитие количественных методов их характеризации.

В настоящей работе представлены результаты использования методов рентгеновской топографии, двух- и трехкристальной дифрактометрии для изучения структурных особенностей кристаллов GaSb(Si), выращенных в различных условиях тепломассопереноса при наземной отработке эксперимента по кристаллизации этого материала на борту автоматического космического аппарата "Фотон".

Методика эксперимента. Кристаллы были выращены на установке "Полизон" (разработанной в КБ общего машиностроения специально для АКА "Фотон"), вертикальным методом Бриджмена при расположении затравки в нижней "холодной" части установки. В этом случае происходит значительное снижение интенсивности естественной конвекции. Рост осуществляли в движущемся с постоянной скоростью осевом температурном поле (без перемещения образца и нагревателя), что исключало неуправляемые вибрации от работы механизмов перемещения. Средняя скорость роста составляла v ~5 мм/час. Конструкция ампулы исключала появление свободной поверхности расплава и развитие капиллярной конвекции Марангони.

Для перекристаллизации использовали монокристаллический стержень GaSb(Si) диаметром D = 23 мм и длиной L = 75 мм, выращенный методом Чохральского в направлении <111>. Его нерасплавленная часть использовалась в качестве затравки. Концентрация кремния в затравке составляла $C_{Si} \sim (1 \div 1.8) \cdot 10^{19}$ см⁻³, плотность дислокаций – $N_{\pi} \sim (1 \div 2) \cdot 10^2$ см⁻².

Образцы для исследования представляли собой пластины толщиной 450 мкм, вырезанные по плоскости (110) вдоль оси роста. Для удаления нарушенного слоя образцы прошли полный промышленный цикл механической обработки с финишной химико-механической полировкой.

Особенности реальной структуры изучали методами рентгеновской топографии, двух (ДКД)- и трехкристальной (ТКД) дифрактометрии с привлечением данных металлографических и электрофизических измерений. Рентгенотопографические исследования проводили с использованием проекционных методов Ланга (в режиме аномального прохождения рентгеновских лучей), Барта-Хоземана и Берга-Баретта-Ньюкирка в МоК_а излучении. Измерения методами ДКД и ТКД проводили в CuK_{а1} излучении с использованием симметричного отражения 220 по Брэггу. Измерения ТКД-кривых отражения позволяли разделять вклады кинематической (диффузной) и динамической компонент в измеряемой интенсивности с целью анализа типа и распределения дефектов. Регистрация Ө- и (Ө-2Ө) кривых ТКД (по нормали и вдоль вектора обратной решетки) позволяла разделить вклады в уширение кривых отражения из-за разориентации кристаллической решетки и изменения межплоскостного расстояния соответственно. Прецизионная регистрация (±1 угл. с) углового положения ДКД- и Ө- и (Ө-2Ө) ТКД кривых отражения при сканировании образца в пучке рентгеновских лучей позволяла измерить как кривизну образца или макроразориентацию его различных областей, так и изменение межплоскостного расстояния отражающих плоскостей.

Результаты и их обсуждение. Рентгеноструктурными исследованиями установлено, что полученный в результате эксперимента кристалл остается монокристаллом, однако структура перекристаллизованной методом Бриджмена части существенно отличается от структуры затравки, выращенной методом Чохральского. Характерной особенностью затравки является наличие примесных полос роста, низкая ($N_{II} < 10^2 \text{ см}^{-2}$) плотность дислокаций, макронеоднородность распределения легирующей примеси в объеме кристалла, обусловленная проявлением "эффекта грани" и включениями второй фазы. Первичный фронт кристаллизации имеет слабо выпуклую форму в сторону затравки, максимальный прогиб при диаметре кристалла 23 мм составляет ~0,5 мм. На границе перекристаллизации наблюдается образование дислокаций несоответствия, что свидетельствует о различии периода кристаллической решетки и, соответственно, состава

затравки и перекристаллизованной части кристалла. В перекристаллизованной части полосы роста отсутствуют, однако наблюдается существенное увеличение плотности дислокаций, местами до 10⁴ см⁻². На заключительном этапе роста произошло двойникование кристалла с образованием симметричного двойника, окруженного полосами аккомодации с системой характерных рядов дислокаций. Как и в затравке, наблюдаются хаотически распределенные включения второй фазы.

Согласно холловским измерениям на первичном фронте кристаллизации имеет место скачок ($\Delta C \sim 1, 2 \cdot 10^{19}$ см⁻³) концентрации носителей заряда. Он обусловлен уменьшением содержания Si в расплаве по сравнению с затравкой при расплавлении неоднородного по составу исходного кристалла. (концентрация Si по длине исходного кристалла GaSb изменялась примерно в два раза). Рассчитанное исходя из ковалентных радиусов атомов Ga, Sb, и Si $(r_{Ga} = 1,26 \text{ Å},$ $r_{Sb} = 1,36$ Å и $r_{Si} = 1,17$ Å) изменение периода кристаллической решетки (в предположении, что Si замещает сурьму при легировании GaSb) составляет $\Delta a = -5.06 \cdot 10^{-4}$ Å и удовлетворительно согласуется с данными по прецизионному определению периода кристаллической решетки с использованием трехкристальной схемы дифракции ($\Delta a = -4,5 \cdot 10^{-4}$ Å). Такое изменение периода решетки на начальном этапе кристаллизации является причиной образования дислокаций несоответствия на первичном фронте кристаллизации (Рис. 1). Линейная плотность дислокаций несоответствия составляет $N_{ZH} \sim 8 \cdot 10^2 \text{ см}^{-1}$. Их образование вызывает существенное увеличение плотности дислокаций на начальном этапе роста и приводит к подавлению аномального прохождения рентгеновских лучей в области, прилегающей к затравке.



Рис. 1. Особенности реальной структуры кристалла вблизи первичного фронта кристаллизации: а – рентгеновская топограмма, метод аномального прохождения рентгеновских лучей, асимметричное 022 отражение, МоК_α излучение; б – микрофотография наклонного {111}А среза кристалла.

Для изучения особенностей изменения периода кристаллической решетки по длине и поперечному сечению кристалла использовали метод двухкристальной рентгеновской дифрактометрии. Фиксировалось положение пика отражения при последовательном сканировании образца в пучке рентгеновских лучей. Сканирование вдоль оси роста показало резкое (~13") изменение углового положения пика отражения при переходе через границу перекристаллизации. По обе стороны от границы наблюдались слабые (в пределах ошибки измерения ±2") колебания углового положения пика (в пределах 0,02" ÷ 1"/мм). При сканировании перпендикулярно оси роста (как со стороны затравки, так и в перекристаллизованной части) угловое положение пика практически не менялось. Так как изменение положения пика может быть связано как с макроизгибом образца, так и с изменением межплоскостного расстояния отражающих плоскостей, были проведены измерения на ТКД с целью разделить влияние этих эффектов. В результате этих измерений установлено, что скачек углового положения пика отражения на границе перекристаллизации обусловлен, главным образом, изломом плоскостей (110). Ось излома совпадает с границей перекристаллизации. Изменение углового положения пика отражения (и, следовательно, периода кристаллической решетки) вне границы перекристаллизации находится в пределах ошибки измерения, что, как и данные холловских измерений, свидетельствуют об отсутствии оттеснения примеси в процессе кристаллизации и, следовательно, о близости коэффициента распределения Si в GaSb к единице.

Включения второй фазы, выявляемые методами рентгеновской топографии во всем объеме исследуемого кристалла, являются следствием высокой концентрации кремния и свидетельствуют о том, что твердый раствор Si в GaSb находится в пересыщенном состоянии. В затравке в условиях нестационарного роста при выращивании методом Чохральского, это приводит к образованию интенсивных примесных полос роста даже в условиях близости равновесного коэффициента распределения Si в GaSb к единице. Цифровая обработка полученных изображений (Рис. 2), заключающаяся в представлении интенсивности изображения в виде функциональной зависимости, в выделении и в спектральном анализе полезного сигнала изображения полос роста, позволяет получить некоторые количественные характеристики микросегрегации примеси. В частности, периодичность наиболее высокочастотной составляющей сигнала составляет ~43 мкм, что совпадает с периодом полос, определенным по топограммам. При этом спектральный анализ выявляет явно не обнаруживаемые на них вариации интенсивности с периодами ~125 мкм и ~200 мкм, а также раздвоение высокочастотного сигнала, приводящее к характерному биению амплитуды интенсивности (Рис. 2в). Это свидетельствует о сложности про-



Рис. 2. Цифровая обработка рентгенотопографического изображения полос роста:

а – фрагмент топограммы затравки, метод аномального прохождения рентгеновских лучей, МоК_а излучение, отражение $\overline{2}20$; б – распределение интенсивности (I) изображения по длине кристалла, I_{sm} – сглаженная кривая, усреднение по 50 точкам; в – распределение полезного сигнала I–I_{sm}; г – спектральная плотность полезного сигнала. цессов и действии нескольких механизмов формирования концентрационных микронеоднородностей при выращивании кристалла по методу Чохральского.

Согласно рентгенотопографическим исследованиям с использованием различных отражений состояние примеси в затравке не отвечает идеальному твердому раствору замещения (наблюдается отчетливое изображение полос роста при использовании отражений, слабо чувствительных к вариации состава с $(\mathbf{gn}) = 0$, где \mathbf{g} – вектор дифракции, n – нормаль к изоконцентрационной поверхности). Вследствие высокой (на пределе растворимости) концентрации кремния в кристалле и нахождения его части по данным электрофизических измерений в электрически неактивном состоянии возможен распад пересыщенного твердого раствора Si в GaSb. Для уточнения структурного состояния примеси были проведены исследования диффузного рассеяния рентгеновского излучения.

Измерение диффузного рассеяния (ДР) проводилось по схеме с вращающимся анализатором при фиксированной отстройке (δθ) образца от узла обратной решетки (регистрация 20-ТКД кривых). Измерения показали, что разрешение было недостаточным для раздельного измерения динамической и кинематической (ДР) компонент рассеяния вплоть до удаления от пика на ±60". При отстройке на +60" наблюдается слабо разрешимый пик ДР с большей интенсивностью в затравке, чем в перекристаллизованной части кристалла (Рис. 3). Дальнейшее удаление от узла обратной решетки (±120") показывает лишь фоновую интенсивность в предполагаемой для ДР угловой области на 20-ТКД кривой. Таким образом, есть качественное указание на присутствие ДР в рассеянной интенсивности, связанного с дефектами кристалла.

Отсутствие полос роста в перекристаллизованной части свидетельствует о стационар-



Рис. 3. 20-ТКД кривые рассеяния. СиК $_{\alpha 1}$ излучение, 220 отражение, $\delta \theta = +60^{\circ}$, Д – динамический пик, П – псевдопик, ДР – диффузное рассеяние. Сплошная линия соответствует затравке, пунктир – перекристаллизованной части.

ности тепловых условий вблизи фронта кристаллизации и обусловлено прежде всего существенным снижением интенсивности конвективных течений в расплаве при выращивании кристаллов вертикальным методом Бриджмена при осесимметричном верхнем подводе тепла по сравнению с методом Чохральского. Повышенная по сравнению с затравкой плотность дислокаций, местами до $N_{\rm II} \sim 10^4 - 10^5$ см⁻², типична для контейнерных методов выращивания кристаллов и обусловлена повышенным уровнем термоупругих напряжений, а также действием локальных источников напряжений, связанных с присутствием включений второй фазы, образованием дислокаций несоответствия и двойникованием кристалла. К концу слитка плотность дислокаций снижается до уровня $N_{\rm II} < 10^3 \ {\rm cm}^{-2}$.

Измерения Ө- и (Ө-2Ө) кривых ТКД (по нормали и вдоль вектора обратной решетки, соответственно) дало для полуширины кривых отражения значения $\Delta w_{\theta} = 24,4$ " и $\Delta w_{\theta-2\theta} = 18,6$ " для затравки, $\Delta w_{\theta} = 24,9$ " и $\Delta w_{\theta-2\theta} = 22,0$ " для перекристаллизованной части. При близких значениях Δw_{θ} (отражают уровень микроразориентации вдоль нормали к отражающим плоскостям), ~17% различие в $\Delta w_{\theta-2\theta}$ (отражают уровень микродеформаций типа сжатие-растяжение вдоль нормали к отражающим плоскостям) говорит о повышении такого рода микродеформаций в перекристаллизованной части. Однако следует подчеркнуть, что эти результаты получены при использовании симметричного 220 отражения, слабо чувствительного к вариациям состава в полосах роста в затравке, и отражают главным образом влияние особенностей дислокационной структуры кристалла, в частности, большую плотность дислокаций в перекристаллизованной части.

Заключение. Проведенные исследования показали, что снижение интенсивности конвективных течений при выращивании кристаллов вертикальным методом Бриджмена при осесимметричном верхнем подводе тепла по сравнению с методом Чохральского приводит к устранению микросегрегационных примесных полос роста и к улучшению однородности электрофизических параметров материала. Однако возникающая в этом случае повышенная плотность дислокаций вызывает существенные искажения кристаллической решетки, что вносит определенный вклад в микронеоднородность кристаллов. Использование комплекса взаимодополняющих методов исследования, включая рентгеновскую топографию и высокоразрешающую дифрактометрию, обеспечивает получение наиболее полной информации при изучении концентрационных и структурных микронеоднородностей в кристаллах.

ТЕОРИЯ РАССЕЯНИЯ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ ОТ ПОРИСТОГО КРИСТАЛЛА

<u>В.И. Пунегов</u>^{1,2}, ¹Коми Научный Центр УрО РАН, ул. Коммунистическая д.24, Сыктывкар, Россия ²Сыктывкарский государственный университет, Октябрьский проспект 55, Сыктывкар, Россия e-mail: punegov@syktsu.ru

Взрывной интерес к исследованиям пористых кристаллов возник после публикации работы [1] в 1990 году, в которой сообщалось о наблюдении фотолюминесценции кремния с пористостью более 70 % при комнатных температурах. Была реализована идея создания системы квантовых нитей без использования эпитаксиального роста или литографии. Автором работы [1] предложены модели различной пористости идеализированных структур с углублениями в виде цилиндров и прямоугольных параллелепипедов с квадратным сечением. В реальном случае пористые материалы являются боле сложными по внутренней структуре, поскольку поры имеют вариации по размерам, пространственному расположению (ориентации в кристаллической структуре) и, возможно, в конфигурации. Более того, распределение пор в конденсированной среде скорее носит случайный, чем регулярный характер.

Рентгеновские исследования пористых материалов относятся к наиболее перспективным методам, поскольку поперечные размеры пор обычно составляют от 1 до 200 nm. Преобладающее число работ по рассеянию рентгеновских лучей посвящено изучению пористого кремния [2-15]. В последние годы опубликованы результаты исследований пористого германия [16-18] и арсенида галлия [19]. Практически все выше отмеченные работы, за исключением [19], являются экспериментальными. В работе [19] развита теория диффузного рассеяния рентгеновских лучей в условиях зеркального отражения от среды с объемными неоднородностями в виде сферических и цилиндрических пор. Однако в данной геометрии существенный вклад в диффузное рассеяние вносят шероховатости поверхности, поэтому возникают сложности при обработке экспериментальных результатов.

Последовательная теория дифракции рентгеновских лучей от пористых кристаллов в настоящее время не разработана. Традиционные теории рентгеновской дифракции в кристаллах в данном случае неприменимы, поскольку пористые кристаллы являются сложными стохастическими объектами, имеющими, как отмечалось выше, наряду с разнообразием формы также разброс по размерам и направлениям в кристалле.

Кристаллическую матрицу пористого материала можно рассматривать как монокристалл с пустотами или как совокупность отдельных кристаллитов.

Теория

Строгое описание когерентного и диффузного рассеяния рентгеновских лучей от пористых материалов возможно в рамках статистической динамической теории дифракции [20-23]. Применительно к методу трехкристальной дифрактометрии такие теории разработаны в случае динамической дифракции [24] и в кинематическом приближении [25]. В настоящей работе в рамках статистической динамической дифракции разработана теория рассеяния рентгеновских лучей от пористых структур.

Используя подход, описанный в [24,25], для когерентно рассеянного излучения получено следующее решение

$$I^{c}(q_{x},q_{z}) = |R(q_{z})|^{2} |W(q_{x})|^{2} (1)$$

где $W(q_x) = \int_{-\infty}^{L} dx \cdot e^{iq_x x}$ если отсутствует лате-

ральная периодичность в структуре пористого кристалла и

$$W(q_x) = \sum_{n=1}^{N} \exp\left(iq_x \left[\langle T \rangle - \frac{q_x^2 \sigma_T^2}{2}\right]n\right) \int_{-b/2}^{b/2} dx e^{iq_x x} \qquad \text{при}$$

наличии ближнего порядка, L = NT - ширина засветки поверхности пористого кристалла рент-геновским пучком, $\sigma_T = \sqrt{\left< \Delta T^2 \right>}$ - дисперсия флуктуации латерального периода Т. b – латеральный размер отражающего участка пористого слоя в пределах одного периода, $R(q_z)$ амплитудный коэффициент отражения от подложки и пористого слоя. Интенсивности диффузного рассеяния в кинематическом приближении имеет вид

$$I_{h}^{d}(q_{x},q_{z}) = |a_{h}|^{2} (1-f^{2}) \tau(q_{x};q_{z}) lL$$
(2)

где *l*-толщина пористого слоя. Угловое распределение интенсивности рассеяния в обратном пространстве определяется корреляционным объемом [25]

$$\tau(\boldsymbol{q}) = \frac{1}{(2\pi)^2} \int_{-\infty}^{+\infty} d\boldsymbol{\rho} \, G(\boldsymbol{\rho}) \exp(i\boldsymbol{q}\boldsymbol{\rho})$$

который зависит от корреляционной функции

$$G(\boldsymbol{\rho}) = \frac{\langle \exp(i\boldsymbol{h}[\delta\boldsymbol{u}(\boldsymbol{\rho}) - \delta\boldsymbol{u}(0)]) \rangle - f^2}{1 - f^2}$$

где *f* – статический фактор Дебая-Валлера.

Применительно к трехкристальной дифрактометрии корреляционный объем необходимо трансформировать корреляционную площадь

$$\tau(q_x, q_z) = \frac{1}{2\pi} \int_{-\infty}^{+\infty} d\rho_x \int_{-\infty}^{+\infty} d\rho_z \exp(i[q_x\rho_x + q_z\rho_z]) G(\rho_x, 0, \rho_z)$$

Следующим шагом является выбор модели пористого кристалла. Реальную структуру ближе всего описывают поры цилиндрической формы (рис.1).



Корреляционная функция для этой модели может быть представлена в виде произведения вероятностных функций

$$\begin{split} G(\rho_{\rm x},\rho_{\rm y},\rho_{\rm z}) &= P_{R}(\rho_{0})P_{z}(\rho_{\rm z}), \text{ где } \rho_{0} = \sqrt{\rho_{x}^{2} + \rho_{y}^{2}} \\ P_{R}(\rho_{0}) &= \begin{cases} \frac{2}{\pi} \arcsin\left(\sqrt{1 - \frac{\rho_{0}^{2}}{4R^{2}}}\right) - \frac{\sqrt{\rho_{0}^{2}}}{\pi R} \sqrt{1 - \frac{\rho_{0}^{2}}{4R^{2}}}, & \rho_{0} \leq 2R \\ 0, & \rho_{0} > 2R \end{cases} \\ P_{z}(\rho_{z}) &= \begin{cases} 1 - |\rho_{z}|/l_{z} & |\rho_{z}| \leq l_{z} \\ 0 & |\rho_{z}| > l_{z} \end{cases} \end{split}$$

где R – радиус поры, l_z - длина поры.

Физический смысл корреляционной функции состоит в том, что она представляет собой вероятность того, что точка, находящаяся на некотором расстоянии в произвольном направлении от фиксированной точки внутри поры также окажется внутри ее. На рисунке 1 показана геометрическая трактовка корреляционной функции для цилиндрических пор. В данном смысле корреляционная функция равна отношению объема пересечения двух цилиндров $v_p = s_p l_p$ к объему цилиндра $V_p = \pi R^2 l_z$, где s_p площадь сегмента пересечения двух цилиндров, l_n - длина этого пересечения. Методом, описанным в [22], [25], находим корреляционный объем для рассматриваемой модели:

$$\tau(\boldsymbol{q}) = \frac{V_p}{(2\pi)^2} \left(\frac{2J_1(q_0 R)}{q_0 R} \operatorname{csin}(q_z l_z / 2) \right)^2.$$
(3)

Здесь $J_1(q_0 R)$ - функция Бесселя первого порядка, $q_0 = \sqrt{q_x^2 + q_y^2}$, csin(x) = sin(x)/x. Стати-

ческий фактор Дебая-Валлера непосредственно зависит от концентрации пор *с* и объема поры в единицах объема элементарной ячейки V_c : $f = \exp(-cV_p/V_c)$.

Корреляционная площадь для кристалла с порами цилиндрической формы запишется как

$$\tau(q_x, q_z) = l_z \frac{\left(csin(q_z l_z / 2) \right)^2}{2\pi} S_R(q_x), \quad (4)$$
где
$$S_R(q_x) = \int_{-2R}^{2R} d\rho_x \exp(iq_x \rho_x) P_R(\rho_x, 0)$$

Численное моделирование

Численное моделирование дифракции рентгеновских лучей проведено применительно кристаллу германия (отражение 111, Си K_a - излучение). Во всех расчетах радиус пор составлял 50 nm, длина пор 1000 nm. Для принятой модели пористый слой толщиной 2µm лежит на полубесконечной идеальной подложке. Различия в распределении диффузного рассеяния вблизи узла обратной решетки для корреляционного объема (q_x , q_z –сечение, $q_y=0$) и корреляционной площади показаны на рисунках 2 и 3, соответственно.









Результаты численных расчетов с учетом когерентного и диффузного рассеяния показаны на рисунках 5-8. Численное моделирование проведено для трехкристальной дифрактометрии с трехкратно отражающим монохроматором и однократно отражающим анализатором Ge. На рисунке 4 изображена карта распределения

интенсивности рассеяния в случае хаотического распределения пор в кристалле. Если поры распределены таким образом, что в пористой структуре образуются латеральные периодические участки (кристаллиты), то в результате дифракционного рассеяния формируется система сателлитных максимумов. На рисунках 5,6 показаны карты распределения интенсивности рассеяния от латерально периодической структуры с разной дисперсией флуктуации периода σ_T . В расчетах латеральный период составлял *1 µm*. Даже в случае большой флуктуации латерального периода ($\sigma_T = 0.15T$, рис.6) дифракционная картина отличается от однородного хаотического распределения пор (см. рис.4)

Работа выполнена при финансовой поддержке целевой программы «Развитие научного потенциала высшей школы» (проект РНП.2.1.1.3425)







[1] Canham L.T., Appl. Phys. Lett. 57, 1046 (1990)

[2] Bellet D., Dolino G., Ligeon M., Blanc P., Krisch M., J. Appl. Phys. **71**, 145 (1992)

[3] Koppensteiner E., Schuh A., Bauer G., Holy V., Bellet D., Dolino G., Appl. Phys. Lett. **65**, 1504 (1994)

[4] Buttard D., Bellet D., Dolino G., J. Appl. Phys. **79**, 8060 (1996)

[5] Buttard D., Bellet D., Dolino G., Baumbach T., Rieutord F., Solid State Commun., **109**, 1 (1996)

[6] Buttard D., Bellet D., Baumbach T., Thin Solid Film. **276**, 69, (1996)

[7] Binder M., Edelmann T., Metzger T. H., Mauckner G., Goerigh G., Peisl J., Thin Solid Film. **276**, 65 (1996)

[8] Buttard D., Bellet D., Dolino G., Baumbach T., J. Appl. Phys. **83**, 5814 (1998)

[9] Chamard V., Dolino G., Lerondel G., Setzu S. Physica. **B 248**, 101 (1998)

[10] Ломов А.А., Бушуев В.А. Караванский В.А. Кристаллография. **45**, 915 (2000)

[11] Chamard V., Dolino G., // J. Appl. Phys. 83, 5814 (2001)

[12] Chamard V., Pichat C., Dolino G., Solid State Communication. **118**, 135 (2001).

[13] Chamard V., Bastie P., Le Bolloch D., Dolino G., Elkaim E., Ferrero C., Lauriat J.-P., Rieutord F., Thiaudiere D., Phys. Rev., B.,64, 245416 (2001)

[14] Chamard V., Pichat C., Dolino G., Eur. Phys. J. **B21**, 185, (2001)

[15] Buttard D., Bellet D., Dolino G., Baumbach T., J. Appl. Phys. **91**, 2742 (2002)

[16] Karavanskii V.A., Lomov A.A., Sutyrin A.G., Bushuev V.A., Loikho N.N., Melnik N.N., Zavaritskaya T.N., Bayliss S., Thin Solid Film. **437**, 290 (2003)

[17] Karavanskii V.A., Lomov A.A., Sutyrin A.G., Bushuev V.A., Loikho N.N., Melnik N.N., Zavaritskaya T.N., Bayliss S., Phys. Stat. Sol. (a), **197**, 144 (2003)

[18] Ломов А.А., Бушуев В.А., Караванский В.А., Бэйлисс С., Кристаллография. **48**. 333, (2003)

[19] Сутырин А. Г., Бушуев В.А., Ломов А.А. // Изв. РАН. сер. физ. **68**. 545 (2004)

[20] Kato, N., Acta Cryst. A36, 763; 770, (1980)

[21] Бушуев В.А., Кристаллография, **34**, 279 (1989)

[22] Бушуев В.А. ВИНИТИ N. 486-В88, 1-55 (1988)

[23] Пунегов В.И. Кристаллография, **35**, 576 (1990)

[24] Pavlov K.M., Punegov V.I. Acta Cryst., A56, 227 (2000)

[25] Nesterets Ya.I., Punegov V.I. Acta Cryst., **A56**, 540 (2000)

ЧИСЛЕННОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ДИФРАКЦИИ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ ОТ ПОРИСТОГО СЛОЯ InP

<u>В.И. Пунегов</u>^{1,2}, А.А. Ломов³, Д.Ю Прохоров³, К.Д Щербачев⁴, D. Nohavica⁵, P. Gladkov⁵

¹Коми Научный Центр УрО РАН, ул. Коммунистическая д.24, Сыктывкар, Россия
 ²Сыктывкарский государственный университет, Октябрьский проспект 55, Сыктывкар, Россия
 ³Институт кристаллографии РАН, Ленинский прос. 59, Москва, Россия
 ⁴Московский государственный институт стали и сплавов, Ленинский прос. 4, Москва, Россия
 ⁵Institute of Radio Engineering and Electronics, Academy of Sciences CR, Prague, Czech Republic e-mail: punegov@syktsu.ru

Известно, что по анализу карты двумерного распределения интенсивности рассеяния вблизи узла обратной решетки можно получать информацию о находящихся на поверхности или в приповерхностном слое областях с измененными структурными характеристиками. В частности, можно обнаруживать и классифицировать дефекты структуры, инородные включения и образования пустот в виде регулярно или хаотически распределенных пор. С момента обнаружения Кэнхамом в 1990г. [1] в пористом кремнии при комнатной температуре электро- и фотолюминесценции в видимой области спектра начались интенсивные рентгеновские исследования этих и других пористых материалов (см. [2-4] и приведенную в этих работах литературу). Отметим также, что изображения пористых структур могут хорошо наблюдаются и на снимках трансмиссионной электронной микроскопии. С другой стороны, независимая информация может быть получена из неразрушающих рентгенодифракционных измерений [2-4]. Известно, что в результате дифракции рентгеновских лучей от пористых структур возникает диффузное рассеяние вокруг брэгговского пика вблизи узла обратной решетки [2]. Угловое распределение диффузного рассеяния содержит информацию о структуре пористого слоя. Поры преимущественно имеют цилиндрическую форму диаметром несколько десятков нанометров, иногда с ответвлениями более малых размеров. Цель настоящей статьи показать уникальные возможности численного моделирования для получения характеристик исследуемых пористых материалов. Экспериментальные измерения рентгеновской дифракции от пористого слоя InP были проведены на лабораторных источниках Си Ка излучения (λ=0.15405 nm) в схеме трехкристального дифрактометра вблизи узла обратной решетки (004). Измеренные экспериментальные карты углового распределения интенсивности рассеяния получены для двух положений образца относительно вертикальной оси (азимутальный угол поворота составлял 90 градусов).

На рисунке 1 показана карта распределения интенсивности для азимутального угла $\varphi = 0$.





Изменение контуров равной интенсивности при повороте кристалла на угол $\varphi = 90^{\circ}$ иллюстрирует рисунок 2. Сравнивая оба рисунка, нетрудно видеть, что картины углового распределения интенсивности для двух положений образца сильно отличаются.





Это указывает на характерное расположение пор относительно поверхности кристалла. Методом численного моделирования мы попытались найти структурные особенности исследуемого материала.

В расчетах учитывалось когерентное и диффузное рассеяние рентгеновских лучей от структуры с хаотически распределенными цилиндрическими порами и имеющей латеральный ближний порядок в одном из пространственных направлений. При этом для симметричного (004) отражения Фурьекомпоненты рентгеновской восприимчивости

пористой структуры InP $\chi_{0,h} = -r_0 \frac{\lambda^2}{\pi V_c} F_{0,h}$,

где V_c - объем элементарной ячейки, r_0 - классический радиус электрона, $F_{0,h}$ - структурные факторы в направлении прохождения и дифракции рентгеновской волны, корректировались на коэффициент пористости. Когерентное рассеяние для ограниченного в латеральном направлении рентгеновского пучка вычислялось по формуле

$$I_{l,\infty}^{c}(q_{x},q_{z}) = I_{0} |R_{1,2}(q_{z})|^{2} |W(q_{x})|^{2},$$

где I_0 – интенсивность падающего излучения, $R_{1,2}(q_z)$ - амплитудный коэффициент отражения двухслойной структуры «пористый кристалл-подложка»,

$$W(q_x) = \sum_k w_k \Biggl(\sum_{n_k=1}^{N_k} \exp \Biggl(iq_x \Biggl[\langle T \rangle - \frac{q_x^2 \sigma_T^2}{2} \Biggr] n_k \Biggr)_{-b_k/2}^{-b_k/2} dx e^{iq_x x} \Biggr)$$

Здесь $\sigma_T = \sqrt{\langle \Delta T^2 \rangle}$ - дисперсия флуктуации
латерального периода $T = \langle T \rangle + \Delta T$, где $\langle T \rangle$ -
усредненная и ΔT - случайная ее часть. w_k -
весовые коэффициенты областей пористого
кристалла, имеющих латеральные размеры b_k .
Если в плоскости дифракции латеральная
периодичность отсутствует,
 $W(q_x) = \int_0^L dx \exp(iq_x x)$, где L – ширина полосы
поверхности исследуемого материала.

поверхности исследуемого материала, засвеченной падающей рентгеновской волной.

Угловое распределение интенсивности диффузного рассеяния приближенно определяется выражением

$$I_h^d(q_x, q_z) \approx |a_h|^2 (1 - f^2) \tau(q_x; q_z) l L$$
, где l

– толщина пористого кристалла, *f* - статический фактор Дебая-Валлера.

Корреляционную площадь

$$\tau(q_x,q_z) = \frac{1}{2\pi} \int_{-\infty}^{+\infty} d\rho_x \int_{-\infty}^{+\infty} d\rho_z \exp(i[q_x\rho_x + q_z\rho_z]) G(\rho_x,0,\rho_z),$$

присутствующая в формуле для диффузной интенсивности, определяется корреляционной функцией $G(\rho_x, 0, \rho_z)$.

Для цилиндрических пор эта величина равна отношению объема пересечения двух пор к объему всей поры. Если поры расположены под углом α к поверхности пористой структуры, в выражении для корреляционной площади следует произвести преобразование координат

$$\overline{\rho}_x = \rho_x \cos \alpha + \rho_z \sin \alpha$$

 $\overline{\rho}_z = \rho_z \cos \alpha - \rho_x \sin \alpha \, .$

На рисунке 3 изображена модель поверхности пористого кристалла (вид сверху). В направлении у поры распределены хаотически. Вдоль оси х имеется квазипериодический (ближний) порядок с периодом T (рис.3 и 4).







Вдоль оси *у* поры направлены в глубь кристалла под углом α (рис. 5)



Таким образом, изображенная экспериментальная карта углового распределения интенсивности рассеяния от пористого кристалла на рисунке 1 соответствует плоскости дифракции $x\partial z$ (рис.3,4). Расчетная карта показана на рисунке 6.





Поворот кристалла с пористым слоем относительно оси z на угол девяносто градусов (плоскость дифракции $y\partial z$), как было отмечено выше, видоизменяет дифракционную картину (рис.2). Соответствующая этой ориентации теоретическая карта углового распределения интенсивности рассеяния изображена на рисунке 7.



Рис. 7

Экспериментальные и теоретические кривые дифракционного отражения в режиме q_x - сканирования в точке $q_z = 0$ для $\varphi = 0$ представлены на рисунке 8. Здесь жирной линией показаны экспериментально измеренные результаты, а тонкой линией изображен расчетный профиль. Аналогичные кривые для $\varphi = 90^{\circ}$ продемонстрированы на рисунке 9. В процессе численного моделирования получены следующие характеристики пористого слоя InP: радиус пор составляет 40 nm, длина пор 500 nm.

Угол α ориентации пор относительно поверхности равен 34 градусам. Латеральный период T=260 nm, дисперсия флуктуации латерального периода $\sigma_T = 0.14T = 37$ nm, что приблизительно составляет величину радиуса поры.



Рис. 9

Работа выполнена при финансовой поддержке целевой программы «Развитие научного потенциала высшей школы» (проект РНП.2.1.1.3425) и РФФИ (гранты № 05-02-17585, № 04-02-16857)

Canham L.T., Appl. Phys. Lett. **57**, 1046 (1990)
 Buttard D., Bellet D., Dolino G., Baumbach T., J. Appl. Phys. **91**, 2742 (2002)

[3] Karavanskii V.A., Lomov A.A., Sutyrin A.G., Bushuev V.A., Loikho N.N., Melnik N.N., Zavaritskaya T.N., Bayliss S., Thin Solid Film. **437**, 290 (2003)

[4] Ломов А.А., Бушуев В.А., Караванский В.А., Бэйлисс С., Кристаллография. **48**. 333, (2003)

ДЕФЕКТЫ И РЕЛАКСАЦИЯ НАПРЯЖЕНИЙ В ЭПИТАКСИАЛЬНЫХ СЛОЯХ InN

<u>В. В. Ратников</u>, Р. Н. Кютт, М. П. Щеглов, В. Н. Жмерик, С. В. Иванов Физико-технический институтим. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, 194021 Политехническая 26, e-mail: <u>Ratnikov@mail.ioffe.ru</u>

Рост оптически-активных эпитаксиальных слоев InN как перспективного материала длинноволновых для оптоэлектронных устройств на основе А3нитридов является важной практической задачей. В ФТИ им А.Ф. Иоффе эпитаксиальные слои (ЭС) InN и твердых растворов на его получают методом молекулярнооснове пучковой эпитаксии (МПЭ) с плазменной активацией азота. Преимущество метода состоит в том, что генерация химически активного азота не зависит от температуры подложки, что позволяет снизить температуру эпитаксиального роста (< 500°C). Это существенно при росте In - содержащих соединений из-за низкой температуры их диссоциации.

Из-за больших несоответствий параметров решетки (ПР) и коэффициентов термического расширения (КТР) между InN и подложкой сапфира (+29% И -55%, соответственно) выращиваемые слои имеют высокие плотность дефектов и уровень остаточных напряжений. Их анализ и контроль является важной задачей для получения оптических характеристик приемлемых выращиваемых слоев.

Изучались ЭС InN на подложках сапфира (0001) после их отжига и нитридизации при 700°С. Для снижения дефектности слоев и уровня остаточных напряжений в них на сапфире выращивались 3 типа буферных слоев:

а - низкотемпературный 20 нм слой InN (300°С) с его последующим высокотемпературным отжигом при 635°С и 710°С для формирования тонкого буферного слоя AlInN (образцы №№ 544, 588 и 609);

б - низкотемпературный 20 нм слой твердого раствора Al_xIn_{1-x}N (300°С, ч=0.1- 0.5, образцы №№ 592 и 613);

в - GaN – слой толщиной 0.3 – 0.4 мкм, выращенный на той же МПЭ – установке непосредственно перед выращиванием основного InN слоя (образцы №№ 105, 106, 108, 109, 129).

Для сравнения выращивались слои InN непосредственно на сапфире (№ 610) и на толстом (4 мкм) слое GaN, полученном методом металлорганической газофазной эпитаксии (№ 671). Толщина слоев варьировалась в интервале 0.3 – 2 мкм., температура роста - в пределах 400°С - 520°С.

Из in-situ измерений оптических спектров и дифракции быстрых электронов (RHEED) получали информацию о стехиометрии роста (In : N) и характере (2D, 3D – моде) роста.

Рентгендифракционное исследование базировалось на получении на двух- (ДКД) и дифрактометрах трехкристальных (ТКД) распределений интенствности и анализе угловой ширины их сечений в направлениях, параллельных перпендикулярных И дифракционному вектору. Эти сечения измерялись с использованием (0 - 20)- и 0- мод сканирования (полуширины ω_{θ} ₂₀ и ω_{θ}) симметричных (0002) и (0004) и асимметричных (11-24), (10-14), (10-15) рефлексов в геометрии Брегга и симметричного рефлекса (10-10) в геометрии Лауэ. Информацию 0 разупорядочении решетки в плоскости слоев получали из измерений серии симметричных рефлексов от плоскостей, образующих с поверхностью углы до 62°. Уровень остаточных напряжений определялся по измерениям радиуса кривизны образцов R. Измерения ПР ТКД с использованием проводились на симметричных рефлексов 0002 (геометрия Брега, значение с) и 10-10 (геометрия Лауэ, значение а).

При анализе дефектной структуры использовался подход, предложенный в [1].

Анализ измерений показал, что

1. Остаточные напряжения отсутствуют лишь в слоях, выращенных на буфере InN с последующей низкотемпературной (635°C) обработкой (№ 544). Напряжения снимаются за счет образования большого количества микрополостей на интерфейсе InN/GaN (данные электронной сканирующей микроскопии (SEM)). Повышение температуры отжига буфера до 710°С приводит к образованию плоского интерфейса без микрополостей и изгибу образцов, положительный знак которого указывает на присутствие биаксиальных сжимающих напряжений в слоях. Их уровень снижается в 3 раза (до - 0.5 GPa) при увеличении температуры роста до 520°С (№ 609). Отжиг образцов приводит к снятию напряжений (до 40% для № 109).

Общим для всех образцов (кроме релаксированных за счет микрополостей) является значительное превышение остаточных напряжений над рассчитанными для пары InN/

сапфир термоупругими напряжениями. Объяснение такой разницы неполной релаксацией напряжений несоответствия на интерфейсе буфер/ InN не может быть вполне убедительным, т. к. рядом исследователей [2,3] показано, что релаксация напряжений из-за 10% -ого несоответствия ПР InN и GaN имеет место уже в слоях толщиной несколько нанометров.

Общим для всех изучавшихся образцов является сильная чувствительность деформационного состояния слоев к вариации параметров роста. Как правило, менее дефектные образцы, в то же время, имеют значительные (до -1.5 GPa) остаточные напряжения. Найдено, что перспективным способом снижения напряжений может быть введение квантовых ям InN / GaN в растущий слой InN, позволившее на 1/3 снизить напряжения в образце № 106.

2. Измерения кривых дифракционного отражения показало сильную зависимость кристаллического качества слоев от таких условий роста, как температура роста T_p и отношение потоков In и N в ростовой камере. В общем, большие Т_р и In / N >1 позволяют менее дефектные выращивать слои (диффузионная длина In на растущей поверхности растет и имеет место 2D - мода роста). Более низкие $T_{\rm p}$ и In / N <1 дают более слои с худшим дефектные качеством интерфейса и поверхности. Это связано с преобладанием при таких условиях 3Dростовой моды (колончатый рост). Найдено, что оптимальным является стехиометрический рост $(In / N \approx 1)$ при $T_p = 490^{\circ}C - 510^{\circ}C.$

3. Весь спектр измерявшихся полуширин дифракционных кривых расположен между крайними случаями роста непосредственно на сапфировой подложке без буфера (№ 610) и ростом на толстом MOCVD –GaN-template (№ 671). В первом случае полуширина ω_{θ} (0002) = 2510" обусловлена дисперсией оси C мелкостолбчатой структуры слоя InN. В то же использование высококачественной время подложки MOCVD –GaN-template с ω_{θ} (0002) = 320" дает ЭС с самой узкой из наблюдавшихся ω_{θ} (0002) = 335" и $\omega_{\theta-2\theta}$ (0002) = 55". Однако измерение симметричной Лауэ-дифракциии (11-20) показало значительное возрастание как ω_{θ} (11-20) от 160" для GaN-template до 270" для слоя InN, так и, особенно, $\omega_{\theta-2\theta}$ (11-20) от 110" ло 410", соответственно. Анализ дислокационной структуры на основе полученных из полуширин компонент тензора микродисторсии [1] указывает на то, что в выросшем слое № 671 плотность винтовых дислокаций остается такой же, как и в подложке (10^8 cm^{-3}) , в то время как плотность вертикальных краевых дислокаций значительно возрастает в ЭС (до 1.7 10¹⁰ см⁻³) в

сравнении с GaN-template (6.2 10⁸ см⁻³). Плотность горизонтальных дислокаций также растет в слое в 2.5 раза. Последнее связано с релаксацией напряжений несоответствия на интерфейсе InN / GaN, в то время как рост плотности вертикальных краевых дислокаций обусловлен, вероятно, 3D- ростовой модой, при которой многоостровковый рост на начальной стадии приводит к значительному увеличению количества малоугловых границ при срастании островков и резкому увеличению плотности краевых дислокаций.

4. Характерным примером изменения моды роста может служить относительно тонкий (0.32 мкм) образец № 588, выращенный на низкотемпературном InNбуфере с последующей высокотемпературной обработкой при 710°С. Дифракционная кривая (0002) состоит из узкого (21") динамического пика на широкой (400") диффузной (кинематической) подставке. Очевидно образец рос вначале по 2Dмеханизму (преобладание скорости латерального роста над вертикальным из-за высокой диффузионной способности атомов In на растущей поверхности при оптимальных T_n и In : N). Однако нараставшие в процессе роста напряжения из-за разницы ПР слоя и буфера и их неполного снятия сеткой дислокаций несоответствия привели при толщине ≈ 0.1 мкм (SEM скола) к переходу от 2D- (пластинчатого) к 3-D (мелкоостровковому) росту. Образец № 609, полученный в тех же условиях, но большей (0.64 мкм) толщины демонстрирует лишь диффузную часть на ДКД-кривой отражения (0002). Его полуширина ω_{θ} (0002) = 661" ниже, чем у любого из исследовавшихся образцов, выращенных на тонких (20 нм) буферных слоях говорит 0 относительно хорошем И кристаллическом качестве образцов (плотность вертикальных винтовых дислокаций 2.7 10⁸ см⁻³ при плотности вертикальных краевых дислокаций $\approx 7.8 \ 10^{10} \text{ см}^{-3}$.

5. Измерения фотолюминисценции (ФЛ) в выращенных образцах показало, что лучшее кристаллическое качество не сопровождается параллельным ростом их оптоэлектронных характеристик. В лучшем, с точки зрения рентгеновских полуширин, образце № 588 ФЛ отсутствовала в какой-либо области спектра. В то же время достаточно дефектные по рентгеновским измерениям образцы (№№ 544 и 562) демонстрируют удовлетворительную ФЛ. Причины этого экспериментального факта обсуждаются в представляемой работе.

[1] V. Ratnikov, R. Kyutt, T. Shubina et al., J. appl. Phys., 88, 6252 (2000)

[2] E. Bellet-Amalric, C. Adelman et al., J. appl. Phys., 95, 1127 (2004)

[3] Y.F.Ng, Y.G.Gao et al., Appl. Phys. Lett., 81, 3960 (2002)

APPLICATION OF X-RAY DIFFRACTION TECHNIQUES TO CHARACTERIZATION OF HIGHLY DOPED SILICON WAFERS

S. Rouvimov¹, P. Taylor¹, S.-B. Kim¹, P. Wildes¹, R.N. Kyutt², I.L. Shulpina², L.M. Sorokin², P. Feichtinger³

¹SUMCO USA, Salem, Oregon, USA

²Ioffe Physico-Technical Institute, St. Petersburg, Russia

³ Bede X-Ray Metrology, 14 Inverness 14 Inverness Dr East H-100, Englewood, CO 80112, USA

e-mail: sergei.rouvimov@SumcoUSA.com

High demand in Si wafers of low resistivity for new generation of power devices leads to increased needs for structure characterization of the silicon crystalline materials with high throughput, high resolution, and practically zero edge exclusion. Because majority of infra-red optical techniques with mapping capabilities (such as u-PCD, OPP, SIRD, etc.) that are used for defect control in lightly doped material are not applicable to materials with low resistivity, x-ray techniques have become especially important for evaluation of Si wafers for power/discrete market. X-ray section topography and X-ray diffraction (Borrmann effect) were shown to be capable in detecting of weak strain fields in as-grown As-doped CZ Si crystals with high doping level (~E19 cm⁻³) and providing evidences of clustering of As atoms. X-ray diffractometry in combination with XRT and TEM appears to be very useful for characterization of internal gettering capability of the materials (precipitates and dislocation loops formed during annealing), stress/strain distribution, troubleshooting of the devices and optimization of the

manufacturing processes. Recent developments of a micro-focus x-ray source of high intensity has allowed the manufacturing of a high-speed digital XRT tool that can combine x-ray topography in both reflection and transmission modes with highresolution x-ray diffraction. The digital XRT tool has a capability of fast mapping at low resolution with micro-mapping at resolution as low as 3 µm. Potentially, x-ray diffraction can be used both in-line for product monitoring and off-line for troubleshooting and materials research. In this paper, we review X-ray diffraction techniques in combination with other methods (Transmission Electron Microscopy, Preferential Etching and Photoluminescence) for characterization of highly doped silicon wafers with different types of crystalline defects. Furthermore, we compare classical XRT methods with a digital XRT technique. Finally, we illustrate typical problem solving based on for x-ray defect analysis and present examples from a variety of CZ Si materials.

ИССЛЕДОВАНИЕ ПЛЕНОК CaF₂, Al и 3d - МЕТАЛЛОВ ОТ Sc ДО Cu МЕТОДОМ ПОЛНОГО ВНЕШНЕГО ОТРАЖЕНИЯ РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

<u>В.Н. Сивков</u>, С.В. Некипелов, А.П. Петраков, Д.В.Сивков, Л.Л. Ширяева Сыктывкарский государственный университет, 167001, г.Сыктывкар Октябрьский пр.55.

svn@syktsu.ru

Введение

Получение надежных экспериментальных данных по сечениям поглощения и силам осцилляторов рентгеновских переходов в области тонкой структуры рентгеновских спектров поглощения является актуальной залачей. Поскольку эти характеристики содержат фундаментальную информацию о локальной электронной структуре, симметрии и электроотрицательности ближайшего окружения поглотившего рентгеновский квант Особенный интерес представляют атома. исследования наноразмерных структур, в частности тонких пленок из соединений атомов кальция и 3d - переходных элементов. При этом достоверность получаемой из спектральных информации ланных непосредственно определяется качеством используемых образцов в виде тонких пленок (d = 50 - 200 HM), приготовленных методом термического испарения в вакууме. Поэтому знание химического состава, плотности и для 3d металлов степени окисления пленок представляется важным. Эта информация необходима для выбора соответствующей методики приготовления образцов для каждого определения соединения И ИЗ экспериментальных коэффициентов поглощения абсолютных величин сечений поглощения и сил осцилляторов рентгеновских Исследования переходов. пленок широкозонного изолятора CaF₂ представляют самостоятельный интерес, так как это соединение является одним ИЗ наиболее перспективных из тонкопленочных изоляторов, которые могут быть выращены на поверхности кремния методом молекулярно-лучевой эпитаксии[1-3]. Это обусловлено тем, что фторид кальция имеет гранецентрированную кубическую ячейку аналогичную алмазоподобной структуре кремния И постоянную решетки при комнатной температуре лишь на 0.6% больше чем у Si. CaF₂ привлекает внимание также как

перспективный материал получения для наноструктур из широкозонных материалов, например, сверхрешеток на подложках кристаллического кремния [4]. В ряде предыдущих работ нами были проведены исследования методами эмиссионной и ИК спектроскопии химического состава и степени окисления пленок отдельных 3d – металлов [5,6]. В настоящей работе эти исследования продолжены для всего ряда 3d – металлов от Sc до Си. Ранее нами были проведены измерения плотности пленок **р** 3d – металлов от Ti до Cu c использованием метода полного внешнего отражения (ПВО) рентгеновского излучения [7]. и было показано, что этот метод может успешно применяться для соединений состоящих из атомов одного элемента. В данной работе метод ПВО использован для определения плотности металлических пленок Al, Sc и апробирован для плотности пленок измерения сложных соединений, состоящих из разного сорта атомов на примере флюорита CaF₂.

Экспериментальная часть

Измерения плотностей пленок ρ проводились c помощью рентгеновского дифрактометра ДРОН-5.0М на характеристическом излучении трубки с медным анодом (CuK_{α}, 1.54 Å) по критическому углу из кривых ПВО, которые снимались в двухкристальной схеме с симметричным монохроматором (плоскость кремниевым отражения (111)). Точность измерения критического угла составляла 0.2 угловой секунды. Плотность металлической пленки определялась по формуле [8]:

$$\rho = \rho_{\rm m}(\theta_{\rm s})^2 / 2\delta , \qquad (1)$$

где ρ_m - плотность массивного вещества, θ₃ - экспериментально измеренный критический угол для исследуемой пленки и δ - единичный

декремент показателя преломления, рассчитанный для металлов из соотношения [9]:

$$\delta = (e^2 N \rho_m \lambda^2) / (2\pi m c^2 A) \times \times \left[Z + Z_K \lambda^2 / \lambda_K^2 \ln \left| 1 - \lambda_K^2 / \lambda^2 \right| \right],$$
(2)

где N - число Авогадро, А -атомный вес, Z атомный номер, $Z_K\,$ и λ_K - число электронов на - уровне и длина волны (в Å), К соответствующая К - краю поглощения, е и т заряд и масса электрона, соответственно, и с скорость света в вакууме. В случае флюорита б рассчитывалось как сумма отдельных единичных декрементов затухания для атомов кальция и фтора в соответствие с химической формулой CaF2. Образцы для исследования приготовлялись методом термического испарения вещества в вакууме 1*10⁻⁵ мм рт.ст. с вольфрамовой, танталовой или молибденовой лодочек на полированную стеклянную подложку. При этом скорость осаждения металлов составляла не менее 10 нм/сек, что обеспечивало образование незначительного количества оксида в процессе осаждения пленки [10]. Чтобы избежать влияния материала подложки на измеряемое значение критического угла, толщина исследуемых металлических пленок выбиралась не менее 150 нм [8,9]. Точность измерения плотности пленок методом погрешностью р_т и ПВО определялась составляла несколько процентов. Толщина осажденной пленки определялась методом Толланского. При этом толщина пленок CaF₂ выбиралась не менее 200 нм.

Исходные металлы, используемые для изготовления пленок, И сами пленки тестировались методами рентгеновской эмиссионной спектроскопии и спектрального анализа на наличие примесей. В качестве образцов для спектрального анализа пленок порошок использовался соскобленной ИЗ пленки. металлической осажденной предварительно на полированную стеклянную пластинку. Содержание примесей в образцах составляло не более 0.1%. Образцы для рентгеноструктурного анализа приготовлялись в виде многослойной структуры из 10-15 тонких свободных металлических пленок толщиной 50-80 нм, наложенных друг на друга. Методика приготовления свободных тонких металлических пленок подробно изложена в работах [11,12]. Методика измерения эффективной толщины слоя оксида на поверхности металлической пленки описана в работах [5,6].

Обсуждение результатов

Полученные экспериментальные кривые отражения излучения линии CuK_{α} от угла

скольжения θ для металлических пленок представлены на рисунках 1 (Ti , Fe и Ni), 2 (Sc,



Рис.1. Зависимость коэффициента отражения R от угла скольжения θ для металлических пленок Ni(1), Fe(2), Ti(3) и стеклянной подложки (5).



Рис.2. Зависимость коэффициента отражения R от угла скольжения θ для металлических пленок Co(1), Cu(2), Cr(3), Mn(4), V(5) и Sc(4).

V, Cr, Mn, Co и Cu) и 3 (CaF₂). На рис.1 также приведена кривая ПВО для стеклянной подложки, на которую осаждались пленки. Кривые ПВО нормированы на максимальную интенсивность отражения. Вертикальными линиями на рисунках отмечены положения θ_{2} , определенных критических углов на половине интенсивности в максимуме. Из рисунков видно, что при углах скольжения больших критического не наблюдается появления интерференционных полос. Это

указывает на отсутствие влияния стеклянной подложки на кривую ПВО исследуемых пленок.

Значения критических углов θ_{3} И плотностей пленок р всех исследованных методом ПВО соединений представлены в таблице, в которой также для сравнения приведены плотности ро массивных веществ [13]. В этой же таблице приведены толщина (d) и вид оксида, образующегося на поверхности металлических пленок под действием атмосферного кислорода. Эти параметры получены в результате исследования пленок методами ИК -спектроскопии. Для пленок Со и Ni подобных измерений провести не удалось, слой оксида, образующийся на так как поверхности пленок. этих металлов настолько мал, что в ИК - спектрах пропускания проявляется. Сравнивая практически не представленные в таблице экспериментальные результаты необходимо отметить. что исследованных плотности пленок всех металлов, измеренные методом ПВО, хорошо согласуются с величинами, полученными методом взвешивания [7]. Из таблицы видно, что плотности металлических пленок Ti, Co, Ni,

Al и пленки флюорита имеют величины немного меньшие, но близкие к плотностям массивных металлов.



Рис.3. Зависимость коэффициента отражения R от угла скольжения θ для пленок CaF₂.

Вещество	θ,, угл.сек	р, г/см ³	ρ _m , г/см ³ [10]	Тип оксида	d , нм
CaF ₂	810	2.90	3.18	-	-
Al	800	2.40	2.69÷2.70	2.69÷2.70 Al ₂ O ₃	
Sc	780	2.34	3.01÷3.02	Sc_2O_3	18
Ti	1050	4.31	4.54	TiO ₂	2
V	1040	4.37	6.11	V_2O_5	4
Cr	1280	6.58	7.16	Cr_2O_3	6
Mn	1160	5.61	7.2÷7.4	MnO ₂	10
Fe	1275	6.95	7.86÷7.874	Fe ₃ O ₄	10
Со	1340	8.68	8.8÷8.9		-
Ni	1340	8.70	8.90	8.90	
Cu	1325	8.25	8.92÷8.94	Cu ₂ O	13

<u>Таблица 1</u>. Значения критических углов θ_3 и плотностей ρ_v пленок, определенных из кривых ПВО. ρ_m - плотность массивных металлов [13]. В двух последних столбцах приведены определенные из ИК-спектров тип оксида и его эффективная толщина, образующаяся на поверхности металлической пленки под воздействием атмосферного кислорода.

Что касается V, Cr, Mn, Fe и Cu то плотности их пленок оказываются значительно ниже плотностей массивных метаплов Поскольку оксиды, образующиеся на поверхности металлических пленок, имеют меньшую плотность чем сами металлы (см. таблицу), то можно предполагать, что причиной низкой плотности пленок является наличие оксидного слоя на их поверхности, поскольку плотности всех оксидов за исключением Sc₂O₃ имеют плотности меньше, массивный чем металл. Проведенные исследования степени окисления пленок методом пропускания ИК - излучения показали, что эффективная толщина оксидного слоя на их поверхности составляет 2-13 нм (см. таблицу). Следует отметить, что отсутствие узких интерференционных пиков на кривых ПВО металлических пленок позволяет полагать отсутствие резкой границы металл-оксид. Принимая во внимание, что исследуемые пленки имели толщиной более 150 нм, и, учитывая значения плотностей оксидов, легко оценить, что окисление пленок может привести к понижению плотности пленок лишь в пределах 1-2 %. Это не объясняет низких значений экспериментальных плотностей металлических пленок позволяет И предполагать, что они являются пористыми и аморфными. В пользу этого предположения говорит тот факт, что исследования пленок методом рентгеноструктурного анализа показали отсутствие в рентгеновских дифрактограммах пиков характерных для поликристаллических образцов. Следует что пористость отметить, металлических пленок, приготовленных методом термического осаждения в вакууме с высокими скоростями

Заключение

другими исследованиями [10].

комнатной

Проведенные исследования показали, что метод полного внешнего отражения рентгеновского излучения может успешно использоваться для измерения плотностей тонких пленок соединений состоящих как из одного сорта атомов (металлы), так из атомов разных элементов (CaF₂). Обнаружено, что пленки 3d - переходных металлов: Sc, V, Cr, Mn и Fe приготовленные методом термического испарения вакууме на стеклянные в полированные подложки, оказываются пористыми и имеют плотность ниже, чем массивные металлы. Пленки остальных исследованных переходных металлов (Ti, Co, Ni), а также пленки Al и CaF₂ близкие к плотностям массивных металлов и кристалла флюорита. Получаемые пленки не содержат

испарения на подложки, находящиеся при

подтверждаются

температуре,

примесей других элементов. При выдержке на воздухе на поверхности металлов образуется защитный слой оксида толщиной: 18 нм (Sc), 2 нм (Ti), 4 нм (V), 6 нм (Cr), 10 нм (Mn), 10 нм (Fe) и 13 нм (Cu). В пленках Со и Ni слой оксида оказывается настолько малым, что ИК методом спектроскопии не обнаруживается. Из полученных результатов следует, что при использовании металлических пленок Al, Sc, Cr, Mn, Fe и Cu в качестве образцов для исследования сечений поглощения рентгеновского ультрамягкого излучения, необходимо использовать защитные покрытия. При этом в качестве подложек и защитных слоев рекомендуется использовать свободные пленки и покрытия из титана.

Исследования проведены при финансовой поддержке РФФИ (грант № 04-02-17216) и целевой Программы развития научного потенциала высшей школы (НРП 2.1.1.3425)

- Himpsel F.J., Karrlsson U.O., Morar D., Yarmoff J.A. Phys. Rev. Letters, <u>56</u>, N14, 1497-1500,1986.
- [2] Riger D., Himpsel F.J., Karrlsson U.O., McFeely F.R., Morar D., Yarmoff J.A. Phys. Rev. Letters, <u>34</u>, N10, 7295-7306,1986.
- [3] Chen C.T., Sette F. Phys. Rev. Lett., <u>60</u>, N2, 160,1988.
- [4] Kyutt R.N., Khil'ko A.Yu., Sokolov N.S., Fiz. Tverd. Tela (St. Petersburg) 40, 1563(1996).
- [5] Сивков В.Н., Виноградов А.С., Некипелов С.В., Угловский А.В., Ширяева Л.Л., ФТТ, Т.38, №.5, 1631(1996).
- [6] Сивков В.Н., Некипелов С.В., Угловский А.В. Ширяева Л.Л., РСНЭ-97. Дубна, Сб.докл, 408(1997).
- [7] Сивков В.Н., Некипелов С.В. Ширяева Л.Л, Петраков А.П. , Поверхность, №9, 101(2002).
- [8] Синайский В.М., Сиденко В.И., ПТЭ, №6, 5 (1974).
- [9] Блохин М.А., Физика рентгеновских лучей. Москва, 1957, 518стр.
- [10] Технология тонких пленок (Справочник) под ред. Л. Майссела, Р. Глэнка, Т.2. Москва, 1977, 768стр..
- [11] Сивков В.Н., Виноградов А.С., ФТТ, Т.25, №3, 897(1983).
- [12] Некипелов С.В., Сивков В.Н., ФТТ, Т.36. №9, 2769(1994).
- [13] Справочник химика, под. ред. Никольского Б.П., Т.2, Химия, М.-Л., 1965, 1168стр..

Н.В.Слободян, В.П.Кладько, В.Ф.Мачулин, А.Н.Ефанов, В.В.Стрельчук

Институт физики полупроводников им. В.Е.Лашкарева НАН Украины,03028 Киев, пр.Науки 45. Украина

При выращивании многослойной структуры обычно возникают разориентации в отдельных слоях [1]. Кристаллическая решетка такой структуры, состоящей из материалов с различными параметрами ячейки, может анизотропно искажаться [2], для минимизации энергии деформации в слоях.

На рис. 1 показаны экспериментальные и смоделированные КДО для азимутальных углов 90° и 270°. Как видно из рисунка, наличие разориентации подложки (~40 угл.мин.), приводит к изменению расстояния между сателлитными пиками для разных азимутальных углов. Следует отметить, что эта разориентация сохраняется и во всех выращенных слоях.



Рис.1. Экспериментальная (черная) и моделированная (серая и гладкая) КДО для азимутальных углов 90° (верхние кривые) и 270° (нижние кривые).

Как показал результат моделирования КДО от идеальной многослойной структуры (InGa)As/GaAs и от такой же структуры, но с наклоном оси роста одного из слоев периода в направлении перпендикулярном плоскости дифракции, чувствительности к деформации такого рода в геометрии $\omega/2\theta$ нет.

Исходя из вышеизложенных результатов, для решения данной проблемы, нами был разработан метод определения параметров несовершенства слоев сверхрешеточных структур, а именно анизотропию искажения решетки в процессе роста. Было предложено производить измерение серий КДО, изменяя при этом азимутальный угол.

Для расчета КДО был использован метод, основанный на моделировании многолучевой дифракции, предложенный в [3]. В данном подходе рассматриваются x, y, z – проекции векторов обратной решетки и всех 4*N волновых векторов (где N – количество точек обратного пространства принимающих участие в дифракции), благодаря чему достаточно просто реализовать азимутальное сканирование образца. Метод был модифицирован нами для многослойных структур и применен для анализируемых образцов (рис.3).



Рис.3 Распределение интенсивности КДО в зависимости от азимутального угла. а) без наклона оси роста; б) с наклоном оси роста одного из слоев.

Рис.3б наглядно демонстрирует изменение угла наклона вектора дифракции для структуры с разориентацией одного из слоев периода при азимутальном сканировании, который достаточно легко измерить.



Рис.4 Карта распределения интенсивности рефлекса 004 от 8-слойной структуры (InGa)As/GaAs в диапазоне углов по ω - 1.5°, по φ - 200°. а) эксперимент; б) теоретический расчет.

На рис.4 изображены экспериментальная и рассчитанная карты распределения интенсивности для многослойной структуры, имеющей общий угол разориентации всей структуры 0.7°.

[1] Strelchuk V.V., Kladko V.P., Efanov O.M., Semicond. Phys., Quantum Electronics & Optoelectronics, 8, 36 (2005).

[2] Yefanov O., Kladko V., Gudymenko O., Phys. Stat. Sol. A203, 154 (2006).

[3] Yu. P. Stetsko and S.-L. Chang, Acta. Cryst. A53, 28 (1997

ВЛИЯНИЕ ИНТЕРФЕРЕНЦИОННОГО ПОГЛОЩЕНИЯ НА ДИФРАКЦИОННОЕ ИЗОБРАЖЕНИЕ КРАЕВЫХ ДИСЛОКАЦИЙ

<u>И.А.Смирнова¹</u>, Э.В.Суворов¹, Е.В.Шулаков²

¹Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка, Московская область, Россия ²Институт проблем технологии микроэлектроники РАН, Черноголовка, Московская область, Россия e-mail: irina@issp.ac.ru

введение

Методы рентгеновской дифракционной микроскопии достаточно давно и успешно применяются лпя оценки структурного совершенства кристаллов большого объема и площади. Тем не менее, существует серьезная проблема, связанная с тем, что для большинства экспериментальных ситуаций возможен лишь анализ наблюдаемого качественный изображения дефектов.

В работе [1] были рассмотрены механизмы изображения образования дислокаций, расположенных в плоскости рассеяния перпендикулярно вектору дифракции. Было установлено, что при рассеянии рентгеновских лучей в ближнем поле дислокаций возникают оптические эффекты новые аналогичные внутреннему отражению от поверхностей раздела [2,3] и дифракционному волноводному эффекту [4,5], впервые наблюдавшихся для дефектов упаковки. Как отмечалось ранее, эти эффекты, аналогичны интерференционному сжатию рассеянной волны в кристаллах с **VЛЬТРАЗВУКОВЫМ** полем [6]. Нами было установлено, что они играют определяющую формировании дифракционного роль в изображения, связанного быстро С изменяющемся упругим полем вблизи ядра дислокации.

изображений Сопоставление разных ориентаций дислокации в треугольнике Бормана позволяет оценить роль различных эффектов, определяемых интерференцией волновых полей, образованных идеальной матрицей и локальной сильно искаженной областью кристалла [7, 8]. Однако, несмотря на то, что общая картина рассеяния понятна, остается открытым вопрос о роли поглощения образовании в дислокационного контраста.

Изображение идеального кристалла. Дифракционный контраст секшионных топограмм идеальных кристаллов формируется интерференционным взаимодействием линамических волновых полей и определяется только отношением толщины кристалла к экстинкционной глубине. При симметричной дифракции по Лауэ распределение интенсивности на выходной поверхности кристалла для точечного источника излучения описывается выражением [9,10]:

$$I(x) = \exp(-\mu t/\cos\theta) J_o^2[(\pi t/\tau_{\rm R})(1+i\delta)(1-\sigma^2)^{1/2}]$$
 (1)

Здесь *J*₀ - цилиндрическая функция Бесселя нулевого порядка, *µ* - линейный коэффициент поглощения, t - толщина кристалла, θ брэгговский $\tau_{\rm R} = \lambda \cos \theta / C |\chi_{Hr}|$ угол. действительная часть экстинкционной глубины т, С- поляризационный множитель, равный 1 и $|\cos 2\theta|$ для σ и π - поляризаций, соответственно, $\delta = \chi_{Hi}/\chi_{Hr}$, где χ_H комплексный *H*-коэффициент Фурье - разложения поляризуемости кристалла. Безразмерный параметр $\sigma = x/ttg\theta$ изменяется внутри палатки Бормана от -1 до 1. Для оценки степени нормального поглощения будем использовать параметр $P = \mu t / \cos \theta$, где μ – линейный коэффициент фотоэлектрического поглощения.

Из (1) видно, что фактор нормального поглощения exp(-P) определяет интенсивность интерференционной картины, но не влияет ни на характер распространения излучения в кристалле, ни на контраст топограмм. По виду Бесселевской функции аргумента можно оценить характер изменения режима рассеяния в зависимости от толщины кристалла: 1) $P < \pi/3 \varepsilon C$ – тонкий кристалл, 2) $P > 8\pi/3 \varepsilon C$ – толстый кристалл, параметр $\varepsilon = \chi_{hi} / \chi_{oi}$. Области 1 соответствует картина интерференции двух волновых мод, а в области 2 контраст определяется эффектами аномального рентгеновских прохождения лучей. Для отражения Si(220) и излучений Cu $K_{\alpha 1}$ и Mo $K_{\alpha 1}$ параметр $\varepsilon = 0.96$. Соответственно, для σ поляризации области тонкого и толстого кристалла определяются условиями: 1) Р <1.1, 2) P > 9. Видно, что интервал значений параметра P пропорционален величине $1/\varepsilon C$. Для слабых отражений область тонкого кристалла смещается к большим Р, И интерференционная картина маятниковых полос может наблюдаться при Р существенно большем 10. Промежуточная область характеризуется уменьшением контраста осцилляции и формированием в центре палатки распределения колоколообразного Бормана вила

Формирование изображения дефектов. Изображение дефектов в кристаллах высокого совершенства определяется двумя типами контраста: динамическим и кинематическим. Динамический контраст дефектов проявляется как картина интерференционных полос вокруг прямого изображения дефекта. Ha проекционных топограммах этот контраст будет

размываться, так как геометрия и структура этих полос зависит от положения дефекта в палатке Бормана. Динамические интерференционные полосы очень чувствительны к степени совершенства кристалла и определяются дальними полями напряжений, вызванных дефектами.

Кинематический (или экстинкционный) контраст связан со значительными вариациями межплоскостного расстояния и ориентации отражающих плоскостей вблизи ядра дефекта. Кинематическое изображение переносится на выходную поверхность образца вдоль направления дифрагированной волны. Фактически кинематическое изображение и является прямым изображением искаженной области. Оно привязано к локальной области образца и, соответственно, воспроизводится на топограммах сканирования.

ЧИСЛЕННОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ДИФРАКЦИОННОГО ИЗОБРАЖЕНИЯ

Для теоретического описания рентгеновского дифракционного изображения дислокации в кристаллах используется система дифференциальных уравнений Такаги-Топена [11,12]:

$$\begin{cases} \frac{\partial \psi_O}{\partial s_O} = -i\pi K C \chi_O \psi_O - i\pi K C \chi_{-H} e^{-i\varphi} \psi_H \\ \frac{\partial \psi_H}{\partial s_H} = -i\pi K C \chi_H e^{i\varphi} \psi_0 - i\pi K C \chi_O \psi_H \end{cases}$$
(2)

Здесь ψ_O и ψ_H - амплитуды прошедшей и дифрагированной волн, **К** – волновой вектор, **H** – вектор обратной решетки, s_o и s_h – единичные векторы, определяющие направления падающей и рассеянных волн, $\varphi(x,y,z)=2\pi(HU)$, где U(x,y,z)- функция смещений атомов из положения равновесия.

При решении задачи (2) для U(x,y,z) использовалось выражение, описывающее поле смещений от прямолинейной дислокации в изотропной бесконечной среде [13]. В данной работе краевая дислокация лежит в плоскости рассеяния и перпендикулярна поверхности кристалла. Рассматриваются две геометрии расположения дислокации:

Геометрия 1) Н || b :

$$\varphi = Hb\left\{-\arctan \frac{x}{y} + \frac{xy}{2(1-v)(x^2 + y^2)}\right\} + c$$

Геометрия 2) Н⊥b :

$$\varphi = Hb\left\{\frac{2\nu - 1}{4(1 - \nu)}\ln(x^2 + y^2) - \frac{y^2 - x^2}{4(1 - \nu)(x^2 + y^2)}\right\} + c$$

(координата у является свободным параметром, v - коэффициент Пуассона).

Следует отметить, что область ядра реальной дислокации не описывается данными

уравнениями и находится за пределами применимости уравнений Такаги, поэтому при моделировании дифракционной задачи учитывался размер ядра порядка десяти межатомных расстояний, согласно [13]. Фазовая функция смещений $\varphi(x,y,z)$ является осциллирующей вблизи ядра, за пределами этой локальной области она почти постоянна.

При расчетах изображений дислокации приведение системы (2) к уравнениям в конечных разностях осуществлялось неявным методом второго порядка точности. Граничные условия задавались, как было предложено в [14]. Степень почернения на изображениях была пропорциональна логарифму интенсивности дифрагированного излучения.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

эксперименты были выполнены Bce на микрофокусном источнике, размер фокуса составлял 30×30 мкм². Топограммы снимались на спектрометре A-4 фирмы Rigaku Denky. Положение кристалла в пучке рентгеновского излучения фиксировалось с точностью до10 мкм помоши специального концевого при микрометра. Это позволяло достаточно точно перемещать область кристалла с дислокацией внутри треугольника рассеяния. На рис.1 показана геометрия дифракции. Здесь Ко и Кн волновые вектора падающей и рассеянной волн, t – толщина кристалла. D – линия дислокации, дислокации (X_0, Y_0) _ координаты на поверхности образца. Ось У перпендикулярна плоскости рисунка, ось Z направлена вдоль [110]. S – входная щель, F – плоскость регистрации.



Рис. 1. а) схема дифракции; б) и в) розетки угловых разориентаций $\beta(x,y)$ для краевой дислокации. Линия дислокации [110], б) отражение Si(2-20), в) отражение Si(004).

рисунках 16 и 1в Ha показаны. рассчитанные по формуле, розетки локальных угловых разориентаций для двух ориентации краевой дислокации. Линейная шкала почернения представлена в угловых секундах. Полные размеры изображений равны 100×100 мкм². Для этих двух отражений были получены как секционные топограммы с дислокациями расположенными в разных участках треугольника рассеяния, так и проекционные топограммы.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

На рисунках 2 и 3 представлены наиболее характерные фрагменты секционных топограмм для различных ориентации дислокации в треугольнике рассеяния. Рис.2 - геометрия 1, Рис.3 - геометрия 2. Приведенные изображения дислокаций перекрывают широкий диапазон толщин и величин поглощения.

На всех топограммах можно выделить три характерные области, которые существенно отличаются по контрасту изображения. Первая область - центр изображения - соответствует ядру дислокации. Вторая – изображение, которое формируется ближним полем дислокации. Третье – слабоконтрастное изображение, соответствующее дальнему полю дефекта.

Рассмотрим более детально, что происходит с изображениями дислокации, расположенной вдоль вертикальной биссектрисы треугольника рассеяния.

В теоретическом случае прозрачного кристалла изображение дислокации собой яркий выброс представляет интенсивности. соответствующий ближнему дислокации. а его изображение полю симметрично относительно осей как X, так и Y. В дальнем поле деформации регистрируется картина маятниковых осцилляций.

Для тонкого кристалла (рис.2а) изображение центрального максимума и его окрестностей становится асимметричным [1,19]. Изображение дальнего поля деформации выражается искривлении картины в маятниковых интерференционных полос в приграничной области с изображением ближнего поля деформации. Обратим внимание, что в дальнем поле практически отсутствует амплитудный контраст дислокации. В то же время искривление интерференционных полос одного периода. Теоретические достигает оценки показывают, что интерференционный контраст при слабых искажениях кристаллической решетки чувствительнее амплитудного в t/r раз. В рассматриваемом случае это отношение равно 12.

При дальнейшем увеличении поглощения, во-первых, исчезают маятниковые полосы. Вовторых, на изображениях дислокаций на рис. 26 и 2в Центральный пик расщепляется и смещается в сторону y<0, а со стороны отрицательных значений у формируется минимум интенсивности. Изображение ближнего поля деформации приобретает вид трех конечной звезды. Видимые размеры ближнего поля дефекта на рис. 2a равны 32 мкм; 26 - 50 мкм; 2e - 80 мкм.

При смещении дислокации из центра треугольника рассеяния изображение изменяет свой вид. В ближнем поле дислокации формируются новая интерференционная картина полос.

При изменении длины волны излучения с $MoK_{\alpha l}$ на $CuK_{\alpha l}$ мы переходим в область толстого кристалла, в которой эффект Бормана является явно выраженным. Как видно из сравнения рис. 2δ , 2∂ и 2ϵ , 2e топографический контраст во втором случае существенно выше.

Следует подчеркнуть, что полученные секционные изображения дислокаций не передают вид розетки угловых разориентаций, которая симметрична относительно лишней полуплоскости, в то время как в методах аномального прохождения рентгеновского излучения изображение дислокаций практически соответствует розетке локальных угловых разориентаций кристалла [15, 16].



Рис. 2. Фрагменты секционных топограмм. Геометрия 1: а), г) - излучение $MoK_{\alpha l}$, Si(004), t=450 мкм; б), д) - $MoK_{\alpha l}$, Si(220), t=1810 мкм; e), e) - $CuK_{\alpha l}$, Si(220), t=1810 мкм.

На рис.3 представлены характерные изображений фрагменты секционных дислокаций расположенных в плоскости рассеяния перпендикулярно вектору дифракции (геометрия 2). Видно, что на топограммах выделить сильно контрастные можно изображения, соответствующее ближнему полю деформации, а также слабо контрастное изображение – дальнее поле. Для этой геометрии, розетка угловых разориентаций

симметрична относительно оси X и асимметрична относительно оси Y. Полученные

секционные изображения дислокаций не передают вид розетки угловых разориентаций.



Рис. 3. Фрагменты секционных топограмм Si(400). Геометрия 2, t=1810мкм. Излучение: a), б), в) - MoK_{al}; г), д), е) - CuK_{al}

Теоретические расчеты особенностей формирования контраста секшионных топограмм проводились методом численного решения уравнений Такаги [12,13]. Были рассмотрены различные ситуации расположения дислокаций в треугольнике рассеяния для разных толщин кристаллов и величины поглощения. На рис.4. приведены наиболее характерные рассчитанные изображения дислокаций для случая, когда ось дислокации вдоль биссектрисы располагается точно треугольника рассеяния. Моделирование дифракционных изображений согласуются с экспериментальными топограммами.



Рис. 4. Моделирование: а) рис.2в и б) рис.3д, σ -поляризация.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В работе рассмотрены механизмы образования изображения дислокаций расположенных В плоскости рассеяния перпендикулярно вектору дифракции. На основании анализа экспериментальных И расчетных изображений приведенных в работе сделаны следующие выводы:

1. Съемка рентгеновских секционных топограмм тонких кристаллов позволяет более чем на порядок повысить чувствительность метода к слабым искажениям решетки.

2. Наблюдаемое на секционных топограммах изображение дислокаций асимметрично относительно оси X (геометрия 1); оси Y (геометрия 2). Вид асимметрии позволяет определять знак поля искажений и по виду изображения определить, знак вектора Бюргерса.

3. Дифракционное изображение дислокаций на

секционных топограммах не передает вид розетки локальных угловых разориентаций.

Работа поддержана грантами РФФИ № 06-02-11653 и № 06-02-17406.

[1] Суворов Э.В., Смирнова И.А., Шулаков Е.В. Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтр. исслед. 2004. № 9. с. 64-68. [2] Шулаков Е.В., Смирнова И.А., Суворов Э.В. Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтр. исслед. 1996. №7. с. 32-43. [3] Шулаков Е.В., Смирнова И.А., Суворов Э.В. Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтр. исслед. 2002. №1. с.101-106. [4] Инденбом В.Л., Чуховский Ф.Н. Кристаллография. 1974. Т. 19, № 1. с. 35-41. [5] Инденбом В.Л., Слободецкий И.Ш. Кристаллография. 1974. Т. 19. № 1. с. 42-53. [6] Смирнова И.А., Шулаков Е.В., Суворов Э.В., Алежко-Ожевский О.П. Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтр. исслед. 2000. №1. с. 99-104. [7] Authier A. Dynamical Theory of X-Ray Diffraction. Oxford Science Publications, 2001 [8] Суворов Э.В., Шульпина И.Л. Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтр. исслед. 2001. № 7. с. 3-22. [9] Kato N. // Acta Cryst. 1961. V. A14. P. 526, P. 627. [10] Пинскер З.Г. Рентгеновская кристаллооптика. М.: Наука, 1982. [11] Takagi S. J. Phys.Soc.Japan, 1969. V.26. № 5. P.1239-1253.

[12] Toupin D. // Acta Cryst. 1967. V. 23. № 1. P. 25.

[13] Дж. Хирт, И. Лоте. Теория дислокаций, М., изд-во "Атомиздат", 598 (1972)

[14] Epelboin Y., Riglet P. Phys. Stat. Sol.(a). 1979. V.54. №2. P.547-556.

[15] Инденбом В.Л., Чуховский Ф.Н. // УФН. 1972. Т.107, № 2, С. 229.

[16] Альшиц В.И., Инденбом В.Л., Русакова И.А. Кристаллография, 1977. Т. 22, № 6, с. 1157.

ОСОБЕННОСТИ ДИФРАКЦИИ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ НА ЛОКАЛИЗОВАННЫХ ПРОСТРАНСТВЕННО НЕОДНОРОДНЫХ ДЕФОРМАЦИЯХ В СХЕМАХ СЕКЦИОННОЙ ТОПОГРАФИИ

И.А.Смирнова¹, <u>Э.В.Суворов</u>¹, Е.В.Шулаков²

¹ Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка, Московская область, Россия ² Институт проблем технологии микроэлектроники РАН, Черноголовка, Московская область, Россия E-mail: <u>suvorov@issp.ac.ru</u>

Для идентификации и изучения дефектов в твердых телах широкое распространение получили различные методы рентгеновской трансмиссионной топографии, которые обладают высокой разрешающей способностью и позволяют исследовать значительный объем кристалла. Тем не менее, существует серьезная проблема, связанная с тем, что для большинства экспериментальных ситуаций возможен лишь качественный анализ наблюдаемого изображения дефектов. Проекционные топограммы, практически позволяют не проводить количественный анализ, так как в них регистрируется только кинематическое изображение сильно искаженной области дефекта. Количественный анализ удается сделать лишь для наиболее простых случаев секционных топограмм. Наиболее полно экспериментально изучен контраст дислокаций. Однако и в этом случае доступны для количественного анализа только наиболее простые случаи.

Дислокационные линии в монокристаллах обычно имеют весьма причудливую форму и ориентацию в пространстве кристалла, поэтому анализ характера контраста таких дислокаций в общем случае является сложной задачей. Обычно удается достаточно полно решить задачу лишь для специальных особых положений дислокаций, когда линия дислокации, во-первых, прямолинейна и, во-вторых, направлена по одному из выделенных в кристалле направлений. ориентациями являются Такими вектор дифракции, нормаль к плоскости рассеяния и, наконец, направление перпендикулярное первым двум. Для проведения анализа и моделирования любое общее пространственное расположение дефекта целесообразно разбить на маленькие приблизительно прямолинейные участки и далее эти участки разложить на три составляющие, вдоль отмеченных выше направлений, и решать три соответствующие задачи. Поэтому для того разобраться, как же происходит чтобы образование изображения, необходимо получить экспериментальные изображения дислокаций для этих особых положений, построить для них соответствующие модели рассеяния.

Сопоставление изображений разных ориентаций дислокаций в треугольнике Бормана позволяет оценить роль различных эффектов, определяемых интерференцией старого и вновь образованного в сильно искаженной области кристалла волновых полей [1, 2].

К настоящему времени накоплен обширный материал фактический по изучению разнообразных дефектов в кристаллах рентген топографическими методами [3]. Получен громалный экспериментальный материал по изображению дислокации, дефектов упаковки, доменных границ, межфазных границ, и пр. Однако исследования дифракционного контраста дислокаций было сосредоточено на изучении ростовых дислокации сложной геометрии, что ограничивало существенно возможности использования этих экспериментов лля формирования теории изображения. Кроме того, в таких экспериментах не представлялось возможным перемещать дефект в плоскости рассеяния для изучения реакции волнового поля на возмущение связанное с дефектом.

Ниже приведены результаты экспериментального исследования трех типов ориентаций дислокаций а)-ось дислокации перпендикулярна плоскости рассеяния, б)-ось дислокации лежит в плоскости рассеяния перпендикулярно вектору дифракции и в)-ось дислокации параллельна вектору дифракции.

Для введения в кристалл желаемого типа дислокаций применялась методика, описанная в [4,5]. Исходные бездислокационные образцы подвергались четырех опорному изгибу вокруг оси <112>. Источниками дислокаций служили либо специально нанесенная индентором вдоль длинного ребра <110> призмы царапина, либо (при больших нагрузках) внутренние концентраторы напряжений. Условия деформации, способ нанесения царапины, постоянная нагрузка на образец 2-10 кГ/мм², температура 500-600°С и время деформирования - подбирались таким образом, чтобы в кристалле преимущественно возникали единичные дислокационные полупетли. Размер полупетель и глубину залегания дислокаций, можно оценить, зная динамические характеристики дислокация в используемых кристаллах [4].

Для численного моделирования и анализа рентгеновского дифракционного изображения дислокаций в кристаллах использовалась система дифференциальных уравнений Такаги [6]: 239

$$\begin{cases} \frac{\partial \psi_0}{\partial s_0} = -i\pi KC \chi_{-H} \psi_H \\ \frac{\partial \psi_H}{\partial s_H} = -i\pi KC \chi_H \psi_0 + i2\pi K \beta_H \psi_H \end{cases}$$
(3)

Здесь ψ_0 и ψ_H - амплитуды прошедшей и дифрагированной волн, К – волновой вектор, Н – вектор обратной решетки, χ_H - коэффициенты поляризуемости кристалла, s_o и s_H – направления падающей И рассеянных волн, поляризационный фактор. Функция β_{H} характеризует локальную разориентацию отражающих плоскостей и связана с полем смещений внутри кристалла U(x, y, z)соотношением $\beta_{_{H}} = -\frac{1}{K} \frac{\partial}{\partial s_{_{H}}}$ (HU) При решении задачи (3) для U(x, y, z) использовалось выражение, описывающее поле смещений от прямолинейной дислокации в изотропной бесконечной среде [7]:

$$\mathbf{U}(x, y, z) = \frac{1}{4\pi} \left[-\Omega \mathbf{b} - \frac{1 - 2\nu}{1 - \nu} \left[\mathbf{\phi} \times \mathbf{b} \right] \ln \rho + \frac{1}{1 - \nu} \frac{\left[\mathbf{\phi} \times \mathbf{b} \right] \rho}{\rho^2} \mathbf{c} \right]$$
(4)

Здесь Ω - телесный угол, под которым из точки положительная R(x,y,z)видна сторона полуплоскости, границей которой является единичный дислокация; τ вектор, определяющий ориентацию дислокации; b вектор Бюргерса; v - коэффициент Пуассона. Граничные условия выбирались, как было предложено в [8]. Степень почернения на пропорционально изображениях задавалась логарифму интенсивности дифрагированного излучения.

а) - ось дислокации перпендикулярна плоскости рассеяния. Рассмотрим Лауэвское рентгеновского излучения рассеяние на кристаллической пластинке толщиной *t* в геометрии на прохождение. Отражающие плоскости перпендикулярны вхолной поверхности образца. Выберем начало координат ХҮД в точке О на входной поверхности, в которой точно выполняется условие Вульфа-Брэгга. Пусть ось Х лежит в плоскости рассеяния и направлена вдоль вектора Н, ось Z направлена вглубь кристалла, а ось У перпендикулярна плоскости рисунка 1. Будем считать, что плоскость наблюдения лежит в области геометрического изображения.



На рис.2 представлены экспериментальные топограммы при разных положениях дислокации в палатке Бормана. Первый фрагмент – идеальный кристалл, на втором фрагменте дислокация находится в левой части палатки Бормана, на третьем – дислокация в правой части палатки вблизи падающего пучка.



Рис.2. Фрагменты экспериментальных топограмм Si(224). Неполяризованное излучение MoK_{al}, толщина кристалла 730 мкм, а) - идеальный кристалл, б) ч в) – дислокация на глубине 565 мкм. Ширина каждого изображения 480 мкм. Ширина входной щели 12 мкм.

На рис.3 представлены результаты численного моделирования изображений дислокации. Видно, что расчетные топограммы соответствуют экспериментальным. Глубина залегания дислокации и ее положение вдоль оси X в палатке Бормана определялась ИЗ сопоставления теоретических И экспериментальных топограмм.



Рис. 3. Моделирование фрагментов экспериментальных топограмм, представленных на рис. 2. Si(224), неполяризованное излучение MoK_{α_l} , a) - идеальный кристалл, б) - дислокация расположена в точке (98;565) мкм, в) - в точке (-90;565) мкм. Коэффициент контрастности изображений у: a) - 0.8, b) - 0.76, c) - 0.89.

При моделировании топограмм было учтено, в экспериментальной что схеме использовался протяженный источник излучения, размеры которого определялись шириной входной щели. Поэтому, лпя соответствия условиям съемки, рассчитанное изображение сворачивалось с функцией пропускания входной щели. На рисунке 4 показано рассчитанные на ЭВМ по уравнениям Такаги распределение волнового поля в треугольнике рассеяния для трех положений дислокации в плоскости рассеяния. Ha представленных рисунках хорошо видно, что

сильно искаженная область дислокации вблизи ядра возмущает волновое поле в треугольнике рассеянии. Причем чем ближе дислокация подходит к направлению первичного пучка, тем сильнее это возмущение. В крайней точке рис.4в, когда ось дислокации пересекает край треугольника рассеяния, возникает яркий прожектор прямого изображения. Это связано со структурой волнового поля падающей волны в треугольнике рассеяния.



Рис.4. Распределение интенсивности дифрагированной волны в объеме кристалла. Si(224), t = 730 мкм, излучение MoK_{al}. Линия дислокации расположена вдоль оси **Y** и имеет координаты (-57; 450) мкм на рис. 3a; (57; 450) мкм - на рис. 3б и (152, 450) мкм (край палатки Бормана) - на рис 3в.



б) - ось дислокации лежит в плоскости рассеяния перпендикулярно вектору дифракции. Геометрия съемки представлена на схеме рис.5. Рассмотрим два случая расположения дислокаций в плоскости рассеяния D₁ и D₂.

На рис. 6 приведены наиболее характерные экспериментальные секционные лве топограммы, на которых хорошо видны детали дифракционного изображения дислокации перпендикулярной входной поверхности кристалла. Анализ полученных топограмм показывает, что изображение дислокаций в этой геометрии очень напоминает случай дифракции в ограниченном кристалле [9, 10]. По мере перемещения оси дислокации внутрь треугольника рассеяния область прямого изображения перемещается по основанию треугольника рассеяния от правого края (Рис.5, конец вектора К₀) через середину треугольника рассеяния в его левую часть (к концу вектора К_н). При этом яркость изображения постепенно уменьшается. На рис.6а видна яркая полоска, перпендикулярно пересекающая интерференционные полосы. Это прямое изображения дислокации формирующееся в области дислокации пересечения оси С падающим пучком и проектируется на выходную поверхность вдоль направления дифрагированного пучка. Его размеры определяются основанием треугольника образованного осью дислокации и направлением дифрагировнного Это изображение луча. неоднородно по длине.

По мере приближения к оси треугольника рассеяния возникает яркое изображение в центре его основания. Когда ось дислокации проходит вдоль вертикальной биссектрисы треугольника рассеяния возникает изображение точно в середине основания треугольника рассеяния. Особенно хорошо наблюдается это изображение на рис.6б, где прямое изображение уже практически отсутствует. Наряду с этими яркими леталями изображения на снимках хорошо прослеживаются светлые области геометрической тени справа слева И ОТ лислокации.

По существу здесь наблюдаются два интересных интерференционных эффекта – эффект отражения и эффект каналирования в сильно искаженной области дефекта. Эти интерференционные эффекты, по-видимому, аналогичны наблюдавшимся ранее в работах [11-12].



Рис. 6. а) и б) – секционные топограммы, полученные для случаев расположения дислокаций D₁ и D₂. Толщина кристалла t=450 мкм, излучение МоК_а отражение (004). Ширина 246мкм; в) изображения _ и г) соответствующие секционные топограммы рассчитанные на ЭВМ, д), е) – распределения амплитуды волновых полей в треугольнике рассеяния для случаев, приведенных выше.

в) - ось дислокации - параллельна вектору дифракции. На рисунке 7 показана геометрия эксперимента. Ось дислокации здесь пересекает весь треугольник рассеяния вдоль вектора дифракции и, следовательно, все точки дефекта лежащие в треугольнике рассеяния будут



вносить вклад в изображение дефекта. Взаимодействие

волнового поля c сильно искаженной областью вблизи оси дефекта приводит, как было показано в работах [14-16], к эффектам отражения волнового поля

аналогично тому, как это происходит на границе раздела кристалл-вакуум. Поэтому каждая точка D на оси дефекта становится источником рассеянных волн, т.е. в каждой точке на оси дислокации образуется новый треугольник рассеяния, и на выходной поверхности кристалла будет формироваться сложное изображение дефекта являющееся суперпозицией всех рассеянных волн от каждой точки дислокации внутри треугольника рассеяния. На рис.8 приведены секционная топограмма, соответствующая ЭВМ рассчитанная на секционная топограмма И рассчитанное распределение волнового поля внутри треугольника рассеяния.



Рис. 8 (а) - Фрагмент секционной топограммы Si(220) винтовой дислокации параллельной поверхности кристалла и вектору обратной решетки, излучение MoK_{al}, t=1090мкм, μt=1.62, винтовая дислокация расположена на глубине 620 мкм; (б) моделирование дифракционного эксперимента приведенного на рис.8а; (в) - распределение интенсивности дифрагированной волны в объеме кристалла, σ- поляризация.

Для объяснения наблюдаемого изображения можно ближнее поле дислокации в этом случае приближенно рассматривать как полоски двух близко расположенных дефектов упаковки с вектором сдвига $\mathbf{U} = \pm \mathbf{b}/2$, где \mathbf{b} – вектор Бюргерса [12]. В этом случае вновь образующееся волновое поле под дислокацией будет очевидно аналагочно полю возникающему в известном случае дефекта упаковки [17, 3]. Это значит, что изображение ближнего поля дислокации будет состоять из двух частей динамической осциллирующей тени образующейся расходящимся конусом лучей под дислокацией и фокусировке лучей нового волнового поля формируемого сходящимся пучком траекторий [18].

Рассмотренные примеры показывают, что сильно искаженная область дислокации, т.е. область вблизи ее ядра проявляется как область возмущения рентгеновского волнового поля распространяющегося в кристалле. Каждая такая точка является источником распространения нового волнового поля в виде нового треугольника рассеяния.

Работа поддержана РФФИ РАН, грант № 06-02-116536-а.

[1] Tanner B.K., Phil M.A. // X-ray Topography,.

New-Jork: Pergamon Press (1966)

[2] Суворов Э.В., Шульпина И.Л. //

Поверхность. Рентген., синхр. и нейтр. исслед. 7, 3, (2001)

[3] Authier A.//Dynamical Theory of X-Ray

Diffraction. Oxford Science Publications (2001)

[4] Никитенко В.И., Ерофеев В.Н., Надгорная

Н.М. // Сб. Динамика дислокаций. Физ.-техн.

институт низких температур АН УССР, Харьков (1968)

[5] Ерофеев В.Н., Никитенко В.И., Половинкина В.И., Суворов. Э.В. // Кристаллография. **16**, 1, 190 (1971)

[6] Takagi S. // J. Phys.Soc.Japan, 26, 5, 1239 (1969)

[7] R.de Wit // Phys.Stat.Sol, 20, 567, (1967)

[8] Epelboin Y., Riglet P. // Phys. Stat. Sol.(a), 54, 2, 547 (1979)

[9] Шулаков Е.В., Смирнова И.А., Суворов Э.В.

// Поверхность. Рентген., синхр. и нейтр. исслед. 7, 32 (1996)

[10] Шулаков Е.В., Смирнова И.А., Суворов Э.В. // Поверхность. Рентген., синхр. и нейтр. Исслед. 1, 100 (2002)

[11] Смирнова И.А., Шулаков Е.В., Суворов

Э.В., Алежко-Ожевский О.П. // Поверхность.

Рентген., синхр. и нейтр. исслед. 1, 99 (2000)

[12] Инденбом В.Л., Чуховский Ф.Н.,

Сдободецкий И.Ш. // Кристаллография **19**, I, 35; 42 (1974)

[13] Смирнова И.А., Шулаков Е.В., Суворов Э.В. // Поверхность. Рентген., синхр. и нейтр. исслед., 7, 32 (1996)

[14] Kovalchuk M.V., Suvorov E.V., Aleshko-Ozhevskii

O.P., Pisarevskii Yu.V., Nosik V.L., Smirnova L.A., Solomko M.A. // Nuclear Instruments and Methods in Phusics Research A **405**, 449 (1998)

[15] И.А.Смирнова, Е.В.Шулаков, Э.В.Суворов,

О.П.Алешко-Ожевский // Поверхность,

Рентген., синхр. и нейтр. исслед., 1, 99 (2000) [16] Смирнова И.А., Шулаков Е.В., Суворов

Э.В.// Поверхность, 1, 101, (2002)

[17] Kato N., Usami K., Katagawa N. // Advances in X-ray Analysis 10, 46 (1967)

[18] Инденбом В.Л., Слободецкий И.Ш., Труни К.Г. // ЖЭТФ **66**, 3, 1110 (1974)

СТРУКТУРНЫЕ ПАРАМЕТРЫ И КАЧЕСТВО МНОГОМЕЗОВЫХ КРЕМНИЕВЫХ ЛАВИНОПРОЛЕТНЫХ ДИОДОВ МИЛЛИМЕТРОВОГО ДИАПАЗОНА

А.С. Ташилов, М.Н Барашев., А.А. Багов, А.А. Дышеков, Ю.П. Хапачев

Кабардино-Балкарский государственный университет, г. Нальчик, ул. Чернышевского, 173 rsa@kbsu.ru

При изготовлении целого ряда СВЧ приборов и лавинно-пролетных диодов, в частности, к качеству кремния, предъявляются достаточно жесткие требования: необходимы бездислокационные монокристаллы больших размеров с равномерным распределением легирующих примесей и собственных точечных дефектов. К эпитаксиальным пленкам предъявляются еще и свои, специфические требования. Так одним из необходимых условий является заданное значение градиента деформации пленки в приповерхностном слое и глубина изменения деформации.

Контроль качества таких структур с заданными физическими свойствами осуществляется различными способами, однако рентгеновская дифрактометрия является пока одним из наиболее экспрессных и эффективных неразрушающих методов определения параметров реальной структуры.

Сущность использованного РД метода [1, 2] заключается в том, что КДО от двухслойной гетероструктуры с сильно размытой гетерограницей (слабый градиент деформации) должна содержать достаточно интенсивные интерференционные максимумы, расположенные между пиками пленки и подложки. Таким образом, форма КДО от такой гетеросистемы становится сложной и резко асимметричной по интенсивности. Все это, конечно, относится к пленке постоянного состава, но с переходной областью на гетерогранице.

Для пленки переменного состава должны выполняться следующие условия. Толщина переходной области *d* должна быть много меньше толщина пленки *h* (*d* << *h*). Поскольку амплитуда деформации $\Delta \varepsilon \cong \varepsilon$, то градиент деформации в пленке $\Delta \varepsilon/h$, как правило, меньше градиента деформации в переходной области, то есть должно выполняться соотношение $\Delta \varepsilon/h << \varepsilon/d$. Особенности КДО от такой системы будут определяться, в основном, градиентом деформации в пленке, а не градиентом деформации в переходной области.

Теоретический анализ КДО [1, 2] в приближении постоянного градиента деформации показывает, что она будет представлять собой резко асимметричную по интенсивности кривую. Причем, интерференционные максимумы будут расположены преимущественно с одной стороны от РД пика пленки и монотонно убывать по интенсивности. Угловое положение РД пика пленки относительно РД пика подложки зависит теперь не только от среднего значения деформации в пленке, но и от градиента деформации в ней. Поэтому для гетероструктуры с градиентом деформации в пленке определение НПР и напряжений по деформации, вычисленной непосредственно из углового расстояния между пиками пленки и подложки, оказывается уже не корректным.

Следовательно, предыдущие рассуждения приводят нас к выводу, что для пленок с неоднородным изменением состава необходимо определять значение градиента деформации, амплитуды деформации $\Delta \varepsilon$, среднее значение деформации и уже потом вычислять по соответствующим формулам НПР и напряжения. Для нахождения указанных характеристик необходимо решать задачу рентгеновской дифракции с конкретной функциональной зависимостью от координаты *z* компоненты тензора деформации $\varepsilon_{zz}(z)$, что и было сделано в [1].Следуя этой работе были определены градиент деформации, величина $\Delta \varepsilon$ и толщину пленки *h* для ряда образцов.

Исследованные образцы представляли собой кремниевые диски толщиной 350 мкм с ориентацией (111) с автоэпитаксиальной пленкой кремния (с различными толщинами, от 0,1 мкм до 3,5 мкм), в которую на разные глубины проводилась диффузия бора, концентрация которого в поверхностном слое не превышала 4. 10¹⁹ см⁻².

Кривые качания от исследуемых образцов различных партий были получены на двухкристальном спектрометре в геометрии Брэгга.

Для изучения кремниевых структур в качестве монохроматора использована пластина кремния с ориентацией (111), рефлекс (444) МоК α_1 излучения. Для лучшего разрешения пиков на КДО для образцов третьей партии выбирались рефлексы с большими индексами Миллера, соответствующие малым межплоскостным расстояниям: (444), (555), (551),(533) и (733). Размеры рентгеновского пучка на поверхности образцов не превышали 0,5 мм в плоскости дифракции и 1,0 мм в вертикальной плоскости.

В таблице1 по результатам РД эксперимента приведены для автоэпитаксиальных пленок кремния с диффузией бора рассчитанные значения величин $\Delta \varepsilon/h$, ε_0 и *h*. Расчет подтверждается также и тем, что толщины диффузионных слоев для этих образцов, полученные по методу шаршлифа, совпадают по порядку величины с данными, приведенными в таблице.

В этой же таблице 1 приведены результаты по проценту выхода годных 8-структурных ЛПД p^+nn^+ и p^+pnn^+ типа с разными значениями $\Delta\epsilon/h$, ϵ_0 и *h* на операциях сборка и электротермотренировка. Образцы с большими значениями деформации в p^+ слое дают меньший процент выхода на операции сборка. Образцы с большим значением градиента деформации дают меньший процент выхода годных на операции электротермотренировка. Таким образом, использованный РД метод показал корреляцию между величиной деформации и ее градиентом и процентом выхода годных приборов.

Использованная методика РД анализа позволила в итоге с одной стороны, скорректировать конструктивные размеры монтируемых при сборке прибора кристаллов, с другой стороны привела к определенным технологическим требованиям к классу поверхности теплоотвода. В итоге удалось осуществить характеристики многомезовых ЛПД миллиметрового диапазона, приведенные в [3] при большей надежности работы приборов и большем их проценте выхода.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ 05-02-16137.

					Таблица 1
Образцы	$\Delta \varepsilon/h$,	$\epsilon_0, 10^{-4}$	<i>h</i> ,	Процент выхода	
№ партии	10-4	• /	МКМ	годных приборов.	
-	мкм ⁻¹				
				После	После
				сборки	испытаний
1	-33,9	-12,0	0,35	48	23
p^+nn^+	-34,4	-11,9	0,35	50	18
2	-26,13	-14,4	0,55	34	60
p^+nn^+	-25,9	-14,0	0,54	36	57
3	-65,2	-9,78	0,15	73	23
p ⁺ pnn ⁺	-96,4	-9,б4	0,10	74	20

[1] Лидер В.В., Чуховский Ф.Н., Хапачев Ю.П., Барашев М.Н. ФТТ, **31**, вып. 4, с.74-81 (1989).

[2] Барашев М.Н. Рентгенодифракционное исследование приповерхностных слоев кремния и гетероструктур А^{III}В^V с градиентом деформации. Диссертация кандидата технических наук. Нальчик, КБГУ. 117 с. (2002).

[3] Шухостанов А.К., Ташилов А.С. Электронная промышленность, вып.6, с.53-56 (1992).

ИЗУЧЕНИЕ ДЕФЕКТОВ СТРУКТУРЫ МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВОВ Bi+Sb МЕТОДОМ ДВУХКРИСТАЛЬНОЙ ТОПОГРАФИИ В ГЕОМЕТРИИ БРЭГГА

Ю.В. Тимофеева, Л.Н. Данильчук, А.О. Окунев, В.Г. Анисимов, В.А. Ткаль

Новгородский государственный университет им. Ярослава Мудрого, Великий Новгород, Россия E-mail: <u>dln@novsu.ac.ru</u>

Введение

Висмут, как известно, расположен в пятой группе таблицы Менделеева и имеет кристаллическую решётку типа сурьмы (сурьма, висмут, мышьяк). По структуре он относится к ромбоэдрической или тригональной сингонии, очень близкой к кубической гранецентрированной (рис. 1).



Рис. 1. Кристаллическая структура висмута.

В электрическом отношении висмут является полуметаллом с малым перекрытием валентной зоны и зоны проводимости. При легировании висмута сурьмой происходит изменение зонной структуры, характерной для висмута [1,2]. На сегодняшний день надёжно установлено, что при концентрациях сурьмы более 8 ат. % перекрытие валентной зоны и зоны проводимости исчезает и полуметалл превращается в полупроводник [3,4].

Легирование монокристаллических сплавов (Bi+Sb) примесями в малых дозах (менее 0,5 ат. %) из четвёртой (Sn, Pb) или шестой (Se, Te) групп таблицы Менделеева придаёт сплавам электропроводность, соответственно, акцепторного и донорного типов.

Таким образом, варьируя концентрацию сурьмы и легирующих добавок, можно на основе висмута получить целое семейство

полупроводниковых монокристаллов для различных областей науки и техники [5]. <u>Методика эксперимента</u>

Исследованные монокристаллы нами (Bi+Sb) были выращены А.А. Заблоцким в ЛГПИ им. А.И. Герцена под руководством профессора Г.А. Иванова. Использовался метод зонной перекристаллизации (Bi+Sb) в лодочках с монокристаллическими затравками [6]. Выращенные монокристаллы содержали до 20 ат. % сурьмы и имели плотность дислокаций (по данным селективного травления) $N_D \le 10^5 \text{ см}^{-2}$. Образцы для исследований получали путём расщепления охлаждённого в жидком азоте монокристалла на тонкие пластинки по плоскости спайности (111) (Здесь и в дальнейшем обозначения используются плоскостей И направлений псевдокубической системы.)

Для обнаружения и исследования дефектов структуры монокристаллов (Bi+Sb) был применён неразрушающий прямой И метод рентгеновской двухкристальной топографии (ДКТ) в геометрии Брэгга [7]. Выбор данного метода исследований был обусловлен тем, что метод рентгеновской топографии на основе эффекта Бормана (РТБ), успешно применённый недавно [8] для исследования монокристаллов (Bi+Sb), выращенных в трубках, мало пригоден для исследования монокристаллов, выращенных в лодочках. Эти кристаллы имеют на 2-3 порядка большую плотность ростовых дефектов и значительные внутренние напряжения, приводящие иногда к полному исчезновению эффекта Бормана. Схема метода ДКТ приведена на рис. 2.

Для съёмок использовалось монохроматическое СиКа₁-излучение

 $(\lambda = 1,54050 \text{ A})$ от трубки БСВ-6 с линейчатым фокусом, установленной в дифрактометре УРС-50ИМ. В качестве монохроматора применялась химически полированная пластинка бездислокационного германия с поверхностью (111), укреплённая на конце трубчатого коллиматора. Использовалось отражение 444. В качестве рентгеновской камеры использовался теодолит типа TT-4. Столик с образцом закреплялся в гнезде теодолита, из которого была удалена оптическая система.



Рис. 2. Схема метода двухкристальной топографии в геометрии Брэгга: F – линейчатый фокус трубки; T – трубчатый коллиматор; M – кристалл-монохроматор; K – исследуемый кристалл; Φ – фотопластинка; C – счётчик рентгеновских квантов.

Геометрическое разрешение в антибрэгговском направлении в установке, показанной на рис. 2, оценивалось по формуле $R_a = \frac{F \cdot L_2}{L_1}$, где F - размеры фокуса (2,5×0,2 мм): L_b = расстоящие истоицик образен: L_b

мм); L_1 – расстояние источник-образец; L_2 – расстояние образец-фотопластинка.

В нашем эксперименте $F \approx 0,2$ мм, $L_1 = 300$ мм, $L_2 = 5$ мм. Расчётное геометрическое разрешение $R_a = 3,5$ мкм. Для реализации такого разрешения необходимо использовать тонкослойные ядерные фотопластинки (10÷15 мкм) с эмульсией МК, имеющей разрешение $\sim 300 \frac{\text{линий}}{\text{мм}}$. Топограммы от образца были получены при использовании отражения 444 от плоскости спайности (111).

Контраст дефектов в методе ДКТ

Полный расчёт рентгенотопографического изображения дефекта кристаллической решётки можно выполнить путём численного решения уравнений Такаги [10]. Впервые такой расчёт для двухкристальной схемы в геометрии Брэгга (на отражение) был сделан в работе [11]. Однако, до настоящего времени атлас расчётных изображений основных типов дефектов, наблюдаемых методом ДКТ, по целому ряду причин не создан.

В случае дислокаций качественный и даже количественный анализ может быть проведён на основе простой геометрической теории, предложенной Бонзе [7] и уточнённой в [12].

Обычно во время экспозиции образец закрепляется в положении, соответствующем точке на середине одной из двух ветвей кривой качания. Тогда контраст интенсивности от дефекта будет равен:

$$\frac{\Delta I}{I} = K \left(tg \,\theta_{Ep} \,\frac{\Delta d}{d} + \Delta \theta_{Ep} \,\right) = K \cdot R_{hkl} \,,$$

где K – наклон кривой качания на половине её высоты; $\frac{\Delta d}{d}$ - относительное локальное изменение межплоскостного расстояния отражающих плоскостей; $\Delta \theta_{5p}$ - изгиб отражающих плоскостей; R_{hkl} - эффективное или комбинированное искажение.

Так как имеются две ветви кривой качания, то одна и та же деформация может вызывать как возрастание, так и уменьшение интенсивности отражённого луча.

Если рабочая точка находится на левом склоне кривой качания (т.е. наклон кривой качания положителен), то положительная дилатация приведёт к увеличению интенсивности. Если рабочая точка находится на правом склоне кривой качания, то положительная дилатация уменьшит интенсивность отражённого луча. Если рабочая точка находится на вершине кривой качания, то дефект будет уменьшать интенсивность независимо от знака дилатации или разориентации.

Результаты эксперимента и их обсуждение

На рис. З приведена рентгеновская топограмма монокристалла Bi₈₇Sb₁₃, полученная методом ДКТ в геометрии Брэгга. Из топограммы видно, что образец содержит мощное макрополе упругих напряжений (1), ступеньки скола (2), сегрегационные полосы роста (3), дислокации (4), простые и сложные дефекты упаковки (5), многочисленные выделения (6), по-видимому, сурьмы, и ряд других неидентифицированных дефектов.

Ряд дислокаций, зафиксированных на топограмме, остаются прямолинейными на протяжении до 1000 мкм и имеют постоянную ширину изображения. Это свидетельствует о том, что эти дислокации расположены в кристалле параллельно плоскости спайности (111). Связав эту плоскость со стереографической проекцией кубической гранецентрированной решётки в направлении [111], заметим, что кристаллографические направления дислокаций, лежащих параллельно (111), с хорошей степенью точности совпадают с $[\overline{1}10], [01\overline{1}], [1\overline{2}1].$

Ряд дислокаций имеют двойной чёрнобелый контраст в виде конусов различной протяжённости. Конусность контраста свидетельствует о том, что данные дислокации лежат наклонно к плоскости спайности. Чем ближе ось дислокации к тригональной оси [111], тем короче протяжённость конуса. Наклонные дислокации имеют кристаллографические направления, определённые как [010], [101], [112]. Из теории Бонзе [7] вытекает вывод, что для чисто винтовых дислокаций, лежащих параллельно плоскости отражения, комбинированное искажение $R_{hkl} = 0$ и такие дислокации методом ДКТ наблюдать нельзя. Краевые дислокации, параллельные плоскости отражения, создают сильный контраст и должны хорошо регистрироваться.



Рис.3. Экспериментальная топограмма монокристалла Bi₈₇Sb₁₃, выращенного методом зонной перекристаллизации в лодочке.

И, наоборот, винтовые дислокации, оси которых близки к [111], должны создавать сильный контраст интенсивности, а контраст от краевых дислокаций должен погасать.

По этим критериям подавляющее большинство дислокаций, зафиксированных на рис. 3, или относятся к чисто краевым, или являются смешанными дислокациями, но с большой краевой компонентой вектора Бюргерса.

Выводы

1. Монокристаллические сплавы Bi+Sb с успехом могут исследоваться методом двухкристальной топографии в геометрии Брэгга. Метод фиксирует на топограммах дефекты кристаллической решётки всех четырёх классов: квазиточечные (микродефекты А- и Втипа); линейные (дислокации); плоскостные (дефекты упаковки); объёмные (макрополя упругих и термоупругих напряжений) и ряд других дефектов.

результатов 2. Сопоставление исследования монокристаллов Bi+Sb, выращенных методами зонной перекристаллизации в лодочках (данная статья) и в трубках [8] показывает, что последний метод обеспечивает более высокое качество монокристаллов.

Работа поддержана РФФИ, грант № 06-02-16230-а.

[1]. Brown D.M., Silverman S.J., Phys. Rev., **136A**, 250 (1964).

[2] Брандт Н.Б., Свистова Е.А., Сазонов М.В., ЖЭТФ, **59**, 434 (1970).

[3] Грабов В.М., Иванов Г.А., Налетов В.Л., Понарядов В.С., Яковлева Т.А., ФТТ, **11**, 3653 (1969).

[4]. Грабов В.М., Иванов К.Г., Сб. Полуметаллы и полупроводники, Л., 1975, изд. ЛГПИ им. А.И. Герцена, с. 52.

[5] Алексеев А.М., Крылов А.С., Мелик-Давтян Р.Л., Петлина Т.Я., Сб.: Полуметаллы и полупроводники, Л., 1975, изд. ЛГПИ им. А.И. Герцена, с. 95.

[6] Иванов К.Г., Крылов А.С., Калугина И.К. ПТЭ, *2*, 225 (1975).

[7]. Бонзе У., Прямые методы исследования дефектов в кристаллах – М., Мир, 1965, с. 184.

[8] Данильчук Л.Н., Васильева Е.В., Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 9, 49 (2002).

[9] Otake S., Koike S., Motohashi Y., Jap. J. Appl. Phys., **12**, *5*, 636 (1973).

[10] Takagi S., Acta Cryst., 15, 1311 (1962).

[11] Riglet P., Sauvage M., Petroff J., Epelboin Y., Phil. Mag. A., **42**, 339 (1980).

[12] Боуэн Д.К., Таннер Б.К. Высокоразрешающая рентгеновская дифрактометрия и топография, 2002, С.-П., Наука, 274 с.

ИЗУЧЕНИЕ ДЕФЕКТОВ СТРУКТУРЫ МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВОВ Bi+Sb МЕТОДОМ РЕНТГЕНОВСКОЙ ТОПОГРАФИИ НА ОСНОВЕ ЭФФЕКТА БОРМАНА

Ю.В. Тимофеева, Л.Н. Данильчук, А.О. Окунев, В.А. Ткаль Новгородский государственный университет им. Ярослава Мудрого, Великий Новгород, Россия

E-mail: <u>dln@novsu.ac.ru</u>

Введение

За последние 25-30 лет сплавы (Bi+Sb) получили широкое применение для создания термостатирующих элементов для радиоэлектронных устройств и приёмников инфракрасного излучения. Важное значение в медицине И биологии приобрели полупроводниковые холодильники, позволяющие охлаждать срезы органических тканей. На основе монокристаллических разрабатываются сплавов (Bi+Sb) устройства термоэлектрические глубокого охлаждения [1], находящие применение как ловушки для вымораживания паров масла паромасляных насосов в вакуумной технике; в установках по наращиванию эпитаксиальных слоев германия и кремния; в исследованиях высокотемпературной сверхпроводимости и т.д.

Методика эксперимента

Разработка технологии выращивания достаточно совершенных монокристаллических сплавов (Bi+Sb) с содержанием Sb до 20 ат. % [2] позволила применить для изучения дефектов структуры метод рентгеновской топографии на основе эффекта Бормана [3].

По структуре Ві и сплавы (Bi+Sb) относятся к ромбоэдрической или тригональной

сингонии, очень близкой к кубической гранецентрированной [4]. Поэтому в дальнейшем мы будем использовать обозначения плоскостей и направлений псевдокубической гранецентрированной системы.

Образцы для исследований получали либо путём скола по плоскости спайности (111) замороженного в жидком азоте монокристалла, либо методом электроискровой резки. Химической полировкой в горячей 50% азотной кислоте образцы утоньшались до 80÷100 мкм.

Для исследования пластин (Bi+Sb) методом РТБ использовалось CuK α_1 -излучение от трубки БСВ-6 с линейчатым фокусом $F\approx 2,5$ мм, монохроматизированное путём отражения от плоскости (111) бездислокационного кристалла германия и отражения {220} от плоскостей, перпендикулярных поверхности (111) исследуемого образца (рис. 1).

Выбор оптимальных толщин образцов (Bi+Sb) проводился на основе таблицы в работе [3]. Из неё следует, что утоньшение образцов до $80\div100$ мкм обеспечивает приближение «толстого» кристалла с $\mu_0 \cdot t = 20 \div 25$, что необходимо для получения эффекта Бормана [5].

Регистрация дефектов структуры проводилась на тонкослойные ядерные фотопластинки Φ с эмульсиями МК и МР.



Рис. 1. Схема исследования монокристаллов (Bi+Sb) методом РТБ: *F* – линейчатый фокус трубки; (*K-M*) – кристалл-монохроматор; *K* – кристалл (Bi+Sb); Φ – фотопластинка; *C* – счётчик рентгеновских квантов.

Результаты эксперимента

На рис. 2 приведена рентгеновская топограмма монокристалла $(Bi+Sb_{10}+Sn_{0.1}),$ полученная по методу РТБ. Монокристаллы выращивались полностью запаянных в кварцевых трубочках [2] с монокристаллической затравкой. Движение зонного нагревателя происходило в направлении биссекторной оси [121] со скоростью 0,5 мм/ч.



Рис. 2. Топограмма монокристалла (Bi+Sb₁₀+Sn_{0.1}), полученная методом РТБ.

На топограмме зафиксирована система светлых и тёмных полос, вытянутых по всему направления [101]образцу вдоль и расположенных параллельно фронту кристаллизации. Это так называемые полосы роста, сегрегационные или полосы. представляющие собой полосы концентрационной неоднородности кристалла, возникающие в процессе выращивания из-за нестабильности ростовых параметров.

На топограмме зафиксирована также система дислокаций краевого типа, вытянутых вдоль направлений [121] и [011], и лежащих в плоскостях, параллельных плоскости спайности (111).

На топограмме зарегистрировано также около двух десятков линейных дефектов с аномально сильным контрастом. Протяжённость этих дефектов 180-240 мкм, а проекции их на плоскость (111) совпадают с направлениями $[\overline{1}2\overline{1}]$, $[01\overline{1}]$ и $[\overline{1}10]$. Можно предположить, что эти дефекты представляют собой ростовые дислокации или их участки, продекорированные сурьмой в процессе роста.

На рис. З приведена топограмма, полученная по методу РТБ от пластины, вырезанной из монокристалла (Bi+Sb₁₇+Sn_{0,008}) перпендикулярно оси роста [121]. В этом эксперименте была предпринята попытка зафиксировать рентгенотопографические розетки интенсивности от ростовых дислокаций с осью $[\bar{1}2\bar{1}]$. Действительно, как видно из рис. 3, на топограмме зафиксировано несколько десятков розеток интенсивности. Некоторые из них похожи на розетки от краевых дислокаций в монокристаллах с алмазной решёткой. Другие имеют более сложную структуру. Это различие может быть обусловлено естественным декорированием дислокаций и рядом других факторов.



Рис. 3. Топограмма монокристалла (Bi+Sb₁₇+Sn_{0.008}) (метод РТБ).

Заключение

1. Впервые методом РТБ исследованы монокристаллы сплавов (Bi+Sb+Sn), содержащие до 20 ат. % Sb и обнаружены полосы роста, дислокации, микродефекты, а также ряд других пока не идентифицированных дефектов.

2. Первые эксперименты показывают, что «розеточная» методика исследования дислокаций и микродефектов, разработанная для Ge, Si, GaAs, SiC, может быть применена для узкозонных полупроводников на основе сплавов (Bi+Sb).

Работа поддержана РФФИ, грант № 06-02-16230-а

[1] Алексеев А.М., Крылов А.С., Мелик-Давтян Р.Л., Петлина Т.Я., Сб.: Полуметаллы и полупроводники, Л., 1975, изд. ЛГПИ им. А.И. Герцена, с. 95.

[2] Иванов К.Г., Крылов А.С., Калугина И.К. ПТЭ, 2, 225 (1975).

[3] Данильчук Л.Н., Васильева Е.В., Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 9, 49 (2002).

[4] Otake S., Koike S., Motohashi Y., Jap. J. Appl. Phys., **12**, *5*, 636 (1973).

[5] Borrmann G., Phys. Zeit., 42, 9/10, 157 (1941).

ВЕЙВЛЕТ-АНАЛИЗ ТОПОГРАФИЧЕСКИХ ИЗОБРАЖЕНИЙ ДЕФЕКТОВ СТРУКТУРЫ МОНОКРИСТАЛЛОВ

<u>В.А. Ткаль</u>, А.О. Окунев, Л.Н. Данильчук, М.Н. Петров, А.А. Андреев Новгородский государственный университет им. Ярослава Мудрого, Великий Новгород, Россия e-mail: tva@novsu.ac.ru

Введение

Зернистость является характерной особенностью рентгеновских топограмм и наиболее сильно проявляется при анализе особенностей контраста индивидуальных дефектов, требующем увеличения исходных изображений в десятки и сотни раз. Видимая зернистость изображений обусловлена не только фотоэмульсии, но размером зерна и особенностями поглощения рентгеновских квантов мелкозернистых в тонких фотоэмульсиях. Зернистость (шум) «забивает» часть полезной информации, делая невозможным полное её выявление и надёжную расшифровку контраста. Размеры зерна и изображения микродефектов могут быть соизмеримы, и в этом случае дефект трудно распознать. Зернистость изображений может приводить к ошибке при идентификации дефектов, так как «теряются» их особенности. Устранить отличительные зернистость можно цифровой обработкой топографических изображений линейными и нелинейными фильтрами. Перспективно применение для этой цели вейвлет-анализ, который ранее был успешно апробирован для устранения фоновой неоднородности поляризационно-оптических изображений монокристалла 6H-SiC (см. сборник) и [1].

Зернистость изображения определяется мелкодетальной и ВЧ составляющей сигнала, а контраст от лепестков розеток формируется протяжёнными НЧ огибающими сигнала. Если выделить НЧ и ВЧ составляющие, то можно отделить контраст лепестков от контраста зерна. Применяя НЧ фильтрацию, можно выделить полутоновые лепестки розеток и подавить зернистость изображения. Вопрос заключается в том, какой тип частотного анализа использовать для этого, и какова должна быть полоса пропускания фильтра? Топографический контраст имеет нестационарную частотную применение природу, поэтому Фурьепреобразования не даёт нужных результатов НЧфильтрации. Вейвлет-анализ является перспективным высокочувствительным и методом частотного анализа различных нестационарных сигналов, включая изображения. В нашем случае задачей вейвлетанализа является исследование частотной природы топографических изображений. Необходимо выявить, какую частотную полосу занимает зерно и дефекты, и как они между собой связаны. При вейвлет-анализе осуществляется разложение исследуемого сигнала в ряд базисных элементов, помноженных на определённые коэффициенты декомпозиция сигнала. В общем виде обработка сводится преобразованию к полученных коэффициентов. При обратном преобразовании происходит восстановление сигнала - реконструкция, которая и является конечным результатом обработки.

В качестве тестового используется топографическое изображение краевых дислокаций монокристалла 6H-SiC, полученным по методу РТБ (рис. 1).



Рис. 1. Фрагмент топограммы монокристалла 6H-SiC, содержащий изображения краевых дислокаций.

Экспериментальные результаты и их обсуждение

вейвлет-анализа Для изображения используем пирамидальный алгоритм Маллата. Проведём декомпозицию изображения на примере ортогонального вейвлета Симлета со степенью гладкости функции, равной 8 (sym8). В соответствии с процедурой дискретного вейвлетразложения на выходе имеем два вида коэффициентов аппроксимирующие _ (масштабные) и детализирующие (детальные). НЧ часть сигнала (его аппроксимированная содержится В коэффициентах версия) аппроксимации, а ВЧ (мелкие детали сигнала) в детальных коэффициентах. Коэффициенты аппроксимации участвуют в последующей сталии лискретной вейвлет-лекомпозиции в качестве входного сигнала. Каждое последующее разложение формирует нижестоящий уровень вейвлет-коэффициентов. В итоге получаем набор субполос – уровней разложения. На каждом уровне доминируют только те детали контраста, частота которых укладывается в данной субполосе, и каждый нижестоящий уровень соответствует все более низкой частоте.

Экспериментально установлено, что при обработке обзорных топограмм контраст от зерна преобладает на 1 – 6 уровнях, а детали розеток - на 7 - 9 уровнях, но отдельные детали прослеживаются вплоть до 3 - 4 уровня, т.е. контраст дефектов имеет широкую частотную полосу от максимально низких частот до средних. Ha низких частотах лежат слабоинтенсивные протяжённые детали розеток, позволяющие определить границы полей деформаций от дефектов. На средних и в некоторых случаях высоких частотах находятся высокоинтенсивные центральные детали дефектов, формирующие ядро розеток. Для сохранения полной картины изображения дефектов необходимо при НЧ-фильтрации учитывать все занимаемые полосы.

Большая часть информации о зерне содержится в детализирующих коэффициентах разложения, отвечающих за ВЧ фильтрацию. Одним из способов удаления ВЧ шума является уровня ограничение летализирующих коэффициентов. Задав некоторый порог для коэффициентов, и срезав их по нему, можно уменьшить уровень шумов. В математическом MATLAВ в рамках пакете дискретного двухмерного вейвлет-преобразования можно использовать процедуру автоматизированной очистки от шума. Порог устанавливается исходя из значений коэффициентов, соответствующих областям однородной зернистости, и может выбираться однозначно – жёсткий порог или адаптивно для каждого уровня - мягкий порог отсечения. Для обоих порогов характерно появление артефактов, представляющих собой горизонтальные симметричные или вертикальные, геометрически правильные крестообразные структуры. Некоторые розетки совмещаются артефактами. с искажая информацию об истинном контрасте дефектов. Артефакты объясняются деталями зерна. которые частично сохранились в коэффициентах с 1 по 10 уровень.

Рассмотрим топографический контраст с точки зрения его спектральных характеристик и проанализируем частотную природу изображения с точки зрения субполосного кодирования сигналов. Если восстановить нижние частотные полосы, содержащие детали дефектов, отдельно от остальных субполос, то осуществляем НЧ фильтрацию, которая в рамках дискретного вейвлет-анализа проводится двумя путями – на базе детализирующих или аппроксимирующих коэффициентов.

В первом случае НЧ фильтрация сводится к реконструкции детализирующих коэффициентов до размеров исходного изображения (0-го уровня разложения). Число уровней, участвующих в реконструкции, определяет полосу пропускания НЧ фильтра. Матрицы коэффициентов на уровнях выше полосы пропускания приравниваются к нулю. Это позволяет формировать набор НЧ фильтров с различными полосами пропускания.

Второй способ вытекает из самого определения коэффициентов аппроксимации. Чтобы провести НЧ фильтрацию, необходимо просто восстановить масштабные коэффициенты размеров исходного сигнала. Полоса ло пропускания фильтра определяется порядковым номером уровня, с которого проводится восстановление коэффициентов аппроксимации. коэффициенты Детализирующие всех вышестоящих уровней также приравниваются к нулю. Если для НЧ фильтрации использовать последовательную реконструкцию только детализирующих коэффициентов и исключить при этом из процедуры коэффициенты аппроксимации последнего уровня (заменить их нулевой матрицей), то устраняем фоновую неоднородность (перепады яркости контраста).

Для получения полной картины о частотной природе контраста розеток рассмотрим все возможные полосы ΗЧ фильтра и проанализируем спектр на разных конечных уровнях разложения. Для этого необходимо варьировать частотную характеристику фильтра не только сверху (меняя вышестоящий уровень, ограничивающий полосу фильтрации), но и снизу (изменяя конечный уровень разложения). расширяет возможности Это выявления дополнительных особенностей контраста.

Результаты фильтрации для различных вариантов ограничения полосы фильтрации сверху. Максимальная ширина полосы пропускания в нашем случае ограничивается 4 уровнем, так как отфильтрованное изображение практически не отличается от оригинала и дальнейшее расширение полосы не даёт никакой дополнительной информации. Чем больше полоса пропускания расширяется в сторону средних частот, тем более интенсивные и компактные детали розеток начинают преобладать в общей картине реконструкции. На средних и в некоторых случаях высоких частотах высокоинтенсивные находятся центральные детали дефектов, формирующие ядро розеток, причём даже на полосе пропускания, ограниченной 4 уровнем, ядра розеток по интенсивности превосходят яркость зерна. Таким образом, общая структура контраста дефектов имеет широкую частотную полосу ОТ максимально низких частот до средних. Ha низких частотах лежат слабоинтенсивные протяжённые детали розеток, позволяющие определить границы полей деформаций от дефектов (отчётливо видны на полосах, ограниченных 8 и 7 уровнями). Однако на полосе 8 уровня заметно ухудшается пространственное разрешение, форма лепестков искажается, а расположение розеток изменяется относительно своего истинного положения. При полосе, ограниченной 9 и 10 уровнями, получается отчётливый контраст, соответствующий фоновой неоднородности. Ранее незаметные детали фона
становятся особенно контрастными и начинают преобладать над контрастом самих розеток. Таково общее свойство вейвлет-анализа: с понижением частоты анализа улучшается частотное разрешение и ухудшается пространственное разрешение.

Рассмотрим результаты фильтрации при различных вариантах ограничения полосы Конечный уровень пропускания снизу. декомпозиции определяет границу полного частотного диапазона, в котором проводим анализ сигнала. В нашем случае использовался диапазон с 10 по 6 уровень. Если проводить НЧ фильтрацию на основе детализирующих коэффициентов, то при дальнейшем сужении диапазона начинаются искажения, вызванные недостатком низкочастотной информации, необходимой для корректного восстановления контраста розеток. В нашем случае искажения начинаются уже на 7 уровне разложения. Контраст розеток начинает раздваиваться. образуя ложные лепестки. Если рассматривать 10 разложения детализирующих уровень коэффициентов, то после фильтрации во всех получаем случаях контраст фоновой неоднородности. Результаты НЧ фильтрации детализирующих коэффициентов по яркости фона превосходят результаты НЧ фильтрации коэффициентов аппроксимации. В итоге остаются 8 и 9 уровни разложения. Если сравнивать их между собой, то на 8 уровне дополнительные появились особенности контраста тёмных лепестков розеток, но при этом исчезли некоторые детали светлых лепестков.

Таким образом, для анализа необходимо выбрать набор полос, ограничивающих НЧ фильтр снизу и сверху: оптимальными уровнями, ограничивающими полосу пропускания снизу, являются уровни с 9 по 8, а для ограничения полосы пропускания сверху целесообразно использовать уровни с 7 по 4. Необходимо выбрать вид коэффициентов, на основе которых фильтрацию. Коэффициенты проводить аппроксимации передают контраст фоновой неоднородности. Используя детализирующие коэффициенты и варьируя диапазоном анализа, можно устранить влияние фоновой неоднородности. Кроме того, числовой диапазон коэффициентов аппроксимации пропорционален диапазону исходного сигнала и после НЧ фильтрации не удаётся получить приемлемой разницы между значениями коэффициентов розеток и коэффициентами зерна. В случае детализирующих коэффициентов числовой диапазон для большинства ортогональных вейвлет-функций симметричен относительно нуля. Тёмные лепестки розеток передаются коэффициентами, значения которых находятся в отрицательной полуплоскости, а светлые – значениями в положительной лепестки полуплоскости. Количество положительных и отрицательных коэффициентов примерно одинаково, и числовой диапазон обоих множеств достаточно велик. Это позволяет более точно разделить коэффициенты розеток и коэффициенты зерна по их абсолютным Симметричность значениям. числового диапазона детализирующих коэффициентов относительно нуля позволяет получить НЧ результаты фильтрации, максимально приближенные к теоретическому контрасту розеток, для которого интенсивности светлых и тёмных лепестков равны друг другу по модулю. коэффициенты Детализирующие также позволяют получить равную интенсивность для тёмных и светлых лепестков. В силу вышесказанного, дальнейшее изложение методики опирается на работу с детализирующими коэффициентами.

НЧ Как объединить результаты фильтрации для разных полос пропускания в единую картину фильтрации? Для всех используемых передаточных характеристик фильтров яркость розеток превосходит яркость зерна. На уровне вейвлет-коэффициентов это что значения коэффициентов, означает. передающих детали розеток, превосходят по абсолютной величине значения коэффициентов, содержащих детали зернистости, т.е. на всех рассматриваемых полосах пропускания доминируют частоты, принадлежащие деталям дефектов. На частотах выше данных полос пропускания преобладают детали фоновой зернистости, и коэффициенты, передающие контраст от розеток, близки к нулю. Можно отфильтровать каждое ΗЧ изображение (матрицу), исключив него значения ИЗ коэффициентов, принадлежащих зерну, и сохранив значения коэффициентов, содержащих детали розеток. Коэффициенты, которые равны или меньше данных порогов, передают фоновую зернистость и приравниваются к среднему для коэффициентов каждой НЧ матрицы значению, а коэффициенты выше порога остаются без изменений, т.к. содержат в себе детали розеток.

Для подобной фильтрации необходимо коэффициентов знать. какие значения принадлежат зерну, а какие – дефектам? Для этого на исходном изображении выделяется область, которая содержит только фоновую зернистость. В дальнейшем эта область используется как отдельное входное изображение И является опорным лля последующей фильтрации (рис. 1). Для каждой полученной ΗЧ матрицы вычисляются максимальное положительное и максимальное отрицательное значения вейвлет-коэффициентов. Данные величины используются в дальнейшем как пороги нелинейной фильтрации. Выделяемая область не должна содержать предполагаемые или очевидные лепестки розеток или участки фоновой неоднородности, поскольку после НЧфильтрации подобные участки опорного изображения передаются коэффициентами большой величины. сопоставимой с

коэффициентами самих дефектов, следовательно, после нелинейной фильтрации вместе с деталями зерна могут быть удалены и полезные составляющие розеток.



Результирующие Puc. 2. изображения 6H-SiC монокристалла нелинейной при фильтрации на базе вейвлета Симлета с масштабом функции 8 и конечных уровнях разложения 9 (а) и 8 (б), а также результат наложения результирующих изображений, полученных для 8 и 9 уровней декомпозиции (в). полученное 9 Изображение, для уровня разложения, накладывается на изображение, полученное для 8 уровня.

Далее результаты нелинейной фильтрации, полученные для каждой полосы пропускания, необходимо объединить в результирующую картину. При этом высокочастотные и среднечастотные отфильтрованные матрицы «накладываются» на матрицы, нижестоящие по частоте. Значения коэффициентов, принадлежащих розеткам вышестоящей по частоте матрицы, замещают коэффициенты нижестоящей по частоте матрицы, а среднее фоновое значение коэффициентов остаётся без изменений. И так сверху вниз от более высоких частот к более низким. Это связано с тем, что, чем выше конечная частота матрицы, тем более компактные и интенсивные по яркости детали дефектов (ядра розеток) передаются в результате фильтрации. Чем ниже конечная частота матрицы, тем более протяжённые и менее интенсивные по яркости детали сохраняются, т.е., в получившемся «слоёном пироге» на первом месте стоят ядра розеток, а на последнем границы полей напряжений, создаваемых рис. дефектами. На 2 представлены результирующие изображения раздельно для 8 и 9 конечных уровней разложения, а также объединяющее изображение, результаты фильтрации для двух частотных диапазонов, причём в объединённом изображении 9 уровень накладывается сверху на 8. В этом случае мы можем говорить о более или менее полной картине фильтрации для данной топограммы [1].

Существует большое количество вейвлетбазисов. но применительно к обработке изображений чаще всего используются ортогональные и биортогональные вейвлеты. Ортогональность базиса позволяет осуществить точное восстановление исходного сигнала после дискретного преобразования и реализовать быстрые алгоритмы анализа-синтеза. Другими вейвлет-функций важными параметрами являются гладкость, симметричность, компактность носителя в пространственной и частотной области. Исходя из результатов фильтрации следует, что степень гладкости вейвлет-функции является главным критерием при выборе наиболее подходящего базиса для обработки. Использование вейвлетов с малой степенью гладкости, например, вейвлета Хаара (haar) и биортогонального вейвлета с масштабом функций реконструкции 1 (bior1.5) (степень гладкости для обоих базисов равна 1) не позволяет получить хороших результатов фильтрации. Низкочастотные детали розеток в этом случае полностью теряются или имеют приблизительные очертания. Использование негладких вейвлетов приводит к появлению неоднородностей, отсутствующих в исходном сигнале. Ключевые детали контраста розетки интенсивности находятся на самых низких частотах, причём пространственное разрешение дискретного вейвлет-анализа в данной части спектра находится на пределе своих возможностей. Чтобы получить адекватные результаты фильтрации рассматриваемых частот, необходимо использовать вейвлеты, имеющие максимальную степень гладкости, а также максимальную компактность носителя В частотной и пространственной области. Даже небольшой разброс по степени гладкости в рамках одной и той же материнской вейвлетфункции может привести к противоположенным друг другу результатам НЧ фильтрации.

Требования по отношению к гладкости биортогональных вейвлетов остаются такими же, как и в случае ортогональных. Отличие заключается в том, что наиболее критичным параметром является гладкость функции реконструкции. Если, например, сравнивать биортогональные вейвлеты bior1.5 и rbio1.5, то наилучший результат получается в случае вейвлета *rbio1.5*, который имеет степень гладкости функции реконструкции, равную 5, в то время как гладкость той же функции для bior1.5 сопоставима с вейвлетом Xaapa. Гладкость функции декомпозиции для rbio1.5 равна 1. В процессе НЧ фильтрации параметр гладкости является наиболее значимым на стадии реконструкции сигнала. На стадии анализа требования к гладкости функции менее жесткие. Опираясь на результаты фильтрации, выбрать перечень вейвлет-базисов, можно оптимальных для обработки топограммы. В любом случае выбираются вейвлеты с максимальной степенью гладкости. В нашем случае это вейвлеты dmev, db10, svm8, coif5, bior6.8 и bior3.3. Вейвлет bior3.3 использовался для того, чтобы проследить, как влияют на результаты фильтрации симметричные вейвлеты co Рассматривая средней глалкостью. представленные выше результаты, можно сделать вывод о том, что симметричность вейвлет-функции имеет значение при передаче самых низких по частоте деталей контраста. В нашем случае самыми несимметричными являются вейвлеты Добеши и Коифлета (db10 и coif5). При использовании данных вейвлетов для обработки НЧ матриц с конечным уровнем разложения 9 наблюдается явная асимметрия лепестков розеток. На 8 конечном уровне разложения эффект асимметрии становится незначительным. Симметричными вейвлетами в нашем случае являются сплайновые биортогональные вейвлеты, а также вейвлет дискретный вейвлет Хаара и Мейера. Большинство биортогональных функций имеют незначительную степень гладкости, что сводит на нет эффективность обработки. Приемлемые результаты удаётся получить только при использовании биортогональных базисов с максимальной гладкостью - в нашем случае это hior6 8 Иными словами, симметричность вейвлет-функции не имеет существенного значения для обработки, если только речь не сверхнизких частотах идёт 0 контраста. Критерий гладкости не является окончательным в рамках рассматриваемой методики. Если, например, сравнивать вейвлет *svm8* с вейвлетами db10 и coif5, то их степень гладкости отличается друг от друга незначительно, но при этом вейвлеты db10 и coif5 демонстрируют более эффективные результаты обработки. Дело в том, что при одинаковой или сопоставимой гладкости длина КИХ-фильтров для вейвлетов db10 и coif5 в 1,5 – 2 раза больше длины фильтра вейвлета sym8. Максимальный по длине КИХ-фильтр из представленного перечня имеет дискретный и симметричный вейвлет Мейера (dmey). Использование ланного вейвлета позволяет получить наиболее точную И полную информацию об особенностях контраста на нижних частотах анализа. Таким образом, на вейвлет-базис накладывается дополнительное требование: помимо максимальной степени гладкости функции и компактности носителя, базис должен по возможности обладать максимальной длиной КИХ-фильтра. При одновременном удачном сочетании изложенных критериев можно говорить о максимальной эффективности обработки в рамках использованного алгоритма. В нашем случае таким критериям в большей степени удовлетворяют базисы dmey, db10 и coif5. Работа поддержана РФФИ, грант № 06-02-

Работа поддержана РФФИ, грант № 06-02-16230-а.

[1] Ткаль В.А., Окунев А.О., Л.Н. Данильчук, Белехов Я.С. Цифровая обработка топографических изображений дефектов структуры монокристаллов на основе вейвлет-анализа. Электронный журнал "Исследовано в России", 211, стр. 2181-2190, 2005 г. http://zhurnal.ape.relarn.ru/articles/2005/211.pdf



ПРИМЕНЕНИЕ ВЕЙВЛЕТ-АНАЛИЗА ДЛЯ УСТРАНЕНИЯ ФОНОВОЙ НЕОДНОРОДНОСТИ ПОЛЯРИЗАЦИОННО-ОПТИЧЕСКИХ ИЗОБРАЖЕНИЙ ДЕФЕКТОВ СТРУКТУРЫ МОНОКРИСТАЛЛОВ

<u>В.А. Ткаль</u>, А.О. Окунев, Л.Н. Данильчук, М.Н. Петров, А.А. Андреев Новгородский государственный университет им. Ярослава Мудрого, Великий Новгород, Россия e-mail: tva@novsu.ac.ru

Введение

контрастность Слабая и фоновая неоднородность изображений относятся к факторам, затрудняющим основным расшифровку экспериментального контраста и надёжную идентификацию дефектов структуры. Перечисленные выше факторы приводят к потере части информации, а, следовательно, к уменьшению объективности даваемой оценки структурного совершенства кристалла. Это заставляет на практике проводить пересъёмку исследуемых образцов, ювелирную работу по фотообработке топограмм и фотонегативов или цифровую обработку экспериментального контраста [1].

На примере поляризационно-оптического изображения монокристалла 6H-SiC рассматривается устранение слабого контраста и фоновой неоднородности с помощью вейвлетанализа, который является разновидностью частотного анализа сигналов [2]. При вейвлетанализе осуществляется разложение исследуемого сигнала в ряд базисных элементов, помноженных на определённые коэффициенты декомпозиция сигнала. В общем виле преобразованию обработка сводится к полученных коэффициентов. При обратном преобразовании происходит восстановление сигнала - реконструкция, которая и является конечным результатом обработки. Вейвлетанализ позволяет оценить и разделить частоты, соответствующие изображению дефектов и неоднородности. Фоновая фоновой неоднородность занимает низкие и сверхнизкие частоты, а контраст от дефектов находится на средних и высоких частотах [1]. Если удалить из структуры вейвлет-разложения ΗЧ составляющую, то можно выделить отдельно ВЧ часть сигнала - изображения дефектов.

В соответствии с процедурой дискретного вейвлет-разложения на выходе получаем два вида коэффициентов – аппроксимирующие (масштабные) и детализирующие (детальные) коэффициенты. Низкочастотная часть сигнала (его огибающая) содержится в коэффициентах аппроксимации, а высокочастотная (мелкие детали сигнала) в детализирующих коэффициентах. Исключив ИЗ процедуры восстановления коэффициенты сигнала

аппроксимации, устраняем фоновую неоднородность.

реализации Для вейвлет-обработки математического использовался пакет проектирования MATLAB 6.5 и входящие в него вейвлет-базисы [3]. Вейвлеты выбирались исходя ИЗ критерия максимальной гладкости И компактности функции, чтобы достоверно передать все мелкие детали и особенности контраста. Симметричность функции оказалась не существенной. Методика вейвлет-обработки рассматривается на примере вейвлета Симлета, так как результаты обработки другими вейвлетбазисами оказались идентичными [4].

Вейвлет-анализ экспериментальных изображений

Ha рис. 1aпредставлено исходное изображение монокристалла 6H-SiC с сильной фоновой неоднородностью, ранее обработанное методами линейной и нелинейной фильтрации в [1]. Используя алгоритм дискретного вейвлетразложения, проводим раздельную фильтрацию низких и высоких частот. Максимальный уровень декомпозиции выбран равным 10 (*j=10*). частотный спектр изображения Полный укладывается в пределах этих 10 уровней (субполос). Полоса пропускания изменялась от максимальной - все 10 уровней и до узкой, включающей два верхних уровня разложения. Нас интересует ВЧ часть сигнала, так как в ней содержится вся необходимая нам полезная информация. Результаты устранения фоновой неоднородности оказались зависимыми ОТ полосы пропускания фильтра. Для различных полос пропускания ВЧ фильтра достигается разная степень детализации контраста розеток. При широкой полосе, например, 8 уровней декомпозиции, удаётся получить протяжённые слабоконтрастные детали розеток. При узкой полосе, например, 4 уровня декомпозиции, выделяются мелкие высококонтрастные детали Чтобы лепестков. получить полное контрасте дислокаций, представление 0 недостаточно использовать какой-то один фиксированный разложения, уровень а необходимо оперировать набором изображений, полученных для различных уровней в некотором интервале субполос.



Рис. 1. Исходное поляризационно-оптическое изображение монокристалла 6H-SiC с сильной фоновой неоднородностью (**a**) и результаты ВЧ фильтрации пропускания ВЧ фильтра, ограниченных снизу 8 (**б**), 7 (**в**), 6 (г), 5 (**д**) и 4 (**e**) уровнями декомпозиции.

В нашем случае 4 и 8 уровни являются границами анализируемого интервала (рис. 16-е). За пределами этих уровней полезная информация теряется. Для наиболее оптимального анализа снимка целиком, а также фрагментов изображения, выделенных на рис.1 цифрами 1, 2 и 3), достаточно использовать уровни с 7 по 5, т.е. три полосы пропускания ВЧ фильтра. При любой полосе пропускания ВЧ фильтра получается изображение с малой Традиционным контрастностью. способом повышения контрастности является расширение динамического диапазона до крайних значений яркости.

Для обработанных вейвлетами изображений имеет место заметное устранение фоновой неоднородности, но правая часть снимка имеет слабый контраст и не даёт полной информации о наличии или характере дефектов в данной области кристалла, т.е. расшифровка экспериментального контраста является неполной. То же самое можно сказать и о сильно засвеченном левом крае кристалла.

В соответствии с принципами субполосного кодирования спектр сигнала можно разбить на отдельные частотные полосы (субполосы) и на каждой субполосе проанализировать энергетическую ёмкость частотных компонент



Рис. 2. Поляризационно-оптическое изображение монокристалла 6H-SiC с усилением контраста затемнённой (**a**) и засвеченной (**б**) областей, а также результаты ВЧ фильтрации для полос пропускания, ограниченных снизу 7 (**b**), 6 (г) и 5 (**d**) уровнями декомпозиции.

сигнала. Если энергетическая ёмкость субполосы мала, то данные частоты в сигнале слабо выражены или отсутствуют полностью и наоборот. Частоты, лежащие далеко OT субполосы, имеют значения коэффициентов, близкие к нулю. Контраст правой затемнённой части снимка имеет частоты, не соответствующие рассматриваемому интервалу субполос, поэтому вейвлет-коэффициенты в этой части изображения имеют очень низкие или нулевые значения. Данный участок с точки зрения детализирующих коэффициентов имеет низкочастотную природу. Частоты анализируемого участка не укладываются в 10-ти уровней пределах декомпозиции. Необходимо выявить детали контраста в данной области, т.к. они не являются частью фоновой неоднородности и могут содержать в себе дополнительную информацию о дефектах

кристалла. Изменение яркостных характеристик изображения приводит к изменению частотных характеристик контраста. Увеличение контрастности правой исходного части изображения изменит частотную природу данного участка. Слабоконтрастные детали перемещаются с низких частот в полосу высокой и средней частоты. Если спектр правой половины фотоснимка будет находиться в той же полосе, что и левая часть, то это позволит выровнять контраст обеих частей. Увеличивая контрастность левого края изображения, можно получить изменения по частоте.

Изменим контрастность отдельно для затемнённой и засвеченной частей исходного изображения (рис. 2а,б). В случае затемнённой части, приемлемое усиление контрастности достигается при полной засветке левой, некогда самой информативной. части изображения. В случае засвеченной части, наоборот усиление происходит при полном затемнении правой и центральной частей. В первом случае усиления вейвлет-коэффициенты левой части изображения близки к нулю на всех уровнях. Во втором случае близки к нулю коэффициенты правой и центральной частей. Коэффициенты частей изображения, контраст которых был усилен, находятся в диапазоне значений, сходных с исходным изображением. В результате данных яркостных преобразований спектр, содержащий детали затемнённой и засвеченной частей снимка, был переведён в область высоких и средних частот.

Для выяснения, какую частотную полосу занимают детали усиленных изображений, проведём ВЧ фильтрацию в том же интервале полос пропускания, что и для исходного снимка, т.е. для интервала с 5 по 7 уровень (рис. 26,г,д). Обработанные изображения имеют растянутый динамический диапазон. Частотные полосы деталей исходного и усиленных изображений совпадают. Объединяя три изображения между собой на уровне их спектров, выравниваем контрастность розеток по всему снимку на уровне яркостных характеристик итогового изображения. Поскольку вейвлет-анализ локализует частоту по координате, то полезные частотные компоненты исходного и усиленных снимков можно пространственно соединить в единой матрице, т.е., на каждом уровне декомпозиции провести операцию совмещения («сшивания») детализирующих коэффициентов исходного и усиленных изображений. Все три изображения имеют одинаковые размеры, и, следовательно, одинаковые размеры матриц коэффициентов на всех уровнях. Совмещение матриц коэффициентов проводится по критерию их максимального абсолютного значения. Для этого на каждом уровне и в каждой точке матрицы коэффициентов, одинаковой по координатам для всех изображений, выбирается наибольшее по модулю значение коэффициента, которое затем (c сохранением знака) записывается в результирующую матрицу. В итоге левая и центральная часть изображения замещается коэффициентами исходного снимка, а правая часть и левый край кристалла коэффициентами усиленных изображений. Далее проводится вейвлет-реконструкция на базе уже объединённых матриц. Результат «сшивания» изображений для интервала с 7 по 5 уровень декомпозиции представлен на рис. 3. Следует отметить, что данный подход позволяет использовать не одно или два, а множество усиленных изображений. Главное, чтобы все изображения были производными от одного оригинала и совпадали с ним по размерам и динамическому диапазону (разрядности градаций серого). При этом в каждом входном изображении могут быть изменены яркостные характеристики отдельных перекрывающихся или не перекрывающихся участков.



Рис. 3. Поляризационно-оптическое изображение монокристалла 6H-SiC после «сшивания» для полос пропускания ВЧ фильтра, ограниченных снизу 7 (а), 6 (б) и 5 (в) уровнями декомпозиции: слева – после выравнивания контрастности, справа – после растяжения динамического диапазона.

Трудности, возникающие при вейвлетобработке больших изображений, можно обойти, если рассмотреть отдельные участки изображения, получение информации с которых интересует специалиста в наибольшей степени. Вырежем интересующие нас фрагменты снимка

Исходные изображения фрагментов		To the			
Ширина ВЧ полосы или конечный уровень разложения <i>ј</i>	После ВЧ фильтрации изображения (растяжение его Фрагмент 1	и усиления контр динамического диап Фрагмент 2	птрастности обработанного апазона) Фрагмент 3		
8		1 - Cart			
7		1 - Christ			
6		1 - Cart			
5	1 m	1 **			
4	1111, A 41 41	at stant			
3	ana n An An				
2					

и используем их как самостоятельные изображения (фрагменты 1, 2 и 3 рис. 1). Фрагменты имеют частотную структуру, несколько отличную от спектра целого снимка. С

точки зрения используемого алгоритма вейвлетобработки размер входных исходных изображений уменьшился, а значит, уменьшилась длина двумерных конечных

сигналов на их основе. Применим к данным ВЧ фильтрацию. фрагментам Для всех фрагментов выбираем максимальный уровень разложения, равный 8. Следовательно, можно рассмотреть 8 полос пропускания ВЧ фильтра, начиная от полосы шириной в 1 уровень и заканчивая полной полосой, включающей 8 уровней. Рассмотрим интервал ВЧ фильтрации с 8 по 2 уровень. Полоса в 1 уровень не представляет интереса, так как при такой ширине полезной полная потеря происходит информации. Результаты для фрагментов 1 и 2 в общем случае коррелируют с результатами, представленными на рис. 2, когда фрагменты рассматривались в составе целого изображения. Приемлемые результаты фильтрации в обоих случаях наблюдаются в интервале с 6 по 4 уровень, но при этом контраст от дефектов в составе самостоятельных фрагментов имеет значительно меньшие искажения на узких полосах ВЧ фильтра. Например. если рассматривать 4 уровень декомпозиции, критичный для целого снимка, то в случае перемасштабирования данная полоса позволяет получить достоверную информацию о контрасте ядра розеток и близлежащих деталях. Контраст ядер розеток улавливается даже на 3 уровне. В итоге, благодаря перемасштабированию, удалось уточнить самые мелкие детали контраста и расширить диапазон анализа на 1 уровень. Для сравнения в таблице приведены результаты вейвлет-обработки изображений дефектов структуры 1, 2 и 3 после усиления контраста.

Рассмотрим подробнее фрагмент 3. Данный фрагмент имеет динамический диапазон яркости в пределах 300÷5000, что составляет 7% от всего диапазона (0 - 65536 градаций серого для исходного изображения). Заметить визуально перепады яркости на двухмерном изображении фрагмента представляется ланного не возможным. После ВЧ фильтрации даже в случае уровней) самой широкой полосы (8) динамический диапазон фрагмента становится равным половине полного 16-битного диапазона. При дальнейшем сужении полосы фильтрации детали розеток становятся все более отчётливыми. Т.е., в случае изображений с очень низкими значениями цифровых уровней вейвлетфильтрация позволяет выделить мелкие ВЧ детали контраста даже при максимальной ширине ВЧ полосы. В случае очень тёмных изображений диапазон анализа расширяется до максимального уровня декомпозиции. При обработке снимка целиком нам не удавалось выделить детали данного фрагмента, поскольку детали находились на низких частотах, выпадающих за пределы полного спектра изображения. Поэтому предварительно приходилось проводить трансформацию яркостных характеристик данного участка. В перемасштабирования случае удалось, не применяя яркостного усиления, перевести мелкие детали контраста в область средних и высоких частот, причём мелкие центральные структуры дислокаций прослеживаются вплоть до 3 уровня, так же как и в случае фрагментов 1 и 2. Контраст при этом получается такой же отчётливый, как и в случае усиленных изображений, представленных В таблице. Перемасштабирование позволяет исключить вероятность искажений в случае предварительного усиления контрастности.

Перемасштабирование изображений дефектов структуры позволяет выявить особенности контраста, которые ранее при обработке полных изображений не выявлялись.

На сегодняшний день существует большое количество вейвлет-базисов, но применительно к изображений обработке В основном используются ортогональные и биортогональные вейвлеты [2, 3]. Критерий гладкости вейвлетфункции является главным при выборе оптимального базиса. Различные вейвлет-базисы реагируют на нехватку НЧ информации поразному. Для негладких вейвлетов осцилляции яркости минимальны. Для базисов с длинными осцилляции максимальны. КИХ-фильтрами Наилучший компромисс между детализацией средних частот и протяжённостью яркостных осцилляций позволяют получить вейвлет-базисы со средней гладкостью. К таким базисам относятся вейвлеты rbio1.5 и bior3.3. Более высокая информативность достигается при обработке поляризационно-оптических изображений и их фрагментов, представленных в 16-битном формате.

Таким образом, анализируя полученные результаты, можно говорить о высокой эффективности цифровой обработки изображений дефектов структуры монокристаллов, основанной на вейвлет-анализе.

Работа поддержана РФФИ, грант № 06-02-16230-а.

[1]. Цифровая обработка рентгенотопографических и поляризационнооптических изображений дефектов структуры монокристаллов / Л.Н. Данильчук, В.А. Ткаль, А.О. Окунев, Ю.А. Дроздов; НовГУ им. Ярослава Мудрого. – Великий Новгород, 2004. – 227 с.

[2]. Дьяконов В.П. От теории к практике. Вейвлеты. – М.: СОЛОН-Р, - 2002. 448 с.

[3]. Рудаков П.И., Сафонов В.И. Обработка сигналов и изображений. МАТLAB 5.х. – М.: Диалог – МИФИ, 2000. – 416 с.

[4]. Белехов Я.С., Ткаль В.А., Окунев А.О., Петров М.Н. "Устранение фоновой неоднородности поляризационно-оптических изображений". Электронный журнал "Исследовано в России", 142, стр. 1434-1441, 2005 г.

http://zhurnal.ape.relarn.ru/articles/2005/142.pdf

АНАЛИЗ ВЛИЯНИЯ ЯРКОСТНОГО РАЗРЕШЕНИЯ ПОЛЯРИЗАЦИОННО-ОПТИЧЕСКИХ И ТОПОГРАФИЧЕСКИХ ИЗОБРАЖЕНИЙ НА ЭФФЕКТИВНОСТЬ ВЕЙВЛЕТ-ОБРАБОТКИ

<u>В.А. Ткаль</u>, А.О. Окунев, М.Н. Петров, Л.Н. Данильчук, М.М. Прашка Новгородский государственный университет им. Ярослава Мудрого, Великий Новгород, Россия E-mail: tva@novsu.ac.ru

Поляризационно-оптическое изображение, представленное ниже на рис. 1, отсканировано с глубиной цвета 16 бит на канал. Естественно, что для обработки используется только один цветовой канал, который представляет собой 65536 градаций серого цвета.



Рис. 1. Исходное поляризационно-оптическое изображение монокристалла 6H-SiC.

Значения градаций серого для чёрнобелого изображения интерпретируются как отсчёты яркости или, иными словами, отсчёты интенсивности (амплитуды) двухмерного сигнала. Проанализируем, как изменяются результаты вейвлет-обработки при уменьшении числового диапазона входного сигнала с 16 до 8 бит. Для этого изображение, представленное на рис. 1, было отсканировано повторно с глубиной цвета 8 бит на канал – 256 градаций серого.

обработки С точки зрения фотографических изображений для передачи полутонов важна глубина серого. При операциях коррекции яркости и контрастности изображения нарушается плавность тональных переходов. Потери полутонов в этом случае наиболее ощутимы для 8-битных изображений, а в случае 16 бит считается, что плавность переходов после коррекции удаётся сохранить, т.е. потери минимальны и незаметны для глаза. Чаще всего для иллюстрации этого явления пользуются гистограммами яркости.

В случае 8-битного диапазона гистограмма изображения после коррекции имеет большое количество пропусков и состоит из отдельных полос. Это явление называется постеризацией. Наличие частых пропусков в гистограмме означает отсутствие некоторых полутонов серого, которые изначально были у оригинала.

В случае 16-битного диапазона гистограмма после коррекции более плавно переходит через все градации серого.



Рис.2. Гистограммы яркости поляризационнооптического изображения монокристалла 6H-SiC: **a** и **б** — глубина цвета 16 и 8-бит, соответственно. Динамический диапазон изображений растянут до крайних значений.

В результате ВЧ фильтрации на выходе получается изображение с очень узким динамическим диапазоном. Отфильтрованное изображение имеет очень слабый еле различимый Этим, контраст. например. объясняется отсутствие визуальной разницы между неоткорректированными 8-битными и 16-битными изображениями. Визуально полную информацию о контрасте розеток в этом случае можно получить только после растяжения динамического диапазона. Следовательно, количество информации о контрасте, которое должно остаться после ВЧ фильтрации, должно быть максимальным. Иными словами, в узком динамическом диапазоне обработанного изображения должно укладываться как можно больше градаций серого цвета, тогда есть вероятность того, что потери полутонов, возникающие при растяжении диапазона, будут минимальными. При этом самые ощутимые потери полутонов серого наблюдаются на изображении (и его гистограмме), полученном для наиболее узкой полосы пропускания ВЧ фильтра, ограниченной 4 уровнем. Оптимум достигается при полосе, ограниченной 6 уровнем [1].

Насколько важны полутона с точки зрения поляризационно-оптического контраста? Дело в том, что полутона необходимы для передачи среднечастотных деталей контраста. Корректное изображение таких деталей осуществляется за счёт плавных тональных переходов, когда числовая разница между уровнями сигнала минимальна. В этом отношении 8-битный диапазон заметно проигрывает 16-битному, поскольку не может предоставить количество градаций серого цвета, необходимое для передачи среднечастотных деталей.

С точки зрения ВЧ деталей поляризационно-оптического контраста ситуация упрощается. Контраст ВЧ деталей достаточно резкий по своей природе, поэтому для передачи высокочастотных деталей не требуется большого количества полутонов. В этом случае 8-битный и 16-битный форматы находятся практически на равных.

Нельзя также забывать о том, что при сужении полосы пропускания ВЧ фильтра происходит частичная потеря информации низкой или средней частоты по отношению к нижней границе полосы пропускания. В нашем случае 8- битный формат по определению не способен передавать полную информацию о среднечастотных деталях контраста, а при сужении полосы пропускания ВЧ фильтра ситуация еще больше усложняется. Этим, в частности, объясняется увеличение визуальной разницы между 8-И 16-битными изображениями, которое наблюдается при сужении полосы пропускания. Необходимо отметить, что даже в случае значительной потери среднечастотной информации, имеющей место на узких полосах пропускания, ёмкости 16-битного диапазона оказывается достаточно для того, чтобы сохранить плавность тональных переходов контраста среднечастотных деталей.

Рассмотрим разницу между числовыми форматами в отношении затемнённого участка 2 изображения, представленного на рис. 1. Диапазон яркости для данного участка в случае 16-битного формата составляет не более 7% от всего динамического диапазона, т.е. мы имеем дело с областью изображения, в которой разница между значениями яркости элементов ничтожно мала, но при этом область содержит изображения дефектов структуры. В этом случае также необходимо, чтобы в узком диапазоне яркостей укладывалось максимальное количество оттенков серого цвета. Чем больше уровней серого будет на таком участке, тем больше информации о деталях контраста удаётся получить после яркостного усиления участка. Ситуация аналогична той, что рассматривалась выше по отношению к среднечастотным деталям контраста. Формат 8бит при оцифровке слабоконтрастных участков не позволяет получить достаточное количество оттенков серого, поэтому наиболее ощутимые потери информации (резкие тональные переходы) в случае 8-битного изображения наблюдаются именно в области затемнённого vчастка.

Следовательно, для поляризационнооптического контраста, подверженного сильной фоновой неоднородности, области, содержащие ключевые детали розеток, имеют очень узкий яркостный диапазон. Кроме того, после устранения фоновой неоднородности диапазон обработанного изображения также значительно сужается по сравнению с оригиналом. Таким образом, чем больше градаций серого на единицу динамического диапазона имеется в наличии, тем меньше потери полутонов после обработки, а значит и больше степень достоверности полученных результатов. Если сравнивать между собой 8- и 16-битный форматы именно в этом ключе, то 8-битный формат большинстве случаев в не требованиям удовлетворяет необходимым вейвлет-обработки.

Сказанное выше справедливо и при вейвлет-обработке фрагментов 1 И 2 анализируемого изображения (рис. 1). Представление фрагментов в 16-битном формате является более предпочтительным по сравнению с 8-битным, так как выявляются более тонкие особенности экспериментального контраста, что хорошо видно из приведённой ниже таблицы 2.

Наиболее наглядно различия проявляются при выведении анализируемых изображений на монитор, так как возможности полиграфии не дают полного представления о преимуществах 16-битного формата. Необходимо подчеркнуть, что вейвлет-обработка небольших фрагментов даёт дополнительную полезную информацию об экспериментальном контрасте дефектов по сравнению с обработкой всего изображения.

демонстрации более Для высокой вейвлет-обработки эффективности по устранению сильной фоновой неоднородности приводятся результаты цифровой ниже обработки ВЧ фильтром, основанным на прямом изменении амплитудного Фурьеспектра изображения (таблица 1).

 Относительные значения порогов фильтрации (gain)

 0.06
 0.006

 Обработанное поляризационно-оптическое изображение монокристалла 6H-SiC
 Изображение группы дефектов под номером 1 (рис. 1)

 Изображение группы дефектов под номером 2 (рис. 1)
 Изображение группы дефектов под номером 2 (рис. 1)

Таблица 1. ВЧ-фильтрация на основе Фурьепреобразования



Таблица 2. Результат вейвлет-обработки.

Лучшее выявление тонкой структуры розеток интенсивности и локализация их ядер достигается 32-битных при анализе изображений И последующей вейвлетобработке. Получение таких изображений возможно в последней версии программы CS2». «Adobe Photoshop Последующая математическая вейвлет-обработка 32-битных изображений, но сохранённых при глубине цвета 8- и 16-бит, проводится в программе «Matlab». При этом все выявляемые дополнительно особенности 32-битных изображений сохраняются. Наиболее полно это проявляется при работе с экспериментальным топографическим поляризационно-И оптическим контрастом на профессиональных мониторах И при использовании профессиональных видеокарт.

Вейвлет-обработку 32-битных изображений продемонстрируем на примере топографического контраста монокристалла 6H-SiC, содержащего группу краевых дислокаций. Для сравнения на рис. 3 и 4 приводятся топографические изображения с глубиной цвета 8- и 16-бит. Вейвлет-обработка проводилась по методике, изложенной в работах [1, 2].

Качественно изображения, представленные на рис. 3 и 4, мало отличаются друг от друга и это обусловлено ограничениями полиграфической базы, хотя на мониторе различия видны более отчётливо. После вейвлет-обработки для 32-битных изображений более чётко проявляются особенности ядра розеток интенсивности. Наиболее полно тонкая структура розеток и ядер выявляется при обработке мелких фрагментов топограмм и отдельных дефектов структуры (рис. 4). Так, для краевой дислокации 1 надёжно регистрируются чёрные лепестки розетки, которые на рис. 3 отсутствуют либо слабо выражены. Сравнивая эффективность вейвлет-обработки изображений с различной глубиной цвета и полосой пропускания фильтра (уровни 4-7, 4-8, 4-9), можно утверждать, что она выше для 32-битных изображений. Отсутствие чёрных лепестков на обработанных изображениях (рис. 3) может быть связано с неоптимальным выбором «опорного изображения» [2]. Правильный выбор опорного напряжения является одним из важнейших условий эффективности устранения зернистости изображений и выявления тонкой структуры лепестков розеток интенсивности.



32-битное (8) 8-битное 16-битное 32-битное (16) Рис.3. Топографические изображения краевых дислокаций в монокристалле 6H-SiC при различной глубине ивета (разрядности): 8-битном, 16-битном и 32-битные, полученные в «Adobe Photoshop CS2» и сохранённые, соответственно, при разрешении 8-бит (32-8) и 16-бит (32-16) (верхние изображения) и результат вейвлетобработки при полосе пропускания фильтра, ограниченной сверху 4 уровнем, а снизу - 7 уровне.



8-битное

16-битное

32-битное (8)

32-битное (16)

Рис.4. Топографическое изображение краевой дислокации 1 в монокристалле 6H-SiC при различной глубине цвета (разрядности) - 8-битное, 16-битное и 32-битное, сохранённое, соответственно, при разрешении 8-бит и 16-бит (верхние изображения), и результат вейвлет-обработки при полосе пропускания фильтра, ограниченной сверху 4 уровнем, а снизу - 7 уровнем.

Работа поддержана РФФИ, грант № 06-02-16230-а.

[1] Белехов Я.С., Ткаль В.А., Окунев А.О., Петров М.Н. Устранение фоновой неоднородности поляризационнооптических изображений. Электронный журнал "Исследовано в России", 142, стр. 1434-1441, 2005 г., http://zhurnal.ape.relarn.ru/articles/2005/142.pdf

^[2] Ткаль В.А., Окунев А.О., Л.Н. Данильчук, Белехов Я.С. Цифровая обработка топографических изображений дефектов структуры монокристаллов на основе вейвлет-анализа. Электронный журнал "Исследовано в России", 211, стр. 2181-2190, 2005 г., http://zhurnal.ape.relarn.ru/articles/2005/211.pdf

РЕНТГЕНОТОПОГРАФИЧЕСКОЕ, ЭЛЕКТРОННО-МИКРОСКОПИЧЕСКОЕ И МЕТАЛЛОГРАФИЧЕСКОЕ ИЗУЧЕНИЕ ПРОПЕССА СНЯТИЯ НАПРЯЖЕНИЙ НЕСООТВЕТСТВИЯ В **ГЕТЕРОСИСТЕМАХ**

Е.М. Труханов, А.В. Колесников, А. Ю. Красотин, А.К. Гутаковский, М.М. Качанова, А.С. Дерябин, Л.В. Соколов, А.П. Василенко

Институт Физики Полупроводников СО РАН, Новосибирск, пр. Лаврентьева, 13

E-mail: trukh@isp.nsc.ru

Механические напряжения в гетеросистемах рассогласованных могут уменьшаться с накоплением лислокаций несоответствия (ДН) вблизи границы раздела. Такие гетеросистемы получают в рамках эпитаксиальных различных технологий, И уменьшение важной проблемой является плотности пронизывающих дислокаций в растущей пленке.

Одним из способов решения данной проблемы является уменьшение числа дислокационных семейств, обусловливающих протекание релаксации [1-7]. В случае строго сингулярной границы раздела (001) вводятся 8 семейств [1-5]. В предлагаемой работе результаты рентгенопредставлены топографических, электронно-микроскопических металлографических исследований. и направленных на уменьшение числа ДНсемейств за счет следующих трех основных факторов. Это (1) влияние кристаллической ориентации края пленки (края всего образца или края мезы) на введение различных ДН-семейств; (2) переход от сингулярных ориентаций (001) к вицинальным ориентациям (ВО(001)) и (3) использование дислокационных источников, генерирующих определенные ДН-семейства. Применялось также сочетание факторов (1) и (2) приготавливались мезы различной с ориентацией краев на срезах подложек ВО₁(001), полученных отклонением от сингулярной (001) ориентации поворотом вокруг направления

[1 -1 0]. Изучались гетероэпитаксиальные InGaAs/GaAs GeSi/Si. системы И Анализировалась также дислокационная структура, сформированная в подложках Ge, покрытых аморфными пленками SiO₂ и/или Si₃N₄.

Повышенный интерес к краю структуры объясняется тем, что при образовании ДН из полупетель, возникающих на поверхности растущей эпитаксиальной пленки, наиболее вероятными местами их генерации являются края пленки. Это связано с существенным уменьшением величины энергетических расширяющейся барьеров, преодолеваемых полупетлей, которая фактически становится "четверть петлей". При использовании протяженных краев пленки без изломов наиболее вероятна генерация дислокационных семейств, образующих с краем углы, по величине сравнимые с 90°. Для выполнения металлографических исследований применялся оптический микроскоп "Reichert", снабженный Номарского. Экспериментально приставкой установлено, что двухатомные (и более высокие) ступени можно наблюдать при оптимальном расположении оптического интерференционного контура и ступени. Для определения векторов Бюргерса дислокаций использовались условия $g \cdot b = 0$ и (gbn) = 0 где g – вектор дифракции; b – вектор Бюргерса иn _ направление лислокационной линии.

При переходе от сингулярной ориентации (001) к ВО(001) возможно уменьшение числа вводимых ДН-семейств. При этом некоторые (или все, в зависимости от типа вицинальной ориентации) ранее параллельные семейства становятся не параллельными [1-6]. В статье [1] теоретически показано, что в случае вицинальных ориентаций (001), полученных поворотом вокруг направления [1 -1 01. критические толщины для взаимно перпендикулярных ДН отличаются. В результате должны отличаться и плотности вводимых семейств. В настоящей работе представлены результаты экспериментальных исследований процесса пластической релаксации в пленке Ge0 08Si0 92 толщиной h=0,2 мкм, выращенной с помощью молекулярно-лучевой эпитаксии на подложке Si со срезом типа $BO_1(001)$, полученным отклонением от сингулярной (001) ориентации поворотом вокруг направления

[1 -1 0]. Угол поворота составлял 5.5° в результате чего срезом являлась плоскость (1 1 -15). Состав твердого раствора определен из анализа кривых дифракционного отражения, которые зарегистрированы на двухкристальном рентгеновском дифрактометре, использовалось СоКа излучение. Анализировались сетки дислокаций несоответствия на рентгеновских топограммах, полученных методом Ланга. Экспериментальные результаты находятся в качественном согласии с расчетными [1]. Таким образом, на примере GeSi пленок с вицинальными границами раздела экспериментально обнаружена анизотропия протекания релаксационного процесса.

В работе [1] также показано, что в случае вицинальных ориентаций (001), полученных поворотом вокруг направления [100], на начальной стадии релаксационного процесса должны вводиться всего два взаимно перпендикулярных дислокационных семейства.



Рис.1. Схема расположения и винтовые составляющие векторов Бюргерса для различных ветвей Г-образных дислокаций.

(001)Эти вицинальных ориентации рамках обозначим как BO₂(001). В распространенных мировой литературе В представлений ВО₂(001) можно рассматривать как перспективные ориентации для снижения плотности пронизывающих дислокаций. Для радикального уменьшения их плотности в литературе также предлагается создавать всего два семейства взаимно перпендикулярных ДН, которые формируют так называемые Г-образные ДН [7-12]. В отличие от варианта BO₂(001), в данном случае перпендикулярные дислокационные семейства имеют общий вектор взаимодействия Бюргерса. В результате дислокационных семейств возникают так

называемые Г-образные ДН. Их образование как модифицированными осушествляется источниками Франка-Рида [10, 11], так и Хагена-Штранка [8, источниками 9]. Для рассматриваемых семейств обозначим винтовые компоненты их вектора Бюргерса b как b_{S1} и b_{S2} (показано на рис.1). Типичные электронномикроскопические изображения таких ДH представлены на Рис. 2.

Для их формирования можно использовать дислокациями, подложки с имеющими одинаковые вектора Бюргерса b. Примеры подложек с такой дислокационной структуры показан на Рис. 3. Рентгеновские топограммы получены методом Бормана. Для формирования дислокаций кристалл Ge был покрыт пленкой привела к пластической SiO_2 , которая релаксации подложки. В границе раздела возникли ступени. одна из них обозначена А на рис.3, а. Шесть дислокаций, формирующих данную ступень, обозначены B₁-B₆. На рис.3, б представлена сетка Г-образных дислокаций, нейтральной поверхности залегаюших В подложки и имеющие одинаковые b.



Рис.2. Электронно – микроскопический снимок Г-образных дислокаций несоответствия в гетеросистеме (001) InGaAs/GaAs.



Рис. 3. Дислокационная структура подложки Ge (111), содержащая дислокационные семейства с одинаковым вектором Бюргерса. Группа из 6-ти дислокаций B₁ – B₆, расположенных в общей плоскости скольжения и создающие общую ступень А на поверхности кристалла (а), и два развернутых на 120° семейства, формирующие Г-образные дислокации в нейтральной поверхности напряженного кристалла (б).

На рис. 4 представлена дислокационная структура, содержащая более чем два семейства ДН. Г-образные ДН обозначены 1, короткие участки дислокаций, соединяющие два тройных узла обозначены 2. Можно видеть ДН с различными векторами Бюргерса. Буквой П обозначена П-образная ДН, у которой нижний излом является Г-образной дислокацией, а верхний – не является. Для определения векторов Бюргерса у различных дислокационных отрезков использовались как дифракционные условия $g \cdot b = 0$, $g \cdot b = 2$ и (gbn) = 0, так и условия протекания дислокационных реакций.



Рис. 4. Электронно-микроскопический снимок трехмерной сетки дислокаций несоответствия вблизи границы раздела гетеросистемы (001) InGaAs/GaAs.

Моделирование процесса снятия напряжений сравнение несоответствия И расчетных данных с экспериментом позволило установить следующее. Если при введении двух перпендикулярных семейств 60° ДН величина упругих остаточных деформаций становится ниже некоторого уровня (єост <0.8% в случае *Ge*_{0.25}*Si*_{0.75}*/Si*), то тип винтовой системы составляющей начинает влиять на протекание релаксационного процесса. В случае одинаковых винтовых типов у перпендикулярных семейств ДН зависимость энергии выходит на насыщение, а в случае разных типов – энергия монотонно возрастает при увеличении h. Последнее имеет место, в частности, при генерации Г-образных дислокаций. Это же справедливо для случая BO₂(001).

Несостоятельность технологических рекомендаций [7] связана с возникновением дальнодействующих сдвиговых напряжений при формировании дислокационной сетки (рис.5, а). Более корректный вариант дислокационной сетки, содержащей две системы Г-образных ДН, показан на рис.5, б. На рисунке б схематично изображены два семейства Г-образных ДН с векторами Бюргерса **b**₁ и **b**₂, удовлетворяющие следующему требованию: параллельные дислокации различных систем имеют противоположные типы винтовых составляющих.



Рис. 5. Схема сетки (а) Г-образных дислокаций [7] и предлагаемый в работе ее модифицированный вариант (б), не создающей поле ДСН.



Рис. 6. Зависимость структурного состояния гетеросистемы от комбинации винтовых составляющих дислокаций несоответствия.

Основным результатом проведенного теоретического и экспериментального изучения влияния винтовой дислокационной составляющей на управление процессом релаксации механических напряжений в эпитаксиальных пленках является следующее. Если протекание релаксационного процесса обеспечивается двумя взаимно перпендикулярными семействами 60° ДН, то они должны иметь одинаковые винтовые дислокационные компоненты (см. Рис. 6а и Рис. 6б). В случае же рис. Зв, из-за возникновения дальнодействующих сдвиговых напряжений процесс релаксации усложняется, и вводятся дополнительные дислокационные семейства, что сопровождается образованием пронизывающих дислокаций. Это относится как к варианту формирования Г-образных ДН (см. рис.1, 2 и 5а), так и к варианту вицинальных ориентаций ВО₂(001). Однако для начальных стадий процесса пластической релаксации различные варианты генерации Г-образных ДН [7-12] можно рекомендовать для формирования дислокационной границы раздела (рис.3е).

Отметим, что параллельные ветви Г-образных дислокаций, присутствующие в подложке гетероструктуры SiO₂/Si₃N₄/Ge(111), могут вступать в реакцию с дислокациями, которые возникают от края образца или мезы и скользят в плоскости, параллельной границе раздела (111). На рис. 7 показана дислокационная структура, возникшая в результате такого взаимодействия, и содержащая Ломеровские дислокации, параллельные границе раздела. Топограмма получена методом Бормана. На рис. 7а эти дислокации полностью погасли, поскольку для них выполняются оба условия: $g \cdot b = 0$ и (gbn) = 0. На рис. 76 и в они видны и расположены параллельно отрезку АВ, изображенному на рисунке б. Примечательно, что для обеих топограмм (рис. 76 и в) выполняется условие $g \cdot b = 1$, но в случае рис. 76 все отрезки Ломеровских дислокаций имеют однородный контраст, а в случае рис. 76 некоторые из них имеют бело-черно-белый контраст.

Работа выполнена при поддержке "Фонда содействия отечественной науке" и РФФИ (грант № 06-02-17476-а).

- 1. E.M. Trukhanov and A.V. Kolesnikov. Applied Surface Science 123/124 669 (1998).
- 2. E.M. Trukhanov, A.V. Kolesnikov, A. Lubas. Inst. Phys. Conf. Ser. No 155 299 (1997).
- E.M. Trukhanov, K.B. Fritzler, G.A. Lyubas and A.V. Kolesnikov. Applied Surface Science 123/124 664 (1998).
- A.V. Kolesnikov, A.P. Vasilenko, E.M. Trukhanov, A.K. Gutakovsky. Applied Surface Science, 166, № 1-4 57 (2000).
- Е.М. Труханов, А.В. Колесников, А.П. Василенко, А.К. Гутаковский. Физика и техника полупроводников 36 вып.3 309 (2002).
- 6. J.E. Ayers, S.K. Ghandhi, L.J. Schowalter. J. of Crystal Growth 113, Iss. 3-4 430 (1991).

0.5 мм B

Рис. 7. Ломеровские дислокации в системе $SiO_2/Si_3N_4/Ge(111)$, залегающие параллельно границе раздела.

- F.K. LeGoues. Phys. Review Lett. 72, N.6 876 (1994).
- H. Strunk, W. Hagen, E. Bauser, Appl. Phys. 18 67 (1979).
- 9. B. Beanland, J. Appl. Phys. 72 4031 (1992).
- 10. Lefebvre, C.Herbeaux, C. Bouillet, J. Dr Persino, Phil. Mag. Lett. 63 23 (1991).
- F.K. LeGoues, B.S. Meyerson, J.F. Morar, P.D. Kirchner, J.Appl.Phys. 71 4230 (1992).
- J.L. Jordansweet, P.M. Mooney, M.A. Lutz, R.M. Feenstra, J.O. Chu, F.K. Legoues. J.Appl.Phys. 80 89 (1996).

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ Лиированного управления пар

ТЕРМОИНДУЦИРОВАННОГО УПРАВЛЕНИЯ ПАРАМЕТРАМИ РЕНТГЕНОВСКИХ ДИФРАКЦИОННЫХ МАКСИМУМОВ КРИСТАЛЛОВ

В.Н. Трушин, А.С. Маркелов, Е.В. Чупрунов, А.А. Жолудев

Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского 603950, Нижний Новгород, Россия, trush@phys.unn.runnet.ru

Известно. что тепловым воздействием света на поверхность дифрагирующего кристалла можно угловое корректировать положение брэгговских отражений [1]. Тем самым могут компенсированы быть рассогласования положений дифракционных угловых максимумов кристаллов, вызванные вариациями параметров решетки на поверхности образцов, блочностью их структуры, а также присутствием в спектре излучения разных длин волн, например, Кα₁,α₂ линий характеристического спектра рентгеновского излучения.

В работе исследуется влияние неоднородного теплового воздействия светового пучка на угловое смещение дифракционных максимумов (064) кристалла KDP, соответствующим Си Ка₁, а₂ линиям спектра характеристического рентгеновского излучения.

Эксперимент проводился на двухкристальном рентгеновском спектрометре по методике описанной в [1].

Локальный нагрев поверхности кристалла (пластина размером 35×35×6 мм³) со стороны области дифракции осуществлялся световым пучком от проекционной лампы. Схема эксперимента и положение дифракционных пучков, соответствующих линиям спектра Кα₁ и Кα₂ на поверхности кристалла, показана на рис.1а. Дифракционные линии спектра $K\alpha_{1,}$ $K\alpha_{2,}$ изображение которых на пленке (1), соответствуют показано дифракционному отражению (511)ОТ кристалла – монохроматора германия [1].

На рис.1b показаны топограммы 1, 2, 3 поверхности кристалла, снятые при светоиндуцированном нагреве α₂ – области поверхности кристалла до температур 22, 28 и 30°С, соответственно (α_1 и α_2 – области это части поверхности кристалла соответствующие положениям дифракционных пучков от Кα₁ и Кα₂ линий Топограммы снимались спектра). на максимуме кривой отражения от α₁ – области поверхности кристалла.



Рис.1. а - схема эксперимента где: 1 - Кα₁, Кα₂ линии дифракционного спектра рентгеновского излучения; 2 – образец; 3 – поглощающие покрытие; 4 – световой пучок; 5 – транспарант; 6 – рентгеновская пленка; 7 – счетчик. b – топограммы 1 ,2, 3 поверхности кристалла, полученные при нагрева α₂ – области поверхности кристалла, до температур 22, 28 и 30°С, соответственно.

На рис.2а показана температурная зависимость углового смещения кривой качания отражения (064) кристалла KDP. Кривая состоит из двух максимумов α₁ и α₂, начальное и конечное положение которых показано на кривых 1 и 5, соответственно. Начальное угловое положение максимумов на кривой 1 определялось разностью в длинах волн линий спектра и положением областей дифракции на поверхности кристалла.



Рис.2. Температурная зависимость угловых положений дифракционных максимумов 064 кристалла KDP, соответствующих K α_1 , K α_2 линиям дифракционного спектра рентгеновского излучения. а – кривые 1, 2, 3, 4 ,5 снятые при нагреве α_2 – области поверхности кристалла, до температур 22, 27, 28, 30 и 34°C, соответственно. b – зависимость относительного углового положения центров тяжести кривых α_1 и α_2 , от температуры нагрева α_2 – области поверхности кристалла.

При светоиндуцированном изменении температуры α_2 - области кривая в целом смещается в сторону меньших углов, одновременно наблюдается уменьшение углового расстояния между её максимумами. Кривые 2,3,4,5 соответствуют нагреву α_2 - области поверхности кристалла до температур 27, 28, 30 и 34°С, соответственно.

Совмещение максимумов от дифракционных линий спектра происходило при $t = 30^{\circ}$ С, кривая 4.

Разницу в температурах ΔT_{λ} между областями дифракционных спектров на поверхности кристалла, при которой возможно их угловое совмещение определяется формулой:

$$\Delta T_{\lambda} = -ctg\Theta \cdot \Delta \Theta_{\lambda} / \alpha ,$$

где: Θ – угол Брэгга; $\Delta \Theta_{\lambda}$ - угловое рассогласование между дифракционными спектрами излучения; α – значение коэффициента теплового расширения в направлении вектора обратной решетки.

На рис.2b показана зависимость относительного углового положения α_1 и α_2 пиков, от температуры нагрева α_2 – области поверхности кристалла.

Используя определенные внешние воздействия на поверхность дифрагирующего например ультразвуковые кристалла, колебания [2], управлять можно рентгеновскими пучками. Управление параметрами рентгеновских пучков, также как и в случае использования теплового воздействия света [1], осуществляется за счет управляемой деформации кристаллической

решетки, вызывающей угловое рассогласование дифракционных максимумов кристаллов.

С помощью теплового воздействия поверхность дифрагирующего света на кристалла можно локально корректировать его параметры, управлять пространственным распределением интенсивности в рентгеновском пучке. Это позволяет рентгеновские на формировать пленке функционально связанные с изображения оптическим изображением, формируемым на поверхности дифрагирующего кристалла [3]. Разрешающая способность полученных таким образом изображений рентгеновских определяется рядом факторов. Определяющими являются теплопроводность, термоупругие параметры и совершенство кристаллической структуры кристалла.

На рис.1.а показаны КДО (226), полученные геометрии Брэгга в OT «черненой» поверхности Z среза кристалла KDP, снятые в исходном состоянии (кривая 1) в условиях освещении части и его поверхности светом (кривая 2). Освещение осуществлялось через транспарант в виде буквы «**S**», рис.3с. Изменение температуры области освещения по отношению к неосвещенной области составляла около 2,5°С. На рис.1.b приведены топограммы части поверхности кристалла, снятые в различных точках КДО (положения точек указано стрелками). Из рисунка видно, что контраст топограмм зависит от углового положения рабочей точки на КДО. Топограмма (1) соответствовала угловому положению освещаемой области, (2) области вне освешения.



Рис.3. (а) - Кривые дифракционного отражения кристалла КDP от черненой поверхности Z среза (226) в геометрии Брега, снятые в исходном состоянии (кривая 1), и при освещении светом части поверхности (кривая 2) через транспарант в виде буквы "**S**"; (b)- топограммы (1,2) участка поверхности кристалла, полученные в указанных точках на кривой КДО; (c) – схема теплового воздействия; (d) – распределение температуры, рассчитанное на глубине 5 мкм от поверхности кристалла.

Экспериментально определенная разрешающая способность рассматриваемого метода формирования изображений составила около 60 пар линий на дюйм, что согласуется с рассчитанной предельной разрешающей способностью для этого случая ~ 80 пар линий на дюйм.

Приведенные экспериментальные данные показывает, что тепловым

воздействием света на кристалл можно корректировать положение угловое брэгговских отражений, управлять пространственной структурой рентгеновских пучков, угловым положением и формой максимумов дифракционных спектров рентгеновского излучения, что может быть использовано для уменьшения аберраций рентгенооптических систем.

[1] В.Н.Трушин, А.А.Жолудев, А.С. Маркелов, Е.В.Чупрунов. Термоиндуцированная корректировка параметров рентгеновских дифракционных максимумов кристаллов //ЖТФ,2004, том 74,

вып.7, С.121-122. [2] А.Б. Благов, М.В. Ковальчук, В.Г. Кон, В.В. Лидер, Ю В. Писаревский Исследование возможностей управления рентгеновским пучком с помощью кристалла подвергнутого длинноволновым ультразвуковым колебаниям // ЖЭТФ, 2005, Т.128, вып. 5 (11), С.893-903.

[3] В.Н.Трушин А.А.Жолудев, М.А.Фаддеев, Е.В.Чупрунов, А.Ф.Хохлов Формирование рентгеновских изображений воздействием оптического изображения на дифрагирующий кристалл ниобата лития // ЖТФ, 1997, Т.67, №9, С.76-79.

РЕНТГЕНОДИФРАКЦИОННЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ КРИСТАЛЛОВ КРЕМНИЯ, ОБЛУЧЕННЫХ ВЫСОКОЭНЕРГЕТИЧЕСКИМИ ЧАСТИШАМИ

И.М. Фодчук, <u>В.В. Довганюк</u>, Б.И. Гуцуляк Черновицкий национальный университет им. Ю. Федьковича 58012 Украина, Черновцы Коцюбинского, 2; e-mail: ss-dpt@chnu.cv.ua, ifodchuk@chnu.cv.ua

Наибольшей проблемой, возникающей при использовании полупроводниковых устройств, является изменение их параметров со временем и под действием внешних факторов, таких как температура и жёсткое излучение [1]. Любое изменение дефектно-примесной структуры и распределения напряжений по кристаллу в целом будет влиять на фотоэлектрические свойства кристалла, а, следовательно, и на характеристики устройства. Поэтому анализ изменения структурного совершенства кристаллов кремния, облученных высокоэнергетическими частицами, имеет важное научное и практическое значение.

В данной работе объектами исследований были бездислокационные образцы Cz-Si, легированные ионами бора, выращенные методом Чохральского, содержащие горизонтальные и радиальные полосы роста (период ~ 50-200 мкм), а также микродефекты. Входная поверхность (111). По данным инфракрасной спектроскопии концентрация кислорода – $n \sim 10^{18}$ см⁻³, концентрация ионов бора – $n \sim 10^{16}$ см⁻³. Удельное сопротивление 7.5 Ом.см.

Подготовлены две серии образцов, каждая их которых состояла из трёх кристаллов. По одному кристаллу из каждой серии выбраны в качестве контрольных образцов. По два кристалла из серий №1 и №2 облучались высокоэнергетическими электронами с энергией 18 МэВ дозами: 1,8; 3,6; 2,7; 5,4 кГрэй. Поверхность каждого кристалла прошлифована и протравлена.

Для исследования структурных изменений, возникающих в процессе длительного естественного старения, вызванных облучением высокоэнергетическими частицами использованы метолы кривых дифракционного отражения (КДО), рентгеноакустического резонанса и интегральной отражающей способности.

Измерения КДО осуществлялись на трёхосевом дифрактометре, на первых двух осях которого установлены два монохроматора (333) из бездислокационного кристалла германия, а на третьей оси – исследуемый образец кремния. Образования падающего рентгеновского пучка с характеристиками $\frac{Д_{\Pi}}{\Pi} \approx 5 \cdot 10^{-7}$ и ди $\approx 2''$ добились с помощью дисперсионного размещения монохромато-

ров и щелей.

Особенности рассеивания рентгеновских лучей в акустически возбужденных кристаллах позволили определить по толщинным распределениям интенсивности $I_h^A(x)$, характер распределения деформаций, вызванных структурными изменениями в кристаллах после облучения, а также в процессе их естественного старения на протяжении 9-ти лет (табл. 1, рис. 1 и 2).

Электронное облучение разными дозами приводит к увеличению, а в некоторых случаях и к уменьшению интегральной отражающей способности кристалла и изменению полуширины кривой качания (рис. 3) и перераспределению интенсивности на толщинных распределениях $I_h^A(x)$, полученных при выполнении условия рентгеноакустического резонанса [2].

Интересно, что релаксационные процессы, происходящие в контрольных образцах Si, не приводят к существенному уменьшению напряжений. По разному возросла (от 10 до 50%) относительная деформация є и фактор Дебая-Валлера L для всех облученных кристаллов (табл. 1). Это свидетельствует о том, что течение релаксационных процессов стимулирует возникновение дополнительных макронапряжений и локальных микронапряжений [1, 2]. Длительное старение облученных и необлученных образцов при комнатных температурах привело, в основном, к росту концентрации и размеров микродефектов. Причиной этого, вероятно, является происходящая низкотемпературная преципитация кислорода в SiO_x из пересыщенного твёрдого раствора и содействующие ей вторичные радиационные дефекты [3].

Для образцов кремния (№1б, №2б), облученные двойными дозами высокоэнергетических электронов наблюдается уменьшение значений полуширины КДО, статистического фактора Дебая - Валлера L и рост их отражающей способности. Это может свидетельствовать о том, что они становятся более однородными. В то же время для образцов №1а и №2а эти параметры увеличились, то есть увеличилась степень дефектности в сравнении с контрольными образцами.



Рис. 1. Профили $I_h^A(x)$ после 3-х лет старения (отражение (220), Мо K_{α} -излучение)



Рис. 2. Профили $I_h^A(x)$ после 9-ти лет старения (отражение (220), Мо K_{α} -излучение)



Рис. 3. Кривые дифракционного отражения кристаллов кремния. СиК_{α1}-излучение.

Таблица	1
гаолица	1.

Образец	Толщина, мм	Вид и доза облучения	µ _{d,} см ⁻¹	$L \cdot 10^2$	<i>R</i> , мкм	<i>n</i> , 10 ⁶ см ⁻³	Порядок отражения	Относительная деформация ε, 10 ⁻⁵
1	4.275	контрольный	3.1	4.9	10	1.8	333	контрольный
1a	4.235	электроны, 1.8 кГрэй	1.8	2.5	11	1.1	333	-0.4787
1б	4.277	электроны, 3.6 кГрэй	1.7	0.9	7	0.21	333	-2.0845
2	10.423	контрольный	1.8	0.49	10	0.75	333	контрольный
2a	10.511	электроны, 2.7 кГрэй	3.5	0.39	7	1.8	333	-4.9503
26	10.451	электроны, 5.4 кГрэй	1.7	0.97	18	0.054	333	-3.3288

Значения структурных параметров кристаллов Si в процессе естественного старения^{*}.

* Значения структурных параметров усреднены по данным рентгеноакустического резонанса, толщинных распределений интенсивности.

Некоторое улучшение структурной однородности для образцов №16 и №26, вероятно, можно связать с тем, что для них преимущественными являются длиннопериодные искажения структуры, эффективная длина деформаций которых *l** намного превышает Л. Из анализа кривых дифракционного отражения для этих кристаллов следует, что происходящая диффузия точечных дефектов приводит к релаксации напряжений, причем этот процесс интенсивнее проходит в кристаллах с большей дозой облучения.

Для распределений интенсивности $I_h^A(x)$ на рис. 1 и рис. 2 характерен существенный прирост интенсивности в центральной части профиля за счёт периферии, повышающийся при увеличении дозы электронов почти в два раза. Наблюдается размытие характерных провалов интенсивности $I_h^A(x)$ [4]. Возможно, это происходит из-за увеличения размеров кластеров, дислокационных петель или микродефектов А-типа, образующих в кристаллах эффективные деформационные поля с размерами больше Λ [5, 6].

В целом, естественное старение облученных монокристаллов Cz-Si на протяжении длительного времени сопровождается увеличением степени дефектности монокристаллического кремния. Наряду с образованием вторичных радиационных дефектов происходит укрупнение их собственных микродефектов [7, 8]. Возможно, именно из-за этого кривые дифракционного отражения этих образцов имеют характерный асимметричный вид (рис. 3). Причем увеличение энергии облучения приводит к эффективному уменьшению структурной неоднородности по объёму образца и росту концентрации мелких микродефектов В-типа (преципитатов SiO_x) вследствие релаксации макродеформационных полей, происходящей по разным механизмам.

Таким образом, из полученных данных следует, что облучение монокристаллов кремния высокоэнергетическими частицами приводит к неоднозначным изменениям их дефектной структуры в процессе длительного естественного старения.

- [1]. Мачулин В.Ф., Хрупа В.И. Рентгеновская диагностика структурного совершенства слабоискаженных кристаллов.- Киев, Наукова думка, 1995.-191с.
- [2]. Entin I.R. Theoretical and experimental study of X-ray acoustic resonance in perfect silicon crystals // Phys. Stat. Sol.B.-1978.-V.90, N2.-P.575-584.
- [3]. В.М. Бабич, Н.И. Блецкан, Е.Ф. Венгер. Кислород в монокристаллах кремния - Киев: Інтерпрес ЛТД, 1997)
- [4]. Т.Г. Гуцуляк, В.Т. Маслюк, А.В. Олийныч-Лисюк, Н.Д. Раранский, И.М. Фодчук. Дефектообразование в кристаллах кремния после высокоэнергетического электронного и γоблучения //УФЖ.- 2003.- 48, №9. - С.43-49
- [5]. Н.Д. Раранский, И.М. Фодчук, В.Т. Маслюк, А.Г. Гимчинский, П.Е. Мармус. Рентгенодифракционные исследования структурных изменений в монокристаллах Si, облученных высокоэнергетическими электронами // Неорганические материалы. -1997.- т.33, N2-с.139-141
- [6]. Gimchynsky O.G., Gutsulyak B.I., Oleynich-Lysyuk A.V. Raransky M.D., Swiatek Z. Structural changes of silicon crystals after high energy electron irradiation // Proc. SPIE. Bellingham. – 2004. - 5477. P. 215-221.
- [7]. Молодкин В.Б., Олиховский С.И., Осиновский М.Е. Динамическая теория диффузного рассеяния излучений в кристаллах с дефектами кулоновского типа (лауэ-дифракция). // Металлофизика, - 1983. - Т.5, №5. - С. 3 -11.
- [8]. Молодкин В.Б., Олиховский С.И., Осиновский М.Е., Кочелаб В.В., Казимиров А.Ю., Ковальчук М.В., Чуховский Ф.Н. Применение в трехкристальной рентгеновской дифрактометрии динамической теории рассеяния кристаллами с однородно распределенными дефектами. // Металлофизика - 1984. - Т.6, №3. -С.7-15.

МОДЕЛИРОВАНИЕ РЕНТГЕНОВСКИХ ДИФРАКЦИОННЫХ ИЗОБРАЖЕНИЙ ДИСЛОКАЦИОННЫХ ПЕТЕЛЬ

<u>И.М. Фодчук</u>, С.Н. Новиков, Д.Г. Федорцов

Черновицкий национальный университет им. Ю.Федьковича, ул. Коцюбинского, 2, 58012 Черновцы, Украина, E-mail: ss-dpt@chnu.cv.ua

С целью получения информации об источниках дислокаций, которые находятся в объеме кристаллов, в работах [1-12] с помощью методов рентгеновской топографии и электронной микроскопии [13] изучались дислокационные петли, генерированные микродефектами, а также другие характеристики микродефектов, которые важны для понимания их природы, типов, механизмов образования. Во всех образцах с А-, В- и D- микродефектами достигнута генерация дислокационных петель объемными источниками. Петли образовывали скопления, но в тех случаях, когда наблюдались отдельные, большие, ни с чем не связанные петли, они имели преимущественно гексагональную форму и были скользящими с вектором Бюргерса *а*/2<110> [8].

Цель данной работы – проведение на основе уравнений Такаги численного расчета дифракционных изображений дислокационных петель на секционных топограмах и исследование влияния их размеров и расположения на отражающую способность кристалла в целом.

Простейшую модель дислокационной петли (ДП) можно построить в виде сферически симметричных включений разных размеров и мощностей. Геометрически такую петлю можно представить в виде окружности [14, 15]. Вместе с тем, в любом кристалле дислокации и ДП не могут быть произвольно расположены. Необходимо учитывать особенности кристаллического строения и привязывать саму модель к кристаллографической системе координат. Для кремния типичными являются простейшие дислокации, вектор Бюргерса которых равняется $\vec{b} = a/2 < 110 > [1]$, т.е.: винтовая



Рис. 1. Модели ДП в виде гексагона (а-в). (1) и (2) – размещение ДП внутри палатки Бормана (б). $\vec{\xi}$ – направление дислокационной линии.

дислокация; 60-градусная дислокация с вектором Бюргерса; краевая дислокация, находящаяся в плоскости скольжения {100}. Поэтому, представление ДП в виде гексагона на рис.1а,6 сегменты которого сориентированы вдоль направлений <110> (60-градусные дислокации), а векторы Бюргерса $\vec{b} = a/2 <110$ > каждого дислокационного отрезка лежат в плоскости петли, является, по-видимому, наиболее вероятным модельным представлением скользящей ДП [15]. Для призматических дислокационных петель наиболее возможными моделями являются представления ДП на рис.1в.

Для изотропной среды в случае размещения линии дислокации вдоль оси *Oz* выражения общее выражение для смещений прямолинейной дислокации дано в [16,17]:

$$\vec{U}(\vec{\rho}) = \frac{1}{4\pi} \left(-\Omega \vec{b}' - \frac{1-2\nu}{1-\nu} [\vec{t}' \times \vec{b}'] \ln \rho + \frac{1}{1-\nu} \frac{[\vec{t}' \times \vec{b}'] \cdot \vec{\rho}}{\rho^2} \vec{\rho} \right),$$

где Ω – телесный угол, стянутый в точке поля положительной стороной полубесконечной плоскости, границей которой является линия дислокации, $\vec{\rho}$ – радиус-вектор.

Для расчета значений функции локальных разориентаций $\alpha(\vec{r})$ в общем случае создана специальная программа, с помощью которой высчитываются матрицы перехода от кристаллографической системы координат к системе координат плоскости рассеяния, а потом к системе координат дислокации, в которой известны аналитические выражения для поля смещений.

Моделирование дифракционных рентгеновских изображений ДП разных размеров на секционных и проекционных топограммах проводилось для кристалла с кристаллографической ориентацией входной поверхности (111), толщиной t=2000 мкм, с использованием (440) отражения CuK_{α_1} и МоК $_{\alpha_1}$ излучений в геометрии дифракции по Лауэ. Это позволило реализовать случаи "тонкого" ($\mu t < 1$), промежуточного ($\mu t \sim 3$) и "толстого" (µt>10) кристаллов. Диаметр дислокационных петель D изменялся от 1 до 80 мкм. ДП размещались в плоскостях (111), (111), (111) и (111). Построение распределения интенсивности на топограммах осуществляется с помощью специально созданной программы, которая переводит числовые значения в двумерные изображения с помощью 256-уровневой шкалы интенсивности.

Скользящие дислокационные петли (рис.1а,б)

Анализ сечений $\alpha(\vec{r})$ показал, что для нее характерна сложная лепестковая структура. Размещение лепестков $\alpha(\vec{r})$ в пространстве зависит от положения вектора дифракции \vec{h} по отношению к векторам Бюргерса \vec{b} каждого дислокационного сегмента.

Рассчитанные дифракционные изображения ДП (D=1мкм) приведены на рис.2. В центре топограммы кроме лепесткового распределения интенсивности вдоль вектора дифракции наблюдается тонкая осцилляционная структура в распределении интенсивности, связанная, по-видимому, с интерференцией вне дефекта тех волновых полей, которые проходят отдаленно от него и тех, что могут образовываться в сильном деформационном поле, вследствие, так называемого, эффекта межветвевого рассеяния рентгеновских лучей [3,4,7]. При изменении направления вектора b на противоположное, в целом, изображение на рис.2а изменяется на противоположное на соответствующих рис.2б. Вместе с тем, отдельные детали изображения близ дефекта в области значительных $\alpha(\vec{r}) >> |\chi_h|$ ($|\chi_h|$ – коэффициент Фурье-поляризуемости кристалла) не полностью симметричные и различаются распределением интенсивности.



Рис. 2. Дифракционные изображения ДП (соответсвенно рис.1а) (а), (рис.1б) (б), D=1 мкм. $\mu t=3$. z – расстояние от выходной поверхности.



Рис.3 Скользящая ДП D=10 мкм, находящаяся на расстоянии 500 мкм (а) и 1000 мкм (б) от выходной поверхности. $\mu t=30$ (а), $\mu t=12$ (б).



Рис. 4. Дифракционные изображения скользящих ДП з различными векторами Бюргегса. D=10 мкм. µt=3.

На изображение деформационного поля петли также влияет глубина ее залегания: значительно трансформируются ее отдельные лепестки (ослабляются), размеры (ширина) уменьшаются, исчезает тонкая осцилляционная структура изображения вдоль вектора дифракции (рис.3). Причиной таких изменений является, наверное, разный вклад ротационных и дилатационных составных деформационных полей от разных сегментов ДП в общую функцию локальных разориентаций.

С целью выявления особенностей формирования лепестковой структуры изображений ДП больших размеров проводился расчет секционных (и проекционных) топограмм для различных по размерам ДП. Тонкая структура в распределениях интенсивности на изображениях ДП изменяется – вклад в каждую из частей изображения, которые находятся по разные стороны от сечения центра петли плоскостью дифракции, становится существенно различным. Наблюдалось уменьшение количества осцилляций интенсивности вдоль вектора дифракции, но вместе с тем их тонкая структура становилась более сложной, что связано, наверно, с тем, что с увеличением размеров петли в большей мере проявляются индивидуальные особенности каждого сегмента ДП.

Поскольку плоскости типа {111} размещены под разными углами к плоскости дифракции (110), то функция $\alpha(\bar{r})$ для ДП, размещенной соответственно в плоскостях (111), (111) и (111) является разной по форме, состоит из двух лепестков по-разному ориентированных по отношению к вектору дифракции. Этим предопределяется большое разнообразие дифракционных изображений ДП (рис.4) даже в пределах одного модельного представления.

В зависимости от плоскости залегания ДП и ее типа дифракционное изображение может изменяться не только на противоположное, соответственно для плоскостей (111) и ($\overline{1}11$) (рис.4а), но и значительно ослабляться (рис.4б для тех же плоскостей) или усиливаться (рис.4г для плоскостей ($\overline{1}11$) и ($11\overline{1}$)). В целом, за исключением отдельных деталей, это разнообразие дифракционных изображений ДП зависит от вклада скалярных произведений (\overline{hb}) отдельных сегментов ДП в общую функцию локальных разориентаций [3,11], ведь в этих произведениях "спрятана" ориентационная зависимость залегания ДП по отношению к плоскости дифракции

Отметим, что экстинкционные модуляции интенсивности свойственны не только прежним волновым полям, но могут возникать и в вновь рожденных волновых полях. В реальных случаях на передний план, как правило, выступают эффекти интерференции слабопоглощающихся блоховских волн, которые принадлежат старым и новым волновым полям. Эти эффекты наблюдаются даже в условиях сильного поглощения и обуславливают возникновение характерного полосчатого контраста, где каждая полоса соответствует кратной 2π разнице фаз между блохов-

скими волнами старого и нового полей.

Призматические петли (рис.1.д,е)

Петля размещалась в плоскости {111}, а вектор Бюргерса соответственно имел ориентацию $\vec{b} = a/3 < 111>$, что характерно для дислокационной петли Франка. Для призматической петли, которая параллельна поверхности, в случае выбранной для моделирования отражающей плоскости (4 $\vec{4}$ 0) и $\vec{b} = a/3[111]$ или $\vec{b} = a/3[111]$, произведение ($\vec{h}\vec{b}$)=0 для всех ее сегментов. Поэтому расчет изображения проводился для призматических петель, расположенных под углом к поверхности кристалла, где $\vec{b} = a/3[111]$, $\vec{b} = a/3[111]$ (рис.5).



Рис. 5. Дифракционные изображения призматических ДП: z=1000 мкм (а,г),и z=1800 мкм (б,г), D=10 мкм. $\vec{b}=1/3$ [1 $\overline{1}$ $\overline{1}$] (а,б) и $\vec{b}=1/3$ [$\overline{1}$ 11] (в,г). Плоскость залегания ($\overline{1}$ 11).



 $\vec{b} = 1/3[1\overline{1}\overline{1}]$ (a), $\vec{b} = 1/3[\overline{1}11]$ (6). $\mu t=12$.

Кроме изменения контраста изображения на противоположный при изменении направления вектора Бюргерса, наблюдается также симметрия изображения относительно линии, параллельной вектору дифракции. Это, наверное, связано с тем, что в данном случае все сегменты призматической ДП имеют одинаково направленные вектора Бюргерса. Присутствует тонкая осцилляционная структуры в распределении интенсивности вдоль вектора дифракции, под углом к нему появляются две полосы, которые пересекаются в центре изображения. Контраст этих полос зависит от плоскости и глубины размещения ДП и изменяется на противоположный при изменении знака вектора \vec{b} .

Характер рассеяния рентгеновских лучей на деформационных полях, которые создаются разными по размерам, кристаллографическому и пространственному расположению ДП, сложный и разнообразный. В зависимости от их кристаллографического и пространственного расположения происходят значительные трансформации дифракционных изображений: усиление или угнетение одной из частей изображения, ослабление всего изображения почти до уровня фона, смещение одной части изображения относительно другой. Все это объясняется суммарным влиянием произведений ($\vec{h}\vec{b}$) для каждой части петли на общую функцию $\alpha(\vec{r})$, которую для ДП аналитически выразить невозможно.

Для более полной интерпретации экспериментальных данных необходимо проводить теоретические исследования механизмов формирования дифракционных изображений различных структурных дефектов, которые могут возникать в кремнии. Для этого нужно создать специальные програмные продукты, позволяющие рассчитать рентгеновские топографические изображения дефектов и их комплексов и на этой основе создать атлас рентгенодифракционных изображений.

Проведено также моделирование топографических изображений различного типа микродефектов, дислокаций, дислокационных петель, дислокационных барьеров Ломера-Котрела и их комплексов в зависимости от пространственного расположения, а также случаев тонкого ($\mu t \sim 1$) или толстого ($\mu t > 10$) кристаллов. Наиболее характерные топограммы с изображениями таких дефектов приведены на рис.7 – рис.9.



Рис.7. Изображение сферических микродефектов концентрацией 10^6 см⁻³.в Si. Отражение (440) Мо K_{α} -излучения. $\mu t=12$.

Проведено сравнение дифракционных изображений ДП, рассчитанных по уравнениях Такаги–Топена и по уравнениях Инденбома– Чамрова. Отметим, что в общих чертах между ними имеется хорошее соответствие, однако в тонкой структуре изображений наблюдается ряд существенных различий.



Рис.8. Секционные топограммы 72°-ной дислокации $\mu t=1$ (а), $\mu t=10$ (б).



r) $\vec{\xi} = [101], \ \vec{b} = 1/6[12\overline{1}]$

Рис.9. Дифракционные изображения дислокационного барьера Ломера-Котрела типа внедрения (а) и его составляющих (б-г). ξ – направление дислокационной линии. Отражение (440) Си*К*αизлучения. μ*t*=12.

Таким образом разнообразие рентгеновских дифракционных изображений дислокационных петель на расчетных топограммах объясняется суммарным вкладом произведений $(\vec{h} \cdot \vec{b})$ каждого из сегментов петли в общую функцию локальных разориентаций $\alpha(\vec{r})$, а также ориентацией отдельных ее сегментов по отношению к вектору дифракции и к направлениям распространения дифрагированных лучей.

- [1] Родес Р.Г. Несовершенства и активные центры в полупроводниках (М.: Металлургия: 1968).
- [2] Шейхет Є.Г., Фалькевич Є.С., Неймарк К.Н., Червоный И.Ф., Шершель В.А., *ФТТ*, **26**, №1: 207 (1984).
- [3] Authier A., *Dynamical theory of X-ray diffraction* (New-York: Oxford University Press: 2001).
- [4] Authier A., Balibar E., Epelboin Y., *Phys.Stat.Sol.*, 41, No.1: 225 (1970).
- [5] Suvorov E.V., Indenbom V.L., Gorelik O.S., Rusakova I.A., Chamrov V.A., *Phys. Stat. Sol. (a)*, **60**: 27 (1980).
- [6] Суворов Э.В. Рентгеновская оптика блоховских волн в кристаллах с дефектами. - Дис. докт. физ.мат. наук. ИФТТ, Черноголовка. - 1981. - 289 С.
- [7] Indenbom V.L., Kaganer V.M., *Phys. Stat. Sol. (a)*, 87: 253 (1985).
- [8] Гусева Н.Б., Шейхет Э.Г., Шпейзман В.В., Шульпина И.Л., ФТТ, 28, вып. 10: 3192 (1986).
- [9] Данильчук Н.Д. Бормановская рентгеновская топография дефектов в кристаллах с медленно изменяющимися полями деформаций: Автореф. дис. доктора физ.-мат. наук. - Киев, 1992. - 28 с
- [10] Данильчук Л.Н, Дроздов Ю.А., Окунев А.О. и др., Заводская лаборатория. Диагностика материалов, 68, №11:24 (2002).
- [11] Данильчук Л.Н, Окунев А.О., Тез. докл. международного научного семинара "Современные методы анализа дифракционных данных" (Великий Новгород, Россия, 2004), С.57.
- [12] Holland A.J., Tanner B.K., J. Phys. D: Appl. Phys., 28 (1995) A27-A32
- [13] Таланин И.Е., Таланин В.И., *Металлофизика и* новейшие технологии, **26**, №3: 310 (2004).
- [14] Теодосиу К., Упругие модели дефектов в кристаллах (М.: Мир: 1985).
- [15] Хирт Дж., Лоте И., *Теория дислокаций* (М.: Атомиздат: 1972).
- [16] De Wit R., Phys. Stat. Sol., 20: 567 (1967).
- [17] De Wit R., Phys. Stat. Sol., 20: 575 (1967).
- [18] Новиков С.Н., Раранский Н.Д., Федорцов Д.Г., Фодчук И.М., *Металлофизика и новейшие технологии*, **24**, №2: 197 (2002).
- [19] Fodchuk I., Novikov S., Fedortsov D., *Phys. Stat. Sol. (a)*, **201**, №4: 711 (2004).
- [20] Гевик В.Б., Новиков С.М., Федорцов Д.Г., Фодчук І.М., Металлофизика и новейшие технологии, 27, №9: 1237 (2005).

Использование вэйвлет преобразования для анализа сигналов и изображений, полученных рентгеновскими методами.

М. Чукалина¹, Х. Функе²

¹Институт проблем технологии микрэлектроники РАН, Черноголовка, Россия. ²Источник синхротронного излучения, Гренобль, Франция E-mail: marina@ipmt-hpm.ac.ru

Цель данной работы состоит в том, чтобы продемонстрировать возможности и ограничения метода обработки сигналов и изображений, основанного на применении вэйвлет преобразования. Представлено краткое введение в вэйвлет анализ, дано определение частотновременого разрешения метода, приведены примеры использования метода для анализа дальней тонкой структуры рентгеновских спектров и изображений.

1. Введение

В теории решения обратных задач, когда по измеренному сигналу необходимо охарактеризовать среду, сформировавшую этот сигнал, частотный анализ сигнала занимает особое место. В последнее время вэйвлет преобразование, как инструмент частотновременного анализа, стало применяться для обработки физических сигналов. Основная его идея состоит в том, что в качестве базисной функции используется функция, обладающая свойством локальности, которая масштабируется и смещается, чтобы покрыть все частотновременное пространство [1,2].

В данной работе мы хотели показать, каким образом использование вэйвлет анализа помогло в интерпретации экспериментальных данных. Первая задача – исследование структуры локального окружения заданного химического элемента методом EXAFS спектроскопии [3-5]. Вторая – использование вэйвлет-преобразования для обработки изображений

Статья организована следующим образом. В первой части даются основные понятия вэйвлет анализа. Bo второй части рассматривается применение вэйвлет преобразования для анализа EXAFS спектра. В _ проведен анализ обработки третьей изображения с применением вэйвлет анализа.

2. Краткое введение в вэйвлет анализ.

Если функция f(t) рассматривается как аналоговый сигнал с конечной энергией,

определяемой нормой $\left\|f\right\|_{2} = \left[\int_{-\infty}^{\infty} f(t)^{2} dt\right]^{\frac{1}{2}}$, то

преобразование Фурье

$$f(\omega) = \int_{-\infty}^{+\infty} f(t)e^{i\omega t}dt , \qquad (1)$$

функции представляет собой частотный спектр сигнала. Здесь ω - частота, t - переменная величина, по которой проводится измерение (время, энергия и т.д.). Однако, формула не удобна для некоторого класса сигналов, поскольку не отражает динамику частот спектра во времени.







Рис.2.

На рис.1. представлен сигнал, содержащий три частотные компоненты 1*Hz*, 2*Hz*, 3*Hz* на

заданном интервале времени. На рис.2. представлен модуль его преобразования Фурье.

На рисунке 2 отчетливо видны лишь два максимума. Если же в качестве ядра интегрального уравнения (1) использовать не бесконечные волны $(\sin \omega t, \cos \omega t)$, а волны

ограниченные, например, $\sin \omega t \exp \left(-\left(\frac{t^2}{2\sigma}\right)\right)$

где σ некоторый параметр, то можно сигналов, частотные проводить анализ компоненты которых неустойчивы во времени. Что и было предложено в 1946 году Габором. Однако, размер окна, которым ограничена волна, остается постоянным для всех длин волн, содержащихся в сигнале, что не очень удобно, поскольку разное число периодов для разных длин волн попадает в окно. Хотелось бы иметь гибкое частотно-временное окно, которое автоматически сжимается при анализе высоких частот и расширяется при анализе низких. Преобразование, которое обладает такой способностью сжатия и растяжения и есть интегральное вэйвлет преобразование [6]:

$$W_f^{\psi}(a,b) = \frac{1}{\sqrt{a}} \int_{-\infty}^{\infty} f(t) \psi^*\left(\frac{t-b}{a}\right) dt \quad (2)$$

Здесь *a* - параметр растяжения, *b* - параметр сдвига, ψ - функция базисного вэйвлета и * - знак комплексного сопряжения. Обратим внимание, что $\psi\left(\frac{t-b}{a}\right)$ получена из одной вэйвлет функции $\psi(t)$ в результате ее сдвига на *b* и растяжения в *a* раз. На практике функция ψ может использоваться в качестве базисного вэйвлета только в том случае, если обратная формула:

$$f(t) = \frac{1}{C_{\psi}} \int_{-\infty-\infty}^{\infty} W_f^{\psi}(a,b) \frac{1}{a^2} \psi\left(\frac{t-b}{a}\right) dadb \quad (3)$$

существует. Здесь $C_{\psi} = \int_{-\infty}^{\infty} \frac{|\psi(\omega)|}{|\omega|} d\omega$. Откуда

следует, что функция $\mathcal{W}(\omega)$ (преобразование Фурье функции $\mathcal{W}(t)$) обращается в нуль в начале координат, другими словами

$$\int_{-\infty}^{\infty} \psi(t) dt = 0$$

Это, так называемое, условие допустимости. Заметим, что одно и то же ядро, с точностью до знака комплексного сопряжения, используется для обоих интегральных преобразований (2) и (3).

Далее в работе для анализа EXAFSспектров используется вэйвлет Морле:

$$\psi(t) = \frac{1}{\sqrt{2\pi\sigma}} \left(\exp(i\eta t) - \exp\left(-\frac{\eta^2}{2}\right) \right) \exp\left(-\frac{t^2}{2\sigma^2}\right) . (5)$$

Параметр η задает число колебаний под покрывающей Гаусса в том случае, если $\sigma = 1$. Введение константы $-\exp\left(-\frac{\eta^2}{2}\right)$ гарантирует выполнение условия допустимости.

 $\left| \begin{array}{c} 0.5 \\ 0.4 \\ 0.3 \\ 0.2 \\ 0.1 \\ 0.0 \\ 0.1 \\ 0.2 \\ 0.3 \\ 0.4 \\ 0.$



На рис.3 представлены реальная и мнимая части функции Морле. Значения параметров $\eta = 5$ и $\sigma = 1$. Основным критерием выбора вэйвлета служит близость функциональной зависимости частотных компонент, входящих в сигнал, к виду выбираемой вэйвлет функции. Частотно-временное разрешение метода определяется размером частотно-временного окна, которое определяется следующим образом.

Пусть функция $\psi(t)$ и ее преобразование Фурье $\psi(\omega)$ имеют достаточно быстрое затухание, т.е. являются функциями окон [1]. Центр окна для любой функции ψ из

$$L^{2}(R)$$
 определяется как $t^{*} = \frac{1}{\left\|\psi\right\|_{2}^{2}} \int_{-\infty}^{\infty} t \left|\psi(t)\right|^{2} dt$,

как

радиус окна определяется

$$\Delta_{\psi} = \frac{1}{\left\|\psi\right\|_{2}} \left\{ \int_{-\infty}^{\infty} \left(t - t^{*}\right) \psi(t) \right|^{2} dt \right\}^{\frac{1}{2}}.$$
 (5)

T.e. величина интегрального вэйвлет преобразование аналогового сигнала (2)содержит в основном информацию о той части сконцентрирована сигнала, которая во временном окне $\left[b+at^{*}-a\Delta_{\psi},b+at^{*}+a\Delta_{\psi}
ight]$ с центром окна в $b + at^*$ и шириной равной $2a\Delta_w$. В анализе сигналов ЭТО называется временной локализацией. Частотное окно задается формулой $\left[\frac{\omega^*}{a} - \frac{1}{a}\Delta_{\mathscr{U}}, \frac{\omega^*}{a} + \frac{1}{a}\Delta_{\mathscr{U}}\right]$. Центр

окна находится в точке $\frac{\omega_*}{a}$, а ширина $2\frac{\Delta_{\psi}}{a}$.

Детальный анализ и вывод формул может быть найден в книге К. Чуи [1].

Размер введенного частотно-временного окна

$$\begin{bmatrix} b + at^* - a\Delta_{\psi}, b + at^* + a\Delta_{\psi} \end{bmatrix} \times \begin{bmatrix} \frac{\omega^*}{a} - \frac{1}{a}\Delta_{\psi}, \frac{\omega^*}{a} + \frac{1}{a}\Delta_{\psi} \end{bmatrix}$$
(6)

меняется в зависимости от положения его центра в частотно-временном пространстве. Окно сужается при больших частотных центрах и расширяется при малых. В то же время площадь частотно-временного окна остается постоянной, равной $4\Delta_{\mu\nu}\Delta_{\mu\epsilon}$.

Размер частотно-временного окна для вэйвлета Морле [5]:

$$\left[t - \frac{\eta\sigma}{\sqrt{2}\omega}, t + \frac{\eta\sigma}{\sqrt{2}\omega}\right] \times \left[\omega - \frac{\omega}{\sqrt{2}\eta\sigma}, \omega + \frac{\omega}{\sqrt{2}\eta\sigma}\right]$$

3. Анализ рентгеновских спектров дальней тонкой структуры.

Традиционно для интерпретации EXAFS спектров на первом шаге используется преобразование Фурье. Идеи использования такого метода анализа впервые были предложены и детально рассмотрены в работах Штерна, Литтла и Сауерса [7-10], где построена модель, описывающая колебания коэффициента поглощения центрального поглощающего атома в зависимости от энергии возбуждающего рентгеновского излучения. Модель выглядит следующим образом:

$$\chi(k) = S_0^2(k) \sum_{i=1}^n \frac{N_i}{R_i^2} \frac{F_i(k)}{k} \exp\left(-\frac{2R_i}{\lambda}\right) \exp\left(-2\sigma_i^2 k^2\right) \sin(2kR_i + \Psi)^{-1} (4)$$

Здесь χ - измеряемый спектр, нормированный на атомное поглощение, k - волновой вектор электрона, S - фактор ослабления амплитуды, n - число координационных сфер, N_i - число атомов в *i*-той координационной сфере, R_i - средний радиус i-той координационной сферы, F_i - амплитуда обратного рассеяния.

Множитель $\exp\left(-\frac{2R_i}{\lambda}\right)$ описывает процесс неупругого рассеяния фотоэлектрона окружением поглощающего атома при прохождении расстояния $2R_i$, λ - длина свободного пробега электрона. Множитель $\exp\left(-2\sigma_{i}^{2}k^{2}\right)$ введен ввиду необходимости учета тепловых колебаний рассеивающих атомов. Ч - суммарный сдвиг фаза на центральном и рассеивающем атомах. Если пренебречь сдвигом фазы, то расчет Фурье

преобразования, позволяет определить число ближайших координационных сфер и их радиусы (Рис.4.а – измеренный EXAFS спектр LDH структуры [13], Рис.4.b- Фурье преобразование спектра). Значения амплитуды обратного рассеяния, суммарного сдвига фазы и длины пути свободного пробега берутся из таблиц [11].



Рис.4 a,b.

Далее используется процедура подгонки для определения точных значений радиусов координационных сфер, числа атомов в координационных сферах и фактора σ . Большие трудности при интерпретации спектров возникают в том случае, если координационная сфера содержит атомы разных типов. Т.е. под олним пиком в преобразовании Фурье "уложены" процессы рассеяния на атомах разного типа.

Именно для таких случаев несколько лет назад была предложена идея использовать вэйвлет преобразование в дополнение к преобразованию Фурье [3]. На рисунке 5 представлена обзорная частотно-временная карта спектра, изображенного на рис.4.



Рис.5.

Изменив параметры вэйвлета, т.е. изменив размер частотно-временного окна в соответствии с услловием (6), можно повысить разрешение в требуемом направлении (Рис.5).



Рис.5.

Идея основана на том, что функция, которая описывает амплитуду обратного рассеяния атомов заданного типа, имеет локальные максимумы в пространстве энергий (волновых векторов) и положение максимумов зависит от типа атома. Т.е. на частотно-временной карте сигнала можно идентифицировать вклады от разного типа атомов в одной координационной сфере (Рис.5).

4. Применение вэйвлет преобразования для анализа изображений и выделения дефектов

Недавно группа из Великого Новгорода [13] предложила использовать вэйвлет метод для анализа топограмм (Рис.7).



Рис.7.

Несколько различных вэйвлет-базисов были использованы для фильтрации изображений (Рис.8) с целью устранения

влияния зернистости фотоэмульсии на расшифровку топографического контраста и надёжную идентификацию дефектов структуры монокристаллов.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке РФФИ 06-02-16117-а, 05-01-00984-а, CBP.NR, CLG 981 353.

- [1] Chui, C.K., An Introduction to Wavelets. Academic Press, San Diego, London (1992).
- [2] Mallat, S., A wavelet tour of signal processing, 2th ed. San Diego, San Francisco, New York, Boston, London, Sydney, Tokyo: Academic Press (1998).
- [3] Funke, H. and M.V. Chukalina, Research Center Rossendorf, Reports FZR-343, 45 (2001).
- [4] Funke, H., M.V. Chukalina and A. Sheinost, Annual Report FZR-443,47(2005).
- [5] Funke, H., A. Sheinost and M.V. Chukalina, Phys. Rev. B 71, 094110(2005).
- [6] Grossmann, A. and J. Morlet, SIAM J. of Math. Anal. 15, 723(1984).
- [7] Sayers, D.E.; E.A. Stern and F.W. Lytle, *Phys. Rev. Lett.* 27, 1204(1971).
- [8] Stern, E.A., Phys. Rev. B 10, 3027(1974).
- [9] Lytle, F.W.; D.E. Sayers and E.A. Stern, *Phys. Rev. B* 11, 4825(1975).
- [10] Stern, E.A.; D.E. Sayers and F.W. Lytle, *Phys. Rev. B* 11, 4836(1975).
- [11] Teo, B.K., EXAFS: Basic Principles and Data Analysis Springer, Berlin Heidelberg New York Tokyo(1986).
- [12] Ankudinov, A.L., B. Ravel, J. J. Rehr and S. D. Conradson, *Phys. Rev. B* 58, 7565(1998).
- [13] Scheinost, A.C., R. Kretzschmar, S. Pfister and D.R. Roberts, Environ. Sci. Technol. 36, 5021(2002).
- [14] Ткаль В.А., Окунев А.О, Белехов Я.С., Петров М.Н., Данильчук Л.Н Электронный журнал "Исследовано в России", 211, 051102, 2181(2005)

http://zhurnal.ape.relarn.ru/articles/2005/211.pdf



Рис. Вейвлет-функция ψ и масштабирующая (скелинг) функция ϕ для дискретного вейвлета Мейера (**a**), вейвлета Симлета с масштабом функции 8 (**b**) и зейвлета Добеши с масштабом функции 15 (**b**).



Рис. Результат устранения зернистости изображения на базе дискретного зейвлета Мейера (а), вейвлета Симлета с масштабом функции 8 (б) и вейвлета Добеши с масштабом функции 15 (в). Конечный уровень разложения 9. При фильтрации использовались НЧ-матрицы с полосами пропускания, ограниченными уровнями с 7-го по 4-й

Рис.8.

УПРУГИЕ ПОЛЯ ПОЛОЙ ДИСЛОКАЦИОННОЙ ТРУБКИ, ПЕРПЕНДИКУЛЯРНОЙ ПОВЕРХНОСТИ КРИСТАЛЛА

<u>А.Г. Шейнерман</u>,¹ М.Ю. Гуткин^{1,2}

 ¹ Институт проблем машиноведения РАН, Большой пр. 61, B.O., Санкт-Петербург, 199178, Россия
 ² Санкт-Петербургский государственный политехнический университет, Политехническая ул. 29, Санкт-Петербург, 195251, Россия Email: <u>shein@def.ipme.ru</u>

введение

Благодаря своим уникальным электрическим, тепловым, механическим и другим характеристикам карбид кремния представляет собой один из наиболее перспективных материалов современной электроники [1, 2]. Однако изготовление высоковольтных приборов на основе этого материала ограничивается тем, что по мере роста кристалла карбида кремния в нем образуются микро- и макропоры, которые могут трансформироваться в макротрещины. Большинство микропор имеют цилиндрическую форму и содержат винтовые супердислокации, называемые микротрубками [3-5]. В настоящее время микротрубки считаются основным препятствием для создания элементной базы на основе карбида кремния для современных силовой электроники и оптоэлектроники. Как правило, такие микротрубки представляют собой полые ядра винтовых супердислокаций с гигантскими векторами Бюргерса. Диаметр таких полых областей достигает десятков микрометров, а сами полости, как правило, вытянуты в направлении роста кристалла и проходят через него насквозь. Их плотность в современных промышленных кристаллах составляет от единиц до десятков см⁻² в зависимости от размера, качества и стоимости образца.

Первая теоретическая модель формирования трубок была предложена Франком [6]. Он заметил, что полые ядра дислокаций с большими векторами Бюргерса исключают области высоких упругих напряжений вокруг дислокационных линий и тем самым уменьшают энергию этих дефектов. Таким образом, образование трубок в кристаллах требует наличия супердислокаций. Хотя теоретически трубки могут содержать как винтовые, так и краевые или смешанные дислокации, в большинстве случаев наблюдаются трубки, одержащие лишь винтовую компоненту. В дальнейшем мы будем рассматривать только более распространенные трубки, содержащие винтовые дислокации.

В предыдущих теоретических работах, посвященных исследованию взаимодействия трубок с винтовыми дислокациями [7, 8] и между собой [8], а также анализу условий расщепления трубок [9], рассматривались трубки в бесконечной среде. Между тем движение трубок, а также процессы их слияния и расщепления осуществляются преимущественно на фронте роста кристалла. Поэтому свободная поверхность растущего кристалла должна оказывать определяющее влияние на эволюцию ансамбля трубок. Целью настоящей работы является теоретическое исследование «упругой составляющей» такого влияния, то есть определение экранирующего воздействия свободной поверхности кристалла и собственной свободной поверхности трубки на упругие поля содержащейся в ней дислокации. Такая постановка задачи предполагает получение точного решения граничной задачи теории упругости для трубки, перпендикулярной свободной поверхности кристалла. Полученные в результате поля упругих перемещений и напряжений трубок с винтовыми дислокациями могут быть использованы для корректного расчета дифракционного контраста от таких трубок, а также для анализа условий их слияния или расщепления.

поле напряжений

Рассмотрим упругоизотропное полупространство $z \ge 0$ с цилиндрической полостью радиуса R_0 , содержащей винтовую дислокацию с вектором Бюргерса **b** = $b \mathbf{e}_z$ (рис. 1). В цилиндрической системе координат (r, φ, z) с началом на оси цилиндрической полости напряжения σ_{ij} , создаваемые дислокацией, должны удовлетворять граничным условиям $\sigma_{iz}(z=0)=0$ и $\sigma_{ir}(r=R_0)=0$ где $i=r, \varphi, z$. Решение такой граничной задачи было получено с помощью метода виртуальных поверхностных дефектов [10]. В результате были получены следующие выражения для ненулевых компонент поля напряжений σ_{ij} дислокационной трубки, перпендикулярной свободной поверхности кристалла:

$$\sigma_{r\varphi} = \frac{2Gb}{\pi^2 R_0} \int_0^\infty \left(\frac{K_2(\tilde{r}k)}{K_2(k)} - \frac{1}{\tilde{r}^2} \right) \frac{\cos k\tilde{z}}{k^2} dk, \tag{1}$$

$$\sigma_{z\varphi} = \frac{2Gb}{\pi^2 R_0} \int_0^\infty \frac{K_1(\tilde{r}k)}{k^2 K_2(k)} \sin k\tilde{z} \, dk. \tag{2}$$

В формулах (1) и (2) G представляет собой модуль Юнга материала, $\tilde{r} = r/R_0$, $\tilde{z} = z/R_0$, а $K_1(x)$ и $K_2(x)$ – модифицированные функции Бесселя второго рода и первого и второго порядка соответственно. Полученные выражения (1) и (2) очень удобны для численного анализа распределения упругих напряжений $\sigma_{i\varphi}$ и деформаций $\varepsilon_{i\varphi}$ (очевидно, $\varepsilon_{i\varphi} = \sigma_{i\varphi}/(2G)$) вокруг трубки у поверхности кристалла. Зависимости $\sigma_{z\varphi}(\tilde{z}), \sigma_{z\varphi}(\tilde{r})$ и $\sigma_{r\varphi}(\tilde{r})$ показаны на рис. 2 непрерывными линиями (значения напряжений даны в единицах $Gb/(2\pi R_0)$). Штриховые линии показывают соответствующие напряжения [10, 11] $\sigma_{z\varphi}^d$ и $\sigma_{r\varphi}^d$, создаваемые винтовой дислокацией со сплошным ядром. Как следует из рис. 2,



Рис. 1. Трубка, содержащая винтовую дислокацию, перпендикулярная плоской свободной поверхности кристалла.

вблизи свободной поверхности трубки ($\tilde{r} = 1$) обе ненулевые компоненты ее поля напряжений существенно отличаются от соответствующих компонент поля напряжений дислокации со сплошным ядром. Напротив, на расстоянии от линии дислокации $\tilde{r} = 0$, превышающем $2R_0$, два решения приближаются друг к другу. В этой области вместо выражений для поля напряжений трубки (1) и (2) можно использовать более простое решение [10, 11] для поля напряжений винтовой дислокации со сплошным ядром.

ПОЛЕ ПЕРЕМЕЩЕНИЙ

Для ряда практических приложений (например, для анализа изображений трубок в электронной микроскопии или в рентгеновской топографии высокого разрешения [12]) может представлять интерес также и точное решение для поля перемещений трубки, перпендикулярной свободной поверхности. Такое поле перемещений u_i также рассчитывается с помощью метода виртуальных поверхностных дефектов [10]. Выражения для ненулевых компонент поля перемещений *u_i* дислокационной трубки, перпендикулярной свободной поверхности кристалла, имеют вид:

$$u_{\varphi} = \frac{b}{2\pi} \frac{\tilde{r}}{(\tilde{r}^{2} + \tilde{z}^{2})^{1/2} + \tilde{z}} - \frac{b}{\pi^{2}} \int_{0}^{\infty} \frac{(-K_{2}(k) + 2/k^{2})K_{1}(\tilde{r}k)}{kK_{2}(k)} \cos k\tilde{z} \, dk,$$

$$u_{\varphi} = \frac{b}{\pi^{2}} \sigma_{\varphi} \qquad (4)$$



Рис. 2. Напряжения $\sigma_{z\varphi}$ и $\sigma_{r\varphi}$ (непрерывные линии), $\sigma_{z\varphi}^{d}$ и $\sigma_{r\varphi}^{d}$ (штриховые линии), создаваемые соответственно трубками и винтовыми дислокациями со сплошным ядром, перпендикулярными свободной поверхности; (а) $\sigma_{z\varphi}(z/R_0)$ и $\sigma_{z\varphi}^{d}(z/R_0)$ для $r/R_0 = 1, 2, 3$ (сверху вниз), (b) $\sigma_{z\varphi}(r/R_0)$ и $\sigma_{z\varphi}^{d}(r/R_0)$ для $z/R_0 = 0.2, 0.5, 1$ (сверху вниз), (c) $\sigma_{r\varphi}(r/R_0)$ и $\sigma_{r\varphi}^{d}(r/R_0)$ для $z/R_0 = 0.2, 0.5, 1$ (сверху вниз), (c) $\sigma_{r\varphi}(r/R_0)$ и $\sigma_{r\varphi}^{d}(r/R_0)$ для $z/R_0 = 0.2, 0.5, 1$ (сверху вниз). Значения напряжений даны в единицах $Gb/(2\pi R_0)$.



Рис. 3. Перемещения, создаваемые трубками (a, b) и винтовыми дислокациями со сплошным ядром (c, d) в плоскостях z = 0 (a, c) и $z = R_0$ (b, d), параллельных свободной поверхности кристалла. Перемещения u_{φ} (a, b) или u_{φ}^d (c, d) пропорциональны длинам стрелок, определяемым с помощью цифр на осях. Коэффициент пропорциональности равен b/2. Окружности $r = R_0$ обозначают поверхности трубок (a, b) или приведены для удобства сравнения перемещений, создаваемых трубками и винтовыми дисло-кациями со сплошным ядром (c, d).

Учет свободной поверхности трубки не вызывает изменения компонент поля перемещений u_r и u_z . Вместе с тем свободная поверхность трубки оказывает заметное влияние на компоненту поля перемещений u_{φ} . На рис. 3 показаны перемещения u_{φ} , создаваемые трубкой на свободной поверхности z = 0 (рис. 3а) и в параллельной ей плоскости $z = R_0$ (рис. 3b). Для сравнения на рис. 3с и 3d представлены перемещения u_{φ}^d , создаваемые в этих же плоскостях винтовой дислокацией со сплошным ядром [10, 11]. Перемещения u_{φ} или u_{φ}^d пропорциональны длинам стрелок, определяемым с помощью цифр на осях. Коэффициент пропорциональности равен b/2. Например, на рис. За вблизи поверхности трубки длины стрелок приблизительно равны 0.25, что дает: $u_{\varphi} = b/8$. Величины перемещений u_{φ} и

 u_{φ}^{d} характеризуют степень закручивания материала вблизи свободной поверхности. Как следует из рис. 3, в областях вблизи свободной поверхности трубки создаваемые ею перемещения

 u_{ϕ} существенно превышают перемещения u_{ϕ}^d ,

создаваемые в этих же областях винтовой дислокацией со сплошным ядром. Таким образом, наличие свободной поверхности трубки усиливает закручивание областей кристалла, расположенных вблизи обеих свободных поверхностей (плоской, z = 0, и цилиндрической, $r = R_0$). Это согласуется с рис. 2а, который показывает, что компонента $\sigma_{z\phi}$ поля напряжений (а следова-

тельно, и деформация $\varepsilon_{z\varphi}$), создаваемого винто-

вой дислокацией у свободной поверхности кристалла, увеличивается при наличии у такой дислокации полого ядра. Из рис. З видно, что перемещение u_{φ} от трубки, как и перемещение u_{φ}^{d} от винтовой дислокации со сплошным ядром, уменьшается при удалении от свободной поверхности z = 0.

Следует отметить, что выражения для поля перемещений, вызываемых трубками у свободной поверхности кристалла, необходимы для корректного расчета дифракционного контраста от таких трубок. Высокоразрешающая рентгеновская дифрактометрия образцов с невысоким содержанием трубок позволяет определять их векторы Бюргерса. Для случая малоуглового отражения луча от кристаллографических плоскостей вблизи поверхности кристалла вклад в дифракционный контраст вносят обе ненулевые компоненты поля перемещений трубки u_7 и u_0 .

Из-за отсутствия точных выражений для этих компонент в работе [12] для расчета дифракционного контраста от трубок у поверхности кристалла использовались поля перемещений от трубок в бесконечной среде или от винтовых дислокаций со сплошным ядром у свободной поверхности. Использование полей перемещений от трубок в бесконечной среде дало плохое соответствие между расчетом и экспериментом. Аппроксимация полями перемещений от винтовых дислокаций у свободной поверхности дала лучшее, но также далеко не полное соответствие. Полученные в настоящей работе точные выражения для полей перемещений от трубок, определяемые формулами (3) и (4), могут быть использованы для устранения остающихся расхождений.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом, в настоящей работе получены точные выражения для полей напряжений, деформаций и перемещений, создаваемых трубкой (содержащей винтовую дислокацию), перпендикулярной свободной поверхности. Показано, что свободная поверхность трубки оказывает существенное влияние на упругие поля содержащейся в ней дислокации на расстояниях от края трубки порядка ее радиуса. Полученные выражения для упругих полей прямых трубок могут быть применены для корректного расчета дифракционного контраста от таких трубок, а также для анализа их расщепления и взаимодействия между собой, с включениями и другими дефектами.

БЛАГОДАРНОСТИ

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант 04-01-00211) и Фонда содействия отечественной науке.

ЛИТЕРАТУРА

[1] Bhatnagar, M., and Baliga, B. J. IEEE Trans. Electronic Devices 40, 645 (1993). [2] Harris, C. I., Savage, S., Konstantinov, A., Barkowski, M., and Ericsson, P. Appl. Surf. Sci. 184, 393 (2001). [3] Pécz, B., Yakimova, R., Syväjárvi, M., Lokowandt, C., Radamson, H., Radnóczi, G., and Janzen, E. Thin Solid Films 357, 137 (1999). [4] Xie, Quizhen, Xie, Q. K., Hasegawa, Y., Tsong, I. S. T., and Sakurai, T. Appl. Phys. Lett. 74, 2468 (1999).[5] Wahab, Q., Ellison, A., Henry, A., Janzén, E., Hallin, C., Di Persio, J., and Martinez. R. Appl. Phys. Lett. 76, 2735 (2000). [6] Frank, F. C. Acta Crystallogr. 4, 497 (1951). [7] Pirouz, P. Phil. Mag. A 78, 727 (1998). [8] Gutkin, M. Yu., and Sheinerman, A. G. Phys. Stat. Sol. (b) 231, 356 (2002). [9] Gutkin, M. Yu., Sheinerman, A. G., Argunova, T. S., Je, J. H., Kang, H. S., Hwu, Y., and Tsai, W.-L. J. Appl. Phys. 92, 889 (2002). [10] Колесникова, А. Л., Романов, А. Е. ФТТ 45, 1626 (2003). [11] Shaibani S. J., and Hazzledine, P. M. Phil. Mag. A 44, 657 (1981). [12] Huang, X. R., Dudley, M., Vetter, W. M., Huang, W., Wang, S., and Carter, C. H. Appl. Phys. Lett. 74, 353 (1999).
ДИНАМИЧЕСКАЯ ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ МОДЕЛЬ ДИФРАКЦИИ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ В НЕСОВЕРШЕННЫХ ГЕТЕРОСТРУКТУРАХ

А.П. Шпак, В.Б. Молодкин, С.И. Олиховский, Е.Н. Кисловский, И.М. Фодчук, <u>Е.С. Скакунова</u>, Е.В. Первак

Институт металлофизики им. Г.В. Курдюмова НАН Украины, Украина, 03680 Киев-142, бульв. Акад. Вернадского, 36 e-mail: <u>sunnydale@ukr.net</u>

При интерпретации рентгенодифракционных профилей от многослойных структур обычно опираются на теоретические модели дифракции в совершенных кристаллах [1,2], а несовершенства кристаллической структуры учитывают для границ между слоями с помощью параметров аморфизации [3,4] или, кристаллических слоев, путем для их моделирования мозаичными блоками [5]. В связи с этим качество подгонки теоретических дифракционных профилей к экспериментальным измерениям является недостаточно высоким, что приводит к систематическим ошибкам в оценках деформаций и химического состава слоев. При практически невозможно получить этом информацию о характеристиках детальную дефектной структуры исследуемых Эти многослойных систем. проблемы рентгенодифракционной диагностики несовершенных многослойных структур в значительной степени можно решить, если использовать теоретическую модель динамической дифракции рентгеновских лучей в несовершенных кристаллах со случайно распределенными дефектами [6,7], в том числе ее модификацию для многослойных структур с дефектами [8].

В настоящей работе создана строго динамическая модель дифракции рентгеновских лучей в многослойной структуре с дефектами, которая необходима для дифрактометрического исследования гетероструктур, суммарная толщина слоев которых соизмерима с длиной экстинкции или больше ее.

Для описания динамической дифракции рассеяния в многослойных когерентного для гетероструктурах каждого решения отдельного слоя, найденные В рамках обобщенной динамической теории [6,7],сшивались на всех N границах между слоями. Новые граничные условия для когерентного волнового поля, в которых учтены все волны, входящие в слой с обеих его сторон, имеют вид:

$$\begin{cases} D_{\mathrm{T}}^{j}(\mathbf{r}) = \sum_{\delta} D_{0j}^{\delta} e^{-i\mathbf{K}_{0j}^{\delta}\mathbf{r}} = D_{0j+1} e^{-i\mathbf{K}_{0,j+1}^{\delta}\mathbf{r}} \Big|_{z=z_{j}}, \\ D_{\mathrm{S}}^{j}(\mathbf{r}) = \sum_{\delta} D_{\mathrm{H}j}^{\delta} e^{-i\mathbf{K}_{\mathrm{H}j}^{\delta}\mathbf{r}} = D_{\mathrm{H},j-1} e^{-i\mathbf{K}_{\mathrm{H},j-1}^{\delta}\mathbf{r}} \Big|_{z=z_{j-1}}, \end{cases}$$

где D_{0j}^{δ} и D_{Hj}^{δ} – амплитуды проходящей $D_{T}^{j}(\mathbf{r})$ и дифрагированной $D_{s}^{j}(\mathbf{r})$ когерентных волн *j*-го слоя, $\delta = 1,2$, волновые векторы \mathbf{K}_{0j}^{δ} и \mathbf{K}_{Hj}^{δ} принадлежат δ -й квазиблоховской волне в *j*-м слое, $\mathbf{K}_{0,j+1}'$ и $\mathbf{K}_{H,j-1}'$ – волновые векторы падающей и дифрагированной когерентных плоских волн соответственно из (j+1)-го и (j-1)-го слоев, \mathbf{H}_{j} – вектор обратной решетки *j*-го слоя, **r** – пространственная координата.

Отсюда с учетом граничного условия для амплитуды дифрагированной волны $D_{s}^{j}(\mathbf{r}) = D_{Hj} e^{-iK_{H}\mathbf{r}} \Big|_{z=z_{j}}$, которая выходит из *j*-го слоя, получено рекуррентное соотношение для когерентной составляющей амплитуды отражения от многослойных гетероструктур, которое устанавливает связь межлу амплитудными коэффициентами отражения соседних слоев: ,

$$R_{j} = \frac{r_{j} + R_{j-1}(t_{j}^{2}e_{j} - r_{j}^{2})}{1 - r_{j}R_{j-1}}$$

где R_j и R_{j-1} – амплитудные коэффициенты отражения *j*-го и *j*-1-го слоя, r_j и t_j – амплитудные коэффициенты отражения и прохождения *j*-го слоя в вакууме, e_j – фазовый множитель.

Получена также диффузная составляющая коэффициента отражения, в которой учитывается влияние перераспределения интенсивности между проходящей и дифрагированной когерентными волнами:

$$R_{\rm diff}(\Delta\theta) = \sum_{j=0}^{M} F_{\rm abs}^{j} F_{\rm ext}^{j} R_{\rm diff}^{j} ,$$

где F_{abs}^{j} – множитель эффективного поглощения за счет рассеяния на дефектах во всех верхних слоях, F_{ext}^{j} – множитель экстинкции, R_{diff}^{j} – диффузная составляющая коэффициента отражения *j*-го слоя.

Созданная теоретическая модель была применена для анализа кривой дифракционного отражения (КДО) от многослойной структуры $In_xGa_{1-x}As_{1-y}N_y/GaAs$ с квантовой ямой (КЯ) (Рис.1).

При обработке измеренных КДО применялась модель дефектной структуры, которая предполагала наличие как в подложке, так и в каждом слое случайно распределенных кластеров и дислокационных петель [9-11]. Для слоя InGaAsN предполагалось образование непрямоугольного профиля концентрации In вследствие его сегрегации [12,13], а также размытия дополнительного профилей и Ga вследствие концентрации In их взаимодиффузии после отжига [11,14]. Кроме этого, учитывалось уменьшение концентрации азота в барьерных слоях GaAsN вследствие диффузии атомов N [15].

GaAs	10 нм	
Al _x Ga _{1-x} As	100 нм]
GaAs	150 нм	
 $GaAs_{1-x}N_x$	20 нм	
$In_xGa_{1-x}As_{1-y}N_y$	6.8 нм	
$GaAs_{1-x}N_x$	20 нм	
GaAs	150 нм	
Al _x Ga _{1-x} As	300 нм	
GaAs	150 нм	
Полложка	GaAs	

Рис.1. Схема многослойной структуры с одиночной КЯ In_xGa_{1-x}As_{1-y}N_y.

В использованной модели дефектной структуры эффект сегрегации In описывался эмпирическими выражениями, соответственно, в КЯ и в прилегающем барьерном слое [12,13]:

$$x_{QW}(z) = x_0 (1 - c^n),$$

$$x_B(z) = x_0 (1 - c^N) c^{n-N}$$

где x_0 – номинальная концентрация In в слое, N – количество монослоев в этом слое, n – текущий номер монослоя, c – параметр сегрегации.

Также была учтена взаимодиффузия атомов Ga и In между КЯ и прилегающими слоями, которая происходит при быстром тепловом отжиге. Профиль концентрации атомов In задавался функцией [14]:

$$x(z) = \frac{x_0}{2} \left[\operatorname{erf}\left(\frac{d_{\text{QW}} + 2z}{4L_{\text{d}}}\right) + \operatorname{erf}\left(\frac{d_{\text{QW}} - 2z}{4L_{\text{d}}}\right) \right]$$

где $L_{\rm d} = \sqrt{Dt}$ — длина диффузии, D — коэффициент диффузии In, t — время отжига.

Обработка измеренной КДО (Рис.2) проводилась в два этапа. На первом этапе задавались начальные значения радиусов и концентраций микродефектов (дислокационных петель и кластеров) в подложке и во всех слоях многослойной структуры. Вариация параметров дефектов в разных слоях позволила приблизить расчетную КДО к экспериментальной на разных участках угловой зависимости как по оси ординат (интенсивность), так и по оси абсцисс (изменение углового положения за счет дополнительной деформации от дефектов). При этом уточнялись значения химического состава и толщин буферных слоев, в том числе, за счет очень высокой чувствительности тонкой структуры пиков от барьерных слоев (справа от пика подложки) к этим параметрам; при варьировании параметра толщины КЯ и химического состава GaAsN споев обеспечивалось соответствующее КДО экспериментальной положение И соотношение максимумов главного и побочных пиков и уточнялось значение толщин барьерных слоев GaAsN.



Рис.2. Экспериментальная КДО (точки) многослойной структуры с КЯ InGaAsN (до отжига) (рефлекс 004, излучение CuK_{α1}) и расчетная КДО (сплошная линия) в полном угловом интервале (а) и в области когерентного пика подложки (б) с учетом эффектов экстинкции за счет диффузного рассеяния и вклада диффузной компоненты.

На втором этапе обработки достигалось максимальное совпадение формы расчетной и экспериментальной КДО за счет использования наиболее приемлемого профиля сегрегации In в КЯ и прилегающем барьерном слое и уточнения профиля концентрации N в барьерных слоях GaAsN (Рис.3).



Рис.3. Профили концентрации In в КЯ InGaAsN и прилегающем барьерном слое GaAsN (a) и N в барьерных слоях GaAsN (б).

Обработка КДО от многослойной структуры InGaAsN после отжига показала, что найденные параметры кристаллической структуры слоев достаточно близки к тем, определены которые для неотожженного образца. Отличие состоит в изменении профиля концентрации In, который дополнительно размывается за счет взаимодиффузии атомов In и Ga. Кроме того, отжиг приводит к увеличению размеров петель и некоторого уменьшения их концентрации.

Найденные характерные радиусы и концентрации петель и сферических кластеров в разных слоях до отжига имеют значения в пределах соответственно $5\div150$ нм при концентрациях $2\cdot10^{14}$ ÷ $2.5\cdot10^{11}$ см⁻³ и 2 нм при концентрации $2.5\cdot10^{16}$ см⁻³. Эти параметры изменились после отжига до величин $5\div300$ нм при концентрациях $3\cdot10^{14}$ ÷ $2\cdot10^{10}$ см⁻³ и 2 нм при концентрациях $3\cdot10^{14}$ ÷ $2\cdot10^{10}$ см⁻³ и 2 нм при концентрациях $3\cdot10^{14}$ ÷ $2\cdot10^{10}$ см⁻³ и 2 нм при концентрациях $3\cdot10^{16}$ см⁻³.

Применение адекватной теоретической модели динамической дифракции несовершенных многослойных структурах, которые содержат дислокационные петли и разного рода кластеры, позволило описать КДО и ее тонкую структуру во всем угловом интервале, включая область полного отражения. В результате были установлены характеристики дефектов каждом исследуемой в слое гетероструктуры, и созданные ими деформации в этих слоях. Обработка КДО позволила восстановить профиль сегрегации In вКЯи барьерном слое, а также профиль взаимодиффузии атомов In и Ga на границе между КЯ и прилегающими слоями.

- Speriosu, V. S. and Vreeland, T., J. Appl. Phys., 56, 1591 (1984).
- [2] Tapfer, L. and Ploog, K., Phys. Rev. B, 33, 5565 (1986).
- [3] Holý, V., Kuběna, J. and Ploog, K., Phys. Status Solidi B, 162, 347 (1990).
- [4] Афанасьев, А. М., Чуев, М. А., Имамов, Р. М., Ломов, А. А., Кристаллография, 46, 781 (2001).
- [5] Fewster, P. F., J. Appl. Crystallogr., 25, 714 (1992).
- [6] Molodkin, V. B., Olikhovskii, S. I., Kislovskii, E. N. et al., Phys. Status Solidi B, 227, 429 (2001).

- [7] Olikhovskii, S. I., Molodkin, V. B., Kislovskii, E. N. et al., Phys. Status Solidi B, 231, 199 (2002).
- [8] Оліховський, С. Й., Молодкін, В. Б., Кисловський, Є. М. та ін., Металлофиз. новейшие технол., 27, 197 (2005).
- [9] Bloch, R., Bahr, D., Olde, J. et al., Phys. Rev. B, 42, 5093 (1990).
- [10] Frigeri, C., J. Cryst. Growth, 126, 91 (1993).
- [11] Lee, B.-T., Gronsky, R. and Bourret, E. D., J. Appl. Phys., 64, 114 (1988).
- [12] Muraki, K., Fukatsu, S., Shiraki, Y. and Ito, R., J. Cryst. Growth, **127**, 546 (1993).
- [13] Yee-Rendon, C. M., Perez-Centeno, A., Melendez-Lira, M. et al., J. Appl. Phys., 96, 3702 (2004).
- [14] Chan, M. C. Y., Surya, Ch. and Wai, P. K. A., J. Appl. Phys., 90, 197 (2001).
- [15] Wang, S. Z., Yoon, S. F., Fan, W. J. et al., J. Appl. Phys., 96, 2010 (2004).

ВЛИЯНИЕ ПОГЛОЩЕНИЯ НА КОНТРАСТ СЕКЦИОННЫХ ТОПОГРАММ

Е.В. Шулаков

Институт проблем технологии микроэлектроники РАН, Черноголовка, Московская область, Россия e-mail: shulakov@ipmt-hpm.ac.ru

В рамках динамической теории рассеяния рассмотрен вопрос об особенностях формирования дифракционного изображения кристалла при изменении поглощения. Получены критерии для тонкого и толстого кристаллов и промежуточного случаев. Показано, что нормальное поглощение, описываемое параметром $P=\mu t/\cos\theta$, не влияет на контраст секционных топограмм. Приводится пример, в котором при P=20 наблюдается интерференционная картина, близкая к случаю тонкого кристалла.

введение

Эффект аномального прохождения рентгеновских лучей через кристалл (эффект Бормана [1]) является классическим примером динамического рассеяния излучения в веществе. Суть этого явления заключается в том, что в условиях брэгговского отражения - кристалл становится двулучепреломляющим, что двум волновым состояниям, соответствует отличающимся как по действительной, так и по мнимой части волнового вектора. Одно из волновых полей испытывает аномальное поглощение, другое – аномальное прохождение. Известны экспериментальные топографические исследования, проводившиеся при уровне нормального поглощения $\exp(-\mu t/\cos\theta)$ равном exp(-76) [2,3], здесь µ - линейный коэффициент поглощения, t - толщина образца, θ - брэгговский угол. Эффект Бормана более выражен для сильных отражений и менее – для слабых [4]. Волна, выходящая из толстого кристалла, квазимонохроматической является И квазиплоской (монохроматор по Борману). Основное применение эффекта Бормана исследование дефектов реальной структуры кристаллов.

Традиционно, изменение характера распространения излучения в кристалле оценивается параметром $P = \mu t/\cos\theta$. Область P < 2 соответствует зоне интерференции волновых полей, $P \sim 5$ – промежуточная область, P > 10 – зона эффекта Бормана. Однако эти оценки являются косвенными, так как эффекты динамического рассеяния не имеют прямого отношения к параметру P.

ТЕОРИЯ

Рассмотрим этот вопрос на примере рассеяния излучения в методе секционной топографии. Схема эксперимента приведена на рис.1.



Рис.1. S - входная щель шириной 10 мкм, C - кристалл, F – пленка.

При симметричной дифракции распределение интенсивности на выходной поверхности для поляризованного излучения описывается выражением:

$$I_h(x) = \exp(-\mu t/\cos\theta) |J_o[(\pi t/\tau_R)(1+i\sigma)(1-s^2)^{1/2}]|^2. (1)$$

Здесь J_0 - цилиндрическая функция Бесселя нулевого порядка; $\tau_{\rm R} = \lambda \cos \theta / C |\chi_{\rm hr}|$ действительная часть экстинкционной глубины, C – поляризационный множитель, C равно 1 для σ -поляризации и $|\cos 2\theta|$ для π , $\sigma = \chi_{hi} / \chi_{hr}$, $\chi_{\rm hi}$ и $\chi_{\rm hr}$ – мнимая и действительная часть h коэффициента Фурье разложения поляризуемости кристалла; параметр $s = x/t {\rm g}\theta =$ ${\rm tg} \varphi / {\rm tg} \theta$ изменяется внутри палатки Бормана от -1 до 1, ${\rm tg} \varphi = x/t$.

При больших значениях аргумента функцию J_0 (ξ) можно представить в виде асимптотического разложения [5].

$$J_0(\xi) = (2/\pi\xi)^{1/2} \cos(\xi - \pi/4).$$
(2)

Это позволяет ввести параметр поглощения по направлению φ [4]:

$$P_{1,2} = P \left[1 \pm C\varepsilon \left(1 - s^2 \right)^{1/2} \right], \tag{3}$$

где $\varepsilon = \chi_{hi} / \chi_{oi}$. Из (3) видно, что особенности распространения излучения в кристалле существенным образом зависят от угла φ .

Наиболее сильно эффект Бормана проявляется в центре треугольника рассеяния ($\varphi / \theta << 1$), когда величины параметров P_1 и P_2 имеют наибольшее отличие. При увеличении угла $|\varphi|$ эффект Бормана ослабевает. На периферии палатки Бормана излучение распространяется с нормальным поглощением.

При переходе от тонкого кристалла к промежуточному случаю видность интерференционной картины существенно уменьшается, минимумы интерференционных полос существенно отличаются от нуля. В центре папатки формируется колоколообразное распределение, по которому бегут осцилляции. Интенсивность краев распределения уменьшается. Далее при переходе к случаю толстого кристалла осцилляции исчезают, границы распределения размываются, а общая форма распределения интенсивности стремится к Область толстого гауссиану. кристалла характеризуется сужением угловой ширины распределения по мере увеличения толщины образца.

Рассмотрим вопрос 0 характере распространения рассеянных волн в кристалле. Во-первых, обратим внимание, как это следует из (1), что нормальное поглощение не влияет ни на характер распространения излучения в кристалле, ни на контраст топограмм. В то же время в литературе по динамической теории лучей рассеяния рентгеновских области изменения режима рассеяния связывают с параметром Р: полосы наблюдаются до Р=2 и исчезают в промежутке Р=2..3, далее при Р=6..10 следует переход к Бормановскому режиму рассеяния и излучение стягивается к центру палатки (см. напр. [5,6]). Проанализируем особенности формирования контраста при увеличении толщины кристалла.

При $t < \tau_{\rm R}/2\pi$ центру палатки Бормана отвечает кинематический режим рассеяния и вся она равномерно освещена по всей площади. Периферийные области палатки Бормана ($s^2 \sim 1$) кинематическому также соответствуют рассеянию при любой толщине кристалла. К динамическому рассеянию наиболее чувствительна центральная область s² ~ 0. При $t > \tau_{\rm R}$ в палатке Бормана можно наблюдать гиперболические интерференционные полосы, направленные острием к области малых толщин. Попробуем по аргументу Бесселевской функции (1) и выражению (3) оценить характер изменения режима рассеяния в зависимости от толщины кристалла:

Boha 1:
$$t < \tau_R/8\sigma$$
, Boha 2: $t \sim \tau_R/2\sigma$,
Boha 3: $t > 9\tau_R/8\sigma$ (4)

Здесь 1 – область тонкого кристалла, в которой эффекты интерференционного поглощения практически не сказываются, 2 – промежуточная область, 3 – толстый кристал - область эффекта Бормана. Используя

соотношение $\mu = 2\pi \chi_{oi}/\lambda$ и параметр ε можно переписать условия (4) в терминах параметра $\zeta = PC\varepsilon/\pi$.

Зона 1: $\zeta < 0.25$, Зона 2: $\zeta \sim 1$, Зона 3: $\zeta > 2.25$ (5)

Отметим характерные этого разбиения. В зоне 1 интерференционная картина наблюдается почти со 100% контрастом. Область 1 – 2 можно разбить примерно пополам на две подзоны: $\zeta =$ 0.25..0.62 и $\zeta = 0.63..1$. В первой подзоне картина интерференции похожа на картину тонкого кристалла. Контраст полос снижается, в основном, из-за появления фона под минимумами, особенно в центральной части палатки, из-за интерференции волн с разной амплитудой. С увеличением ζ фон все увеличивается и вот, наконец, фон начинает поднимать всю интерференционную картину и мы переходим в подзону 2, характерной процесс особенностью которой является куполообразования. Область 2-3 ($\zeta = 1..2.25$) можно охарактеризовать очень просто: купол хочет улучшить свою форму и стать похожим на гауссиан. Другой особенностью зоны 2 является то, что она имеет границы и они совпадают с размерами палатки Бормана. В зоне 3 у изображения границ уже нет. Все выше описанное можно увидеть на рис. 3 и 4, обращая внимание на величину параметра ζ .

"Величина ε может существенно изменяться при переходе от первых отражений к последующим ..." [4]. Это означает, что при одном и том же значении параметра *P* на разных отражениях можно наблюдать существенно разные дифракционные картины. На рис.2 представлены значения параметра ε для 10 отражений Si и излучения Cu $K_{\alpha 1}$. Данные по параметрам χ взяты из [7]. Здесь следует отметить, что в [7] пропущена целая группа рефлексов: 511, 531, 620 и 533, а один 555 лишний.



Рис.2. Зависимость параметра ε от $(h^2+k^2+l^2)^{1/2}$ для кремния, излучение Си $K_{\alpha l}$.

Чем ближе ε к 1, тем сильнее выражен эффект Бормана. Взглянув на рис.2 можно увидеть, что последовательность рефлексов распадается на две ветви с четными и нечетными индексами, расположенными одна над другой. На каждой из ветвей с увеличением параметра *На* величина ε спадает почти по линейному закону. Мы наблюдаем удивительную картину: очень сильный рефлекс 111 уступает по параметру ε существенно более слабым отражениям 400, 422, 440, 444. Рефлекс 620 тоже можно включить в этот список. Таким образом, утверждение, что эффект Бормана более выражен для сильных отражений и менее – для слабых не имеет под собой оснований.

Перейдем теперь моделированию к секционных топограмм для разных рефлексов. теоретические На рис.3. приведены распределения интенсивности, свернутые с размером входной щели 10 мкм. Оба отражения находятся в промежуточной области: $\zeta_{220} = 1.54$, $\zeta_{333} = 0.99$. Для Si(220) виден характерный Бормановский колокол, все динамические осцилляции погашены. Отражение 333 также собирается в колокол. Однако на нем видны контрастные динамические осцилляции. И это при P = 5. Несмотря на сложившиеся представления и многолетнюю практику, остается предположить, что осцилляционная часть в секционной топографии и в сферической теории рассеяния не зависит от нормального поглощения. Лучшим доказательством этого положения является вид выражения (1).



Рис.3. Распределение интенсивности на выходной поверхности кристалла для отражений Si(220) и Si(333), Cu $K_{\alpha 1}$ - излучение, $\varepsilon = 0.965$ и $\varepsilon = 0.623$, соответственно, P = 5, σ - поляризация.

Попробуем обосновать это более наглядным способом. С этой целью поищем действительно слабые отражения. Безусловными кандидатами являются отражения Si(200), Si(222). Но мы пойдем другим путем – у нас есть еще один свободный параметр *C*. На рис. 4 представлены π - отражения для рефлексов Si(111) и Si(333), *P* = 20, $\zeta_{111} = 3.9$, $\zeta_{333} = 0.34$.



Рис.4. Распределение интенсивности на выходной поверхности кристалла для отражений Si(111) и Si(333), Cu $K_{\alpha 1}$ излучение, $\varepsilon = 0.613$ и $\varepsilon = 0.0583$, соответственно, P = 20, π -поляризация.

Видно, что рефлексу Si(111) соответствует режим Бормановского рассеяния, а для рефлекса Si(333) наблюдается картина практически тонкого кристалла.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В работе проведен анализ формирования динамического изображения кристалла В приближении падающей сферической волны. Получен критерий на различные режимы рассеяния в кристалле. Введен параметр $\zeta = PC\varepsilon$ $/\pi$, численное значение которого позволяет топографического предсказать характер изображения. Показано, что использование параметра $P = \mu t / \cos \theta$ для оценки режимов рассеяния является не обоснованным. Нормальное поглощение не влияет ни на характер распространения излучения в на кристалле, ни контраст топограмм. Приводятся соответствующие примеры.

Работа поддержана грантом РФФИ № 06-02-17406.

- 1. Borrmann G. // Z.Phys., 1941, V.42, P. 157.
- 2. Borrmann G., Lehmann K. // Crystallography and Crystal Perfection / Ed. Ramachandran G.N. London, N.Y.: Academic Press, 1963. P. 101.
- Borrmann G., Lehmann K. // Z. Crystallogr. 1967. V. 125. P. 234.
- 4. З.Г. Пинскер // Динамическое рассеяние рентгеновских лучей в идеальных кристаллах. М.: Наука, 1974, 368 с.
- 5. Г. Корн, Т. Корн. // Справочник по математике. М.: Наука, 1978, 832 с.
- В.И. Иверонова, Г.П. Ревкевич. // Теория рассеяния рентгеновских лучей. М.: МГУ, 1978, 278 с.
- 7. З.Г. Пинскер // Рентгеновская кристаллооптика. М.: Наука, 1982, 392 с.

Секционные методы рентгеновской топографии и их возможности в фундаментальных исследованиях и решении прикладных задач И.Л. Шульпина

Физико-технический институт имени А.Ф. Иоффе РАН, 194021, Санкт-Петербург, Политехническая ул., 26, ФТИ им. А.Ф. Иоффе РАН <u>iren.shulpina@mail.ioffe.ru</u>

Проекционные методы рентгеновской топографии успешно используются в фундаментальных исследованиях, а также для решения прикладных задач, связанных c определением реальной структуры кристаллов. Однако с ужесточением требований к совершенству кристаллов наблюдается недостаток слабым чувствительности этих методов к нарушениям кристаллической решетки, а также затруднения В получении количественной информации 0 дефектах И надежной их идентификации. В этих, а также других специфических случаях эффективно применение секционных методов топографии, обладающих более высокими и дополнительными возможностями.

Физической основой секционных методов дифракции является динамическая теория описывающая рентгеновских лучей, эффекты интерференционные взаимодействия излучения с веществом в виде распространения в кристалле волновых полей. Рассматриваются две геометрии дифракции: Лауэ И Брэгга. Соответственно, имеются два секционных метода прохождения (секционный метод Ланга) И отражения. Оба метода осуществляются в так называемом приближении сферической волны, что на практике проявляется в коллимации падающего пучка. Считается, что в секционном методе Ланга ширина щели перед кристаллом должна быть много меньше основания треугольника Бормана a $\ll 2$ t tg θ , где t – толщина кристалла, а θ – угол Брэгга используемого отражения. В случае, когда кристалл имеет форму плоскопараллельной пластинки и размер источника излучения больше размера щели, это требование определяется более точно: размер щели, располагаемой возможно близко к кристаллу, должен быть сравним с τ tg θ , где τ – экстинкционная длина [1]. Рассчитанная таким образом ширина щели совпадает с определяемой из эксперимента: при исследовании кремния в МоКα-излучении и симметричном отражении 220 ширина щели должна быть около 10µm, а отражении 440 или 422 - 15-20 µm. При этом важное значение имеет величина поглощения рентгеновских лучей. Характерная деталь структуры секционных топограмм Ланга система интерференционных полос – отчетливо наблюдается лишь при малом поглощении µt/cosθ<3 и только в совершенных кристаллах. Здесь μ – фотоэлектрический коэффициент поглощения. В этом случае для плоскопараллельного кристалла интерференционные полосы представляют собой систему полос, параллельных линии пересечения падающего пучка в виде узкой ленты с поверхностью кристалла. Распределение интенсивности полос для симметричного отражения в некотором приближении описывается выражением [2]:

$$I(x) = \exp(-\mu t/\cos\theta) J_o^2 [\pi t/\tau (1 - \sigma^2)^{1/2}].$$
(1)

Здесь J_o – цилиндрическая функция Бесселя нулевого порядка, а параметр $\sigma = x/t \text{ tg } \theta$ изменяется внутри треугольника Бормана от -1 до 1.

симметрична Система полос относительно центральной линии топограммы со сгущением полос к ее краям, благодаря чему края имеют наиболее интенсивное изображение. С увеличением распределение поглощения интенсивности изменяется настолько, что при µt≈10 изображение краев топограммы становятся менее интенсивными, чем ее центральной части и полосы постепенно исчезают [3]. Если кристалл имеет форму клина, полосы приобретают форму парабол и могут быть обращены своими вершинами в ту или иную сторону в зависимости от размеров входной щели [1].

Интерференционные полосы чрезвычайно чувствительны слабым нарушениям к кристаллической решетки. По оценкам [2] по отношению к некоторым дефектам секционный метод Ланга чувствительнее, чем методы проекционной топографии в 22 раза. Эта особенность секционного метода Ланга используется фундаментальных в исследованиях полей напряжений, связанных с конкретными типами структурных дефектов в кристаллах. На основе системы уравнений Такаги-Топэна возможен расчет секционных изображений дефектов, проверка дефектов моделей И определение важных количественных характеристик полей напряжений. В настоящее время он выполнен для дефектов упаковки, прямолинейных дислокаций трех частных положений в кристалле, дислокационных петель, пор (включений), границ окисного слоя и областей ионной имплантации в кремнии [4-6].

Секционные изображения дефектов мало похожи на проекционные изображения и настолько характерны, что могут использоваться лля идентификации дефектов, например, определения типов дислокаций, а также мощности скоплений параллельных дислокаций, поскольку возможно определение модуля вектора Бюргерса. Таким образом. секционный метод Ланга обладает аналитическими свойствами. С помощью данного метола возможно прецизионное определение дифракционных характеристик, некоторых например, структурного фактора и экстинкционной длины.

Важной особенностью секционного метода Ланга является возможность определения положения дефекта по толщине кристалла по положению на топограмме его кинематического изображения. Это свойство особенно часто используется при решении прикладных задач. Поскольку интерференционные эффекты дифракции, лежащие в основе секционного метода Ланга осуществляются в условиях малого поглощения рентгеновских лучей, преимущественное значение метод имеет при исследовании таких кристаллов, как кремний, карбид кремния и сапфир.

В частности, в [7,8] было показано, что данный метод может быть эффективен в диагностике сильнолегированного кремния в исходном (as-grown) состоянии, а также в диагностике и исследовании структуры толстых эпитаксиальных слоев карбида кремния, выращенных на пористых подложках [9]. В первом случае с помощью данного метода была обнаружена начальная стадия кластерообразования, развивающегося В процессе выращивания кристаллов. Когда дефектов типа кластеров образуется мало. обычно используемые дифракционные малоэффективны. С методы помощью секционного метода Ланга это явление можно обнаружить по ухудшению видимости интерференционных полос.

сопоставлении наблюдения При этого с результатами дифрактометрических измерений в условиях проявления эффекта Бормана было определено значение фактора Дебая-Валлера. Таким образом, чисто качественный тест на структурное совершенство кристаллов приобрел количественное выражение. Оказалось, что в случае наличия в кристаллах кремния статистически распределенных микродефектов изображения полос на секционных топограммах исчезают при значении фактора Дебая-Валлера L>0,017. Приблизительно такое же значение имеет фактор Дебая-Валлера, если основными дефектами в кремнии являются дислокации, их плотность составляет 10^3 - 10^4 cm⁻² и полосы не наблюдаются. С помощью секционного метода Ланга в кремнии были обнаружены макродефекты, устойчивыми являющиеся. по-видимому, флюктуациями микродефектов, не обнаруживаемыми другими методами, поскольку не имеют кинематического изображения, [2,8]. На рис.1 показан пример такого типа изображения.



Рис.1. Фрагмент секционной топограммы с изображением ростового макродефекта в Si [8]. Мо Kα, отражение 440, X 32.

На рис.2,а.б показаны фрагменты топограмм, полученных для системы сильнонарушенная подложка SiC-4H - пористый слой - гомоэпитаксиальный слой. Такие системы не

удается исследовать проекционным методом Ланга из-за высокой плотности дислокаций в подложке. Из секционной топограммы сразу видно, что структура эпитаксиального слоя намного совершеннее подложки, но слой содержит крупные дефекты упаковки, зарождающиеся на поверхности подложки и прорастающие на всю толщину эпитаксиального слоя. Видно и положение пористого слоя. Из-за серьезных нарушений структуры изображения интерференционных полос отсутствуют.



Рис.2. Фрагменты секционных топограмм композиции SiC-4H (подложка)-пористый слойгомоэпитаксиальный слой. Секционный метод в геометрии Лауэ (a,b), МоКа, отражение 30-30 (a) и 22-40 (b); в геометрии Брэгга (c), МоКа, отражение 00012. S – подложка, SF – дефекты упаковки в эпитаксиальном слое, PL – пористый слой. X20.

В секционном методе отражения (Брэгга) осуществляются два существенно различающихся варианта дифракционных эффектов. В случае совершенного кристалла в условиях использования неполяризованного излучения вслед за кинематическим изображением поверхности кристалла может наблюдаться система слабых и убывающих по интенсивности полос. Слабость интенсивности полос обусловлена наложением интерференционных картин, соответствующих двум состояниям поляризации, когда происходит их взаимное гашение [10]. Для отчетливого наблюдения полос этого типа необходим предварительный расчет условий их проявления. В упруго изогнутых кристаллах с постоянным градиентом деформации наблюдается система сильных полос с другим характером распределения, получивших название деформационных. В [11,12] показано, что описание излучения в кристаллах распространения с постоянным градиентом деформации возможно на основе принципов геометрической оптики и что оно имеет волноводный характер. Положение n-ой полосы определяется выражением

 $x_n = [16 \pi (2n-1)/5B^2]^{1/3}$ (2)

Здесь В – градиент деформации, а x_n - расстояние полосы от экстинкционного изображения поверхности кристалла. Полосы появляются, начиная с некоторого порогового расстояния

 $x_1 = (16 \pi/5 B^2)^{1/3}$, а последующие – следуя закону $x_n = (n-1/2)^{1/3}$. Поскольку градиент деформации связан с кривизной кристалла соотношением

 $B = \tau^2 / d \cos^2 \theta / 2 \pi \gamma_0 \gamma_h 1 / R , \quad (3)$

возможно определение радиуса кривизны R. Здесь d – межплоскостное расстояние, $a \gamma_0 \gamma_h$ – произведение направляющих косинусов.

На основании расчетов, проведенных в [12] посредством численного решения уравнений Такаги-Топэна было установлено, что контраст полос зависит от знака В, поскольку знак В определяет тип блоховских волн, образующих интерференционную картину. Распространение этих волн имеет волноводный характер и осуществляется путем внутренних отражений от поверхности кристалла. В зависимости от знака В интерференционная картина формируется за счет сильно (при B<0) или слабо (при В>0) поглощающихся блоховских волн. Это приводит к разной интенсивности, а также различной скорости затухания интенсивности полос при разных знаках В.

Изменение знака контраста полос и затухание контраста с увеличением их расстояния от экстинкционного изображения поверхности кристалла происходит несимметрично относительно В=0. Эта особенность своеобразно проявляется на соответствующих секционных топограммах (см. рис.2 и 3).

Условия поглошения блоховских волн определяют критическое значение В, ниже которого полосы не наблюдаются Bcr = $(16 \pi/5 t_0^3)^{1/2}$, где t_0 длина поглощения. Кроме этой возможности получения количественной информации о структуре кристалла из секционных топограмм отражения, сохраняется возможность выявления дефектов и определения их положения по толщине кристалла вблизи поверхности. В [13] сделана оценка чувствительности метода и точности определения положения дефектов. Она может достигать 0,1а, где а - ширина падающего пучка. На практике этот метод используется для определения радиуса кривизны локальных областей кристалла, связанных, например, с ионной имплантацией и другими воздействиями на кристалл [14], а также ЛЛЯ изучения полей напряжений вблизи определенных границ и вокруг отдельных дефектов. Он применялся для решения многих прикладных задач электроники и оказался эффективным при разработке некоторых технологических приемов при производстве приборных структур. Например, с помощью этого контролировать метода можно процесс формирования зоны, свободной от дефектов за счет эффекта геттерирования, рис.3. При этом одновременно с определением положения границы зоны и отдельных дефектов, все-таки оставшихся в ней, по знаку контраста дефектов определяется знак изгиба кристалла, если он имеется.

Внешний эффект геттерирования проявляется за счет существенно разной обработки поверхностей тонкой кремниевой пластинки. Вблизи шлифованной

Рис.3. Фрагменты секционных топограмм в геометрии отражения для кристаллов кремния с внешним (a,b) и внутренним (c,d) эффектами геттерирования. Снимки получены от противоположных поверхностей одного и того же кристалла (a,b) и от одной поверхности в разных отражениях (800 (c) и 440 (d)). МоКа – излучение. X30.

поверхности (рис.3,а) дефекты отсутствуют, но присутствуют у полированной поверхности (рис.3,b). Хорошо известно, что в этом случае пластинка приобретает изгиб. Определить его величину по приведенным топограммам не представляется возможным из-за отсутствия на них изображений интерференционных полос, но знак изгиба поддается определению по знаку контраста дефектов. Он отвечает выпуклости шлифованной поверхности и вогнутости полированной. Обратим внимание на то, контраст изображения противоположных что поверхностей пластинки остается неизменным и экстинкционным (черным, на топограммах белым, поскольку это позитивное изображение), а контраст дефектов вблизи поверхностей в основном имеет противоположный знак. С этой точки зрения интересно обратить внимание на рис.3,с в сравнении с рис.3, а и b, полученными с одного и того же кристалла SiC-4H разными методами. Контраст изображения поверхности кристалла и дефектов в приповерхностном слое на рис. 3,с такой же, как на рис.3, c,d. Известно, что у этого кристалла изгиба нет, [9].

Сравнивая возможности секционных методов топографии в геометрии Лауэ и Брэгга, следует отметить, что метод отражения обладает лучшим разрешением и в большей степени, чем метод Ланга отвечает современным тенденциям в технологии предпочитать поверхностные слои и тонкие пленки объемным кристаллам. Особенно эффективно применение секционного метода в геометрии отражения при исследовании напряжений, связанных с имплантацией ионов и частиц высокой энергии.

На рис.4,а,b показаны примеры секционных топограмм отражения для кремния после локальной имплантации ионов кислорода с энергией 5,15 MeV

[15] до и после серии термообработок, приводящих к образованию дефектов виде выделений.



Рис.4. Фрагменты секционных топограмм отражения от кристалла кремния после локальной имплантации ионов кислорода (а) и серии постимплантационных отжигов (b). МоКα, отражение 333. Х30.

Сложный характер распределения напряжений вблизи границы области имплантации проявляется не в одной, а в двух сериях деформационных полос. Дефекты в виде выделений имеют характерные вытянутые изображения, которые могут быть рассчитаны в полях напряжений, оцененных по измеренным на топограммах радиусам кривизны. Таким образом, секционный метод в геометрии отражения так же, как и секционный метод Ланга обладает аналитическими возможностями.

В последние годы для реализации секционных методов топографии используется синхротронное излучение (СИ). Применение СИ безусловно имеет преимущества перед лабораторными источниками излучения во времени экспозиции, числе одновременно наблюдаемых рефлексов (в белом пучке) и выборе оптимальных условий съемки, особенно по величине поглощения рентгеновских лучей. В частности, секционный метод Брэгга был применен для изучения имплантации в кремний αчастиц с энергией 4,8 MeV, вызывающей изгиб кристалла с радиусом кривизны порядка 100m [16], а также исследования дислокаций несоответствия в эпитаксиальных слоях кремния [17]. В [18] показана высокая эффективность применения данного метода определения профиля деформации для R

соединениях A3B5 в результате ионной имплантации. Было обнаружено сосуществование двух компонентов деформации, связанных с введением в матрицу кристалла межузельных атомов и ионов селена и различающихся в положении по глубине.

В [19] тот же метод был применен для изучения полос роста в кристаллах Si:Ge, связанных с сегрегацией Ge. Были выявлены признаки нестабильности поверхности роста. Секционный метод отражения приобретает все более широкое распространение. Использование синхротронного излучения в случае секционного метода Ланга открывает новые возможности, не достижимые при работе с лабораторными источниками излучения [20,21].

- 1. Aristov V.V., Kohn V.G et al. Phys.stat. sol. (a),72,483 (1982).
- 2. Мильвидский М.Г., Осипьян Ю.А. и др. Поверхность 6,5, (2001).
- 3. Tanner B.K. X-ray diffraction topography. Pergamon Press, Oxford, 174 (1976).
- 4. Суворов Э.В., Смирнова И.А., Шулаков Е.В. Поверхность, 4, 100, (2004).
- Cui S.F., Green G.S, Tanner B.K. Mater. Res. Soc. Symp. Proc, 138,71 (1989)/
- Petrashen P.V., Shulpina I.L. Phys.stat.sol. (a),78, K105, (1983).
- Kyutt R.N., Shulpina I.L., Mosina G.N. et al. J. Phus. D: Appl. Phys., 38, A111, (2005)
- Кютт Р.Н., Шульпина И.Л. Письма в ЖТФ, в печати, (2006).
- Шульпина И.Л., Ратников В.В., Савкина Н.С. и др. Поверхность, 6, 18 (2005).
- Lang A.R., Mai Zhen-Hong. Proc R. Soc. London (A), 368,313 (1979).
- 11. Zaumseil P. Kristall und Technik, 13, 983, (1978).
- 12. Chukhovskii F.N., Petrashen P.V., Acta Cryst., (a) 44, 8, (1988).
- 13. Лейкин И.Н., Головчинер К.Л., Мингазин Т.А. Поверхность, 9, 136, (1984).
- 14. Шульпина И.Л. Кристаллография, 37,451, (1992).
- ШульпинаИ.Л., Жданович Н.С., Соколов В.И. Электронная техника, сер. Материалы.4 (24), 48, (1989).
- Wieteska K., Wierzchowski W., Graeff W. Il Nuovo Chimento, 19D, 2-4, 233 (1997).
- 17. Wierzchowski W, Wieteska K., Graeff W. Il Nuovo Chimento, 19D,2-4, 227, (1997).
- Wieteska K, Wierzchowski W., Graeff W. et al. J. Phys D : Appl.Phys., 34, A122, (2001)
- Wieteska K., Wierzchowski W., Graeff W. et al. J Phys. D: Appl. Phys., 36, A133 (2003).
- 20. Medrano C., Rejmankova P., Ohler M. et al. Il Nuovo Cimento, 19, 195, (1997).
- 21. Milita S., Maccagnani P., Angelucci R. Et al. J. Electrochem. Soc., 148(8), G439 (2001).

Контраст изображений дефектов на приведенных топограммах позитивный: белый контраст соответствует увеличенной интенсивности. Работа поддержана программой ОФН РАН «Новые материалы и структуры».

Метод рентгеновской in-line (Габоровской) голографии на лабораторных источниках излучения

<u>Шелоков И.А.¹</u>, Кондаков А.С.¹, Иржак Д.В.¹ 1 - Институт проблем технологии микроэлектроники РАН, Черноголовка e-mail: igor@ipmt-hpm.ac.ru

Рентгеновское излучение, обладающее высокой проникающей способностью, всегда привлекало внимание широкого круга исследователей как инструмент для определения внутренней структуры объектов. многих практически важных Однако, BO случаях, высокая проникающая способность означает, что поглощение в данном объекте слабое И, следовательно, рентгеновское излучение претерпевает лишь фазовую модуляцию при рассеянии на объекте.

Исторически первыми рентгеновскими фазоконтрастными методами для жесткого рентгеновского излучения являются интерферометрический метод Бонзе-Харта [1] и метод фазоконтрастной интроскопии. B методе фазовая модуляция последнем прошедшего объект, излучения, через переводится В видимое распределение интенсивности с помощью дифракционного отражения от высокосовершенного кристаллаанализатора. Метод фазоконтрастной интроскопии приобрел большую популярность благодаря работам российских ученых (Ингала рентгеновского для излучения. BH _ Шильштейна С.Ш. - для нейтронов). Огромный вклад в теорию метода фазоконтрастной работы профессора интроскопии внесли Бушуева В.А. [2-3]. Им же, впервые, успешно разработаны алгоритмы решения обратной задачи для этого метода. Благодаря этому, популярность метода фазоконтрастной интроскопии в последние годы резко возросла.

непосредственно Возможность преобразовывать фазовую модуляцию в видимое распределение интенсивности в жестком рентгеновском излучении появилась сравнительно недавно [4-6]. Она связана с появлением синхротронных источников рентгеновского излучения III-го поколения, таких как ESRF, APS, Spring8. Вместе с тем, для использования широкого методов рентгеновского фазового контраста необходимо развивать аналогичные методы с применением лабораторных источников рентгеновского излучения. Но если, в силу свойств источника излучения, на синхротронах III-го поколения изображения получаются фазоконтрастные естественным образом, то для экспериментальной реализации схем рентгеновской in-line голографии в лабораторных условиях требуются серьезные усилия.

Экспериментальные схемы

Классическая схема Габоровской голографии чрезвычайно проста: излучение, рассеянное объектом, интерферирует с опорной проходящей волной. вне объекта. Результирующее распределение интенсивности называют in-line голограммой. Главной задачей при этом является обеспечение необходимой степени пространственной когерентности падающего на исследуемый объект излучения.

Один из используемых для решения поставленной задачи подходов основывается на том факте, что для получения фазоконтрастных изображений достаточно обеспечить только пространственную когерентность излучения. Для этой цели можно использовать точечный источник полихроматического излучения. Такая экспериментальная схема была реализована на микрофокусном источнике MICROFLEX (рис.1).



Рис. 1. Схема с точечным полихроматическим источником рентгеновского излучения.

Излучение от источника с размерами 3x30 мкм на расстоянии 1 м обладает, практически, степенью пространственной такой же когерентности, как и излучение на синхротроне III-го поколения (для сравнения - 100 мкм на расстоянии 40 м). В данной схеме были получены экспериментальные рентгеновские inline голограммы биологических тест-объектов (волосы человека и шерсть животных) в полихроматическом излучении с контрастом от 5% до 20%, в зависимости от условий (рис.2). Использование регистрации монохроматора в данной схеме является нецелесообразным, по причине низкой яркости источника. К существенным недостаткам этой экспериментальной схемы относится невысокий коэффициент увеличения. Коэффициент



Рис. 2. Фазоконтрастное изображение волос, полученное в полихроматическом излучении на установке MICROFLEX

увеличения в ней определяется отношением расстояния от источника до плоскости изображений к расстоянию от источника до объекта. Из-за этого реально достижимый коэффициент увеличения в лабораторных условиях не превышает 2. В проведенных экспериментах он изменялся в интервале от 1.2 1.5. Максимально достижимое ло пространственное разрешение в данной схеме определяется размером источника излучения. Фактически же, в эксперименте, из-за малого коэффициента увеличения оно определялось пространственным разрешением детектора (фотопленки) и было равным 4 мкм.

Аналогичная схема с использованием кристалла-монохроматора двойного была реализована на более мощном источнике излучения с вращающимся анодом ROTAFLEX. Использовалось излучение медного анода линия Cu K_{a1} - с длиной волны 1.54 А. Источник имел поперечный размер 100 МКМ И располагался на расстоянии приблизительно 3 м от исследуемых тест-объектов. Таким образом, пространственной степень когерентности излучения была меньшей, чем в схеме на MICROFLEX. Использование в экспериментальной схеме двойного кристалламонохроматора с угловой полушириной кривой



Рис. 3. Фазоконтрастное изображение волос, полученное в монохроматическом излучении на установке ROTAFLEX

порядка 10 угловых качания секунд незначительно улучшало пространственную когерентность падающего излучения. Однако использование монохроматического излучения привело к увеличению контраста изображения (до 30%, рис. 3), хотя пространственное разрешение, по-прежнему, определялось разрешением детектора (фотопленки). Коэффициент увеличения схемы изменялся в пределах от 1.05 до 1.2.

реализации метода Другой подход к in-line рентгеновской голографии на лабораторных источниках излучения основывается использовании на рентгенооптических элементов для формирования вторичного источника излучения, обеспечивающего необходимую степень когерентности излучения.



Рис. 4. Схема с использованием зонной пластинки скользящего падения для формирования вторичного источника излучения

Первой из разработанных схем такого рода, была схема с зонной пластинкой скользящего паления. фокальная линия которой использовалась в качестве вторичного источника излучения (рис. 4). Схема была реализована на источнике ROTAFLEX с вращающимся медным анодом. Расстояние зонная пластинка - источник было равным 3.2 м. что при фокусном расстоянии зонной пластинки 5 см, обеспечивало фокусировку излучения в линию с поперечным размером 1-1.5 мкм. Тестобъекты устанавливались на расстоянии 30-40 см от фокальной плоскости зонной пластинки.



Рис. 5. Фазоконтрастное изображение волос, полученное в схеме с зонной пластинкой. Центральная линия - 0-й порядок дифракции зонной пластинки.

Регистрация рентгеновских in-line голограмм проводилась на фотопленку расположенную на расстояниях 0.5 - 1.2 м от тест-объектов. Благодаря большему достигнутому коэффициенту увеличения (3-4 раза), на зарегистрированных рентгеновских in-line голограммах удалось разрешить тонкую структуру ряда тест-объектов. внутреннюю Практически у всех тест-объектов (волосы человека) удалось различить и оценить толщину стенки, а один из них (наиболее толстый) обнаружил наличие центрального сердечника с еще более тонкой структурой, разрешить которую не удалось. Несмотря на хорошие полученные результаты, у данной схемы имеется серьезный недостаток. Он связан с тем, что у любых элементов дифракционной рентгеновской оптики (даже у чисто фазовых) имеется некогерентный фон из-за рассеяния излучения на неоднородностях рельефа. В рассматриваемом случае зонной пластинки скользящего падения - это рассеяние на шероховатостях поверхности. В эксперименте этот фон проявляется, как нескомпенсированный 0-ой порядок дифракции, делая невозможным регистрацию сигнала в центральной части рентгеновской in-line голограммы, с размером равным апертуре используемого элемента дифракционной оптики. Поэтому параллельно данной схеме, была начата разработка схемы, в которой в качестве вторичного источника излучения используется выходная апертура рентгеновского волновода (рис. 6).



Рис. 6. Схема с использованием тонкопленочного рентгеновского волновода

Разработанные к настоящему времени рентгеновские волноводы представляют собой трехслойную структуру, в которой волноводный слой (слой, в котором происходит распространение излучения) ограничен отражающими поверхностями. Волноводный слой может быть либо воздушным зазором, либо слоем слабопоглощающего материала (тонкопленочный волновод).

Свой выбор в пользу тонкопленочного волновода мы обосновываем удобством экспериментальной работы с ним. Если волновод используется в монохроматическом излучении, а, как правило, выбирается именно такой режим, то для его юстировки можно использовать весь арсенал приемов рентгеновской рефлектометрии. Типичная кривая отражения тонкопленочного волновода приведена на рис.7. Обнаружив характерный провал на кривой отражения, соответствующий возбуждению волноводной моды, достаточно зафиксировать его в этом угловом положении и он готов для дальнейшей работы.



Рис. 7. Теоретическая и экспериментально измеренная кривая отражения многомодового W/Si/W рентгеновского волновода с толщиной волноводного тракта 285 А

Были изготовлены испытаны и на вращающимся источнике с анодом (использовалось излучение серебряного анода линия Ag K_{a1} - с длиной волны 0.56 A) многомодовый W/Si/W рентгеновский волновод с толщиной волноводного тракта 285 А и 2-х модовый W/Si/W рентгеновский волновод с волноводным каналом размером 85 А. На основе метода рентгеновской рефлектометрии разработана методика юстировки была тонкопленочных волноводов. В частности, было



Рис. 8 (а)-(б). Изображение модовой структуры выходного излучения рентгеновского тонкопленочного волновода: а) - резонанс ("рождение") 3-ей моды; б) резонанс 4-ой моды; Рис. 8 (в)-(г). Изображение тест-объекта: в) в прямом пучке; г) в излучении на выходе из волновода.

экспериментально продемонстрировано, что резонансные провалы на кривой отражения соответствуют "рождению" мод в волноводе, причем номер резонанса (отсчитываемый от нулевого градуса падения) совпадает с числом мод, существующих в волноводном тракте (рис. 8(а)-(б)). Кроме этого, в ходе экспериментов были получены рентгеновские фазоконтрастные изображения тест-объекта, в качестве которого выступала медная сетка с периодом 100 мкм. Контраст изображения достигал 90% (рис. 8(г)) и, поэтому, изображение было отчетливо видно даже на фоне модовой структуры вышедшего из волновода излучения. Несмотря на очевидные достигнутые успехи В создании тонкопленочных волноводов, работа в данном направлении только началась и будет продолжена в дальнейшем, так как для целей рентгеновской in-line голографии необходим одномодовый волновод.

В заключение хотелось бы отметить, что уже первые результаты экспериментов с тонкопленочными рентгеновскими волноводами показали преимущество данной схемы перед Учитывая высокую остальными. степень когерентности излучения на выходе волновода, можно располагать исследуемые микрообъекты максимально близко, добиваясь тем самым высоких (>10)коэффициентов очень увеличения. Это позволит проводить исследования с субмикронным разрешением в лабораторных условиях.

Работа поддержана грантом РФФИ № 05-02-16785.

- Bonse U., Hart M., Appl. Phys. Lett., v6, №3, p.155-157 (1965).
- [2] Бушуев В.А., Ингал В.Н., Беляевская Е.А., Кристаллография, т.**43**, №4, с.586-595 (1998).
- [3] Бушуев В.А., Сергеев А.А., Письма в ЖТФ, **т.25**, №3, с.1-7 (1999).
- [4] Snigirev A., Snigireva I., Kohn V.G., Kuznetsov S., Schelokov I., Rev. Sci. Instrum, 66, №12, p.5486-5492 (1995).
- [5] Snigirev A., Snigireva I., Kohn V.G., Kuznetsov S.M., Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. A370, p.634-640 (1996).
- [6] Wilkins S.W., Gureyev T.E., Gao D., Pogany A., Stevenson A.W., Nature, 384, p.335-338 (1996).

СПИСОК ОРГАНИЗАЦИЙ – УЧАСТНИКОВ СЕМИНАРА

Институты Российской Академии Наук

Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, Ленинский пр. 59, 119333, Москва, Россия

НИЦ "Космическое материаловедение" Института кристаллографии РАН, ул. Академическая, 8, 248640, Калуга, Россия

Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова, Ленинский проспект 49, 119991, Москва, Россия

Институт проблем машиноведения РАН, Большой пр. 61, Васильевский остров, Санкт-Петербург, 199178, Россия

Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов (ИПТМ) РАН ул. Институтская, д.6, 142432, Моск. обл., г. Черноголовка, Россия

Институт физики полупроводников СО РАН, пр. Лавреньева 13, Новосибирск, Россия

Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка, Московская область, Россия

Коми научный центр УрО РАН, ул. Коммунистическая 24, Сыктывкар, Россия

Курчатовский центр синхротронного излучения, РНЦ «Курчатовский институт», пл. Курчатова 1, 123182г. Москва, Россия

Российский Федеральный ядерный центр – Всероссийский научно-исследовательский институт экспериментальной физики (РФЯЦ – ВНИИЭФ), Проспект Мира д.37, 607190, Саров, Россия

Российский Федеральный ядерный центр – Всероссийский научно-исследовательский институт технической физики им. Е.И. Забабахина (РФЯЦ – ВНИИТФ), ул. Васильева д.13, 456770, Снежинск, Россия

Физико-технический институт им. А.Ф.Иоффе РАН, Политехническая, 26, 194021, С-Петербург, Россия

Физико-технологический институт РАН, Нахимовский пр. 36-1, 117218, Москва, Россия

Физический институт им. П.Н. Лебедева РАН, Ленинский пр. 53, 119991, Москва, Россия

Высшие учебные заведения России

Московский государственный институт электронной техники (технический университет), 124498, проезд 4806, д. 5, Москва, К-498, Зеленоград, Россия

Московский государственный институт стали и сплавов, Ленинский пр. 4, Москва, Россия

Московский инженерно-физический институт, Каширское шоссе 31, 115409, Москва, Россия

Кабардино-Балкарский государственный университет, ул. Чернышевского 173, г. Нальчик, Россия

Московский государственный университет им. М.В.Ломоносова, Воробьевы горы, 1,

Москва, 119992 ГСП-2, Россия

Международный лазерный центр, МГУ, Ленинские Горы, 119899, Москва, Россия

Институт ядерной физики МГУ, Ленинские Горы, 119899, Москва, Россия

Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского, 603950, Нижний Новгород, Россия

Новгородский государственный университет им. Ярослава Мудрого, ул. Большая Санкт-Петербургская 41, 173003, Великий Новгород, Россия

Санкт-Петербургский государственный политехнический университет, Политехническая ул. 29, Санкт-Петербург, 195251, Россия

Сыктывкарский государственный университет, Октябрьский пр., 55, Сыктывкар, Россия

Научно-производственные организации

ЗАО "ТРИ Карбон", 125254, ул. Гончарова, д.5, Москва, РоссияООО «ОКБ-Планета», г. Великий НовгородЗАО НПП «Планета-Аргалл», г. Великий Новгород

Зарубежные научные организации и университеты

Argonne National Laboratory, Argonne, IL 60439, USA

Bede X-Ray Metrology, 14 Inverness Dr East H-100, Englewood, CO 80112, USA

Centre for Synchrotron Science, Monash University, VIC 3800, Australia

Colorado State University, Fort Collins, CO 80523, USA

CSIRO Manufacturing and Infrastructure Technology, PB 33, Clayton South, VIC 3169, Australia

Deutsches Elektronen-Synchrotron DESY, Notkestraße 85, D-22603 Hamburg, Germany

Department of Materials Science and Engineering, Pohang University of Science and Technology, San 31 Hyoja-dong, Namku, Pohang, 790-784, Republic of Korea

Institute of Crystal Growth, 12489 Berlin, Germany

Institute of Radio Engineering and Electronics CAS, Chaberska 57, 18251 Prague 8, Czech Republic

L-NESS and INFM Dipartimento di Fisica del Politecnico di Milano Via Anzani 52, Como 22100, Italy

School of Physics, Monash University, VIC 3800, Australia

SUMCO USA, Salem, Oregon, USA

University of Delaware, 19716 Delaware, USA, 140 Evans Hall, Newark

4-й Физический институт Геттингенского университета, Геттинген, ФРГ

Институт прикладных проблем физики НАН РА, ул., Нерсесяна 25, 375014, г. Ереван, Республика Армения

Институт металлофизики им. Г.В. Курдюмова НАН Украины, бульв. Акад. Вернадского, 36, 03680, ГСП, Киев-142, Украина

Институт физики полупроводников им. В.Е.Лашкарева НАН Украины, 03028, пр. Науки 45, г. Киев, Украина

Источник синхротронного излучения, Гренобль, Франция

Киевский национальный университет им. Тараса Шевченко, Киев, Украина

Национальный Технический Университет "ХПИ", ул. Фрунзе 21, г. Харьков 31002, Украина

Харьковский политехнический институт, 310002 ул. Фрунзе 21, Харьков, Украина

Черновицкий национальный университет им. Ю.Федьковича, 58012, ул. Коцюбинского, 2, Черновцы, Украина

АЛФАВИТНЫЙ УКАЗАТЕЛЬ АВТОРОВ

Фамилия, И.О.	Страницы	Фамилия, И.О.	Страницы
	-		
Авдюхина В.М.	21, 99, 102	Дерябин А.С.	23, 48, 263
Агафонов А.В.	17, 38,178	Довганюк В.В.	24, 34, 271
Андреев А.А.	23, 47, 249, 254	Дроздов Ю.А.	3
Андреева М.А.	14, 28,108	Дышеков А.А.	14, 16, 34, 46, 145, 242
Анисимов В.Г.	25, 28, 46, 105, 244	Дмитриев С.В.	15, 39, 147, 199
Артюков И.А.	18, 24, 29, 49, 112, 114,	· · · •	
	135	Жмерик В. Н.	20, 43, 226
Асадчиков В.Е.	18, 30, 115	Жолудев А.А.	17, 49, 267
Багов А.А.	16, 46, 242	Зайбт М	17 21 122
Барашев М.Н.	16, 46, 242		17, 31, 122
Безбах И.Ж.	20. 30. 118	Занлитный Г.А.	24, 50, 153
Белоцкая А.А.	15, 39, 197, 199	Jarapus A.IV. Zavanor E E	20, 30, 137
Бессонов Е.Г.	18, 29, 112	Saxapob D.I.	20, 21, 30, 42, 118, 216
Боргардт Н.И.	3, 17, 19, 31, 38, 122, 178	Зубарев Е.П.	18, 49, 135
Борча М.Д.	24. 31. 123	Upouop C D	20 42 22(
Бугаев Е.А.	19. 31. 126		20, 43, 226
Бузмаков А.В.	18. 30. 115	Иломор Р М	20, 35, 158
Бушуев В.А.	3. 23. 24. 33. 128. 131	$\frac{1}{1}$	17, 38, 185
_ j j = _ = = = =	-,,,,	иржак д.б. Инуучур Г С	19, 43, 297
Василенко А.П.	20, 23, 35, 48, 158, 263	ИШХАНОВ Д.С.	18, 29, 112
Венгер В.Н.	15. 24. 39. 40. 197. 199.	Edayon A U	15 10 26 45 40 140 1
	200	Ефанов А.п.	15, 18, 36, 45, 49, 148, 10
Виноградов А.В.	18, 19, 24, 29, 31, 49, 112, 117, 126, 135		200
Вихляев Л.А.	24, 29, 114	Казаков Д.В.	26, 36, 161
Влалимирова Т.Г	I. 15, 24, 39, 40, 193, 200	Каземирский Т.А	. 24, 50, 153
Воронов Л.Л.	18 19 24 29 31 49 114	Карпов А.В.	25, 36, 164
	126, 135	Карпов Г.П.	3
		Кацнельсон А.А.	21, 99
Гавриков А.Л.	3, 13	Качанова М.М.	23, 48, 263
Гарабажив Я.Д.	24, 31, 123	Квардаков В.В.	3
Горбунков М.В.	18, 29, 112	Кисловский Е.Н.	15, 24, 39, 40, 44, 193, 20
Гузей В.В.	18, 35, 139	Илодино D П	287
Гутаковский А.К	. 23, 48, 263	Кладько Б.П.	15, 18, 36, 45, 49, 148, 16
Гуткин М.Ю.	21, 35, 43, 141, 283	Колесников А.В.	20 23 35 48 158 263
Гуцуляк Б.И.	24, 34, 271	Колосов С.И.	19 36 170
		Конлаков А.С	19. 43. 297
Данильчук Л.Н.	3, 22, 23, 25, 28, 40, 46,	Кондратенко В В	. 18 19 24 29 31 49 11
	47, 105, 204, 209, 244,	Tonda and D.D.	126, 135
Лгюба И В	247, 249, 204, 209	Коробейникова Е	E.H. 20, 42, 216
дзюба п.р.	22, 40, 209	Кострюков П.В.	18, 29, 112

Кочарян В.Р.	24, 173	Пунегов В.И.	18, 19, 20, 25, 26, 36, 42,
Кочелаб Е.В.	15, 39, 193	-	161, 164, 170, 220, 223
Красотин А.Ю.	23, 48, 263	D D D	
Крепс Г.Р.	37, 176	Ратников В.В.	20, 42, 43, 216, 226
Кузнецов В.О.	17, 39, 178	Ревкевич Г.П.	21, 99, 102
Кукин В.Н.	17, 38, 178	Решетник О.В.	15, 39, 193
Кютт Р.Н.	3, 15, 16, 20, 34, 43, 145, 181, 226	Рощупкин Д.В.	3
		Савельева И.С.	15, 49, 148
Лень Е.Г.	24, 40, 200	Сагитов С.А.	24, 49, 114
Липин А.В.	24, 29, 114	Севрюкова В.А.	18, 49, 135
Ломов А.А.	17, 19, 38, 42, 185, 223	Сенин Р.А.	18, 30, 115
		Серебряков Ю.А.	. 20, 42, 216
Максимов С.К.	17, 38, 189	Середенко Р.Ф.	15, 39, 193
Маркелов А.С.	17, 49, 267	Сивков В.Н.	25, 45, 229
Маслова Ю.Я.	18, 29, 112	Сивков Д.В.	25, 45, 229
Мачулин В.Ф.	15, 18, 36, 45, 167, 233	Скакунова Е.С.	24, 44, 287
Молодкин В.Б.	3, 15, 24, 39, 40, 44, 193,	Слободян Н.В.	15, 18, 36, 45, 167, 233
	197, 199, 200, 287	Смирнова И.А.	21, 25. 45, 46, 234, 238
Мусихин П.В.	18, 35, 139	Соколов Л.В.	23, 48, 263
		Сорокин Л.М.	3, 13
Некипелов С.В.	25, 45, 229	Стрельчук В.В.	15, 18, 36, 45, 167, 233
Низкова А.И.	15, 39, 197, 199	Суворов Э.В.	3, 21, 25, 45, 46, 234, 238
Новиков С.Н.	18, 34, 274		
Новиков Д.В.	14	Ташилов А.С.	16, 46, 242
		Тиль К.	17, 31, 122
Окунев А.О.	2, 3, 22, 23, 25, 40, 46, 47,	Тимофеева Ю.В.	25, 46, 244, 247
	204, 209, 244, 247, 249, 254, 259	Ткаль В.А.	2, 3, 22, 23, 25, 40, 46, 47,
Олиховский С.И.	15, 24, 39, 40, 44, 193, 197, 199, 200, 287		204, 209, 244, 247, 249, 254, 259
Орешко А П	14 24 33 41 131 212	Токарев В.А.	19, 31, 126
Осташев В И	24 29 114	Труханов Е.М.	20, 23, 35, 48, 158, 263
	21, 27, 111	Трушин В.Н.	17, 49, 267
Парфеньев Р.В.	3 13 22	Тункин В.Г.	18, 29, 112
Пеньков А.В.	18 49 135		
Первак Е В	24 44 287	Удовский А.Л.	24, 29, 114
Першин Ю П	18 49 135	Успенский Ю.А.	18, 24, 29, 49, 112, 114, 135
Петраков А П	17 18 25 35 139 229		
Петров М Н	23 25 47 249 254 259	Фалеев Н.Н.	26, 36, 161
Петухов В П	19 31 126	Федоров А.А.	20, 35, 158
Посеряев А В	18 29 112	Федорцов Д.Г.	18, 35, 274
Прашка М М	25 47 259	Фещенко Р.М.	18, 19, 24, 29, 31, 112, 114,
Пронин В А	20, 11, 209	ф UN	126
Прохоров Д.Ю.	17, 19, 38, 42, 185, 223	ФОДЧУК И.М.	18, 24, 31, 34, 44, 50, 123, 153, 271, 274, 287
Прохоров И.А.	20, 30, 42, 118, 216	Функе Х.	23, 278

Хапачев Ю.П.	3, 16, 34, 46, 145, 242	Шпак А.П.	24, 44, 287
		Шулаков Е.В.	21, 25, 44-46, 234, 238, 290
Чукалина М.В.	23, 278	Шульпина И.Л.	3, 20, 22, 23, 25, 28, 30, 42,
Чупрунов Е.В.	17, 49, 267		44, 105, 118, 216, 293
Шабалин Ю.В.	18, 29, 112	Щеглов М.П.	20, 43, 226
Шведунов В.И.	18, 29, 112	Щелоков И.А.	19, 43, 297
Шейнерман А.Г.	21, 35, 43, 141, 283	Щербачёв К.Д.	19, 42, 223
Ширяева Л.Л.	25, 45, 229		

Фамилия, И.О.	Страницы	Фамилия, И.О.	Страницы
Abrosimov N.V.	22, 90	Mynbaeva M.	25, 89
Adams B.W.	14, 16, 28, 52, 55	Nagalyuk S.S.	22, 59
Argunova T.S.	22, 59, 76	Nesterets Ya.I.	14, 41, 84
		Nohavica D.	17, 19, 38, 42, 185, 223
Belyakova E. I.	22, 90	Novikov D.V.	3, 19, 48, 94
Bougrov V.	25, 89		
Bushuev V.A.	13, 14, 32, 33, 63, 68	Odnoblyudov M.	25, 89
Chuev M.A.	16, 33, 72	Paganin D.M.	14, 41, 84
		Pavlov K.M.	14, 41, 84
Fanchenko S.S.	19, 48, 94		
Feichtinger P.	16, 228	Rocca J.J.	18, 49, 135
		Rouvimov S.S.	16, 228
Gladkov P.	17, 19, 38, 42, 185, 223		
Grisham M.	18, 49, 135	Schulte-Schreppin	ng H. 3, 13, 88
Gutkin M.Yu.	22, 59, 90	Sheinerman A.G.	22, 59
Gureyev T.E.	14, 41, 84	Shulpina I.L.	16, 228
		Sitnikova A.A.	25, 89
Imamov R.M.	16, 33, 72	Sorokin L.M.	16, 22, 90, 228
		Sustavov S.A.	16, 33, 72
Je J.H.	22, 59, 76, 90		
Kim SB.	16, 228	Taylor P.	16, 228
Konnikov S.G.	25, 89	Tschentscher T.	3
Kostin D.V.	13, 37, 80	Tolkiehn M.	19, 48, 94
Kostina L.S.	22, 90		
Kreps G.	13	Vartanyants I.A.	14, 98
Kyutt R.N.	16, 228	Vaschenko G.	18, 49, 135
Lang T.	25, 89	Wildes P.	16, 228
Lomov A.A.	16, 33, 72		
		Yi J.M.	22, 59, 76, 90
Menoni C.S.	18, 49, 135		
Mokhov E.N.	22, 59	Zabrodskii A. G.	22,90

Научное издание

СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ДИФРАКЦИОННЫХ ДАННЫХ

(ТОПОГРАФИЯ, ДИФРАКТОМЕТРИЯ, ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ)

Программа и материалы Третьего международного научного семинара 22–25 мая 2006 года

> Составители: Ткаль Валерий Алексеевич Окунев Алексей Олегович

Материалы публикуются в авторской редакции. Оригинал-макет подготовлен Совместной с ФТИ им. А.Ф. Иоффе РАН научно-учебной лабораторией рентгенотопографических методов исследования материалов электронной техники

Изд. лиц. ЛР № 020815 от 21.09.98. Подписано в печать 05.04.2006. Бумага офсетная. Формат 60×84 1/16. Гарнитура Times New Roman. Печать офсетная. Усл. печ. л. 19,3. Уч.-изд. л. 21,5. Тираж 130 экз. Заказ № .

Издательско-полиграфический центр Новгородского государственного университета им. Ярослава Мудрого. 173003, Великий Новгород, ул. Б. Санкт-Петербургская, 41.

Отпечатано в ИПЦ НовГУ им. Ярослава Мудрого. 173003, Великий Новгород, ул. Б. Санкт-Петербургская, 41.