

## Секционные методы рентгеновской дифракционной топографии (обзор)

© И.Л. Шульпина,<sup>1</sup> Э.В. Суворов,<sup>2</sup> И.А. Смирнова,<sup>2</sup> Т.С. Аргунова<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,  
194021 Санкт-Петербург, Россия

<sup>2</sup> Институт физики твердого тела им. Ю.А. Осипьяна РАН,  
142432 Черноголовка, Московская обл., Россия  
e-mail: argunova@mail.ioffe.ru

Поступило в Редакцию 18 марта 2022 г.

В окончательной редакции 7 июня 2022 г.

Принято к публикации 10 июня 2022 г.

Рентгеновская топография представляет собой группу методов, предназначенных для получения дифракционных изображений структурных дефектов в кристаллах. Среди них выделяют секционные методы, позволяющие получать количественную информацию о дефектах на основе анализа их изображений. С этой целью разрабатываются специальные приложения динамической теории дифракции рентгеновских лучей. Секционные методы основаны на интерференции волновых полей, возбуждаемых в кристалле рентгеновским пучком. Их чувствительность к слабым нарушениям кристаллической решетки намного выше, чем у других рентгеновских методов. Описаны физические основы и условия реализации секционных методов, а также методы и результаты моделирования волнового поля в кристалле. Показаны примеры решения прикладных задач материаловедения и микроэлектроники. Кратко изложено применение секционных методов с использованием синхротронного излучения.

**Ключевые слова:** рентгеновская топография, монокристаллы, дефекты в кристаллах, кремний, алмаз, антимонид индия.

DOI: 10.21883/JTF.2022.10.53240.23-22

### Введение

Секционные методы занимают особое место в рентгеновской дифракционной топографии, поскольку позволяют получать количественную информацию о локальных деформациях кристаллической решетки, обусловленных дефектами. Они дают возможность изучения структуры рентгеновского волнового поля, формируемого внутри треугольника рассеяния решетки вблизи брэгговского отражения. В свою очередь, анализ структуры волнового поля в треугольнике рассеяния открывает сведения о локальных деформациях, связанных с дефектами кристаллической решетки. Высокая чувствительность к локальным деформациям основана на анализе геометрии интерференционных полос Като, формируемых на секционных топограммах в треугольнике рассеяния. Рентгеновское волновое поле, возникающее в кристаллической решетке вблизи брэгговского положения, детально описывается динамической теорией рассеяния. Это и есть теоретическая основа рентгеновской секционной топографии. По существу, секционная топография является методом однокристалльного рентгеновского интерферометра. (Полосы Като — это результат интерференции нормальных и аномальных волн.)

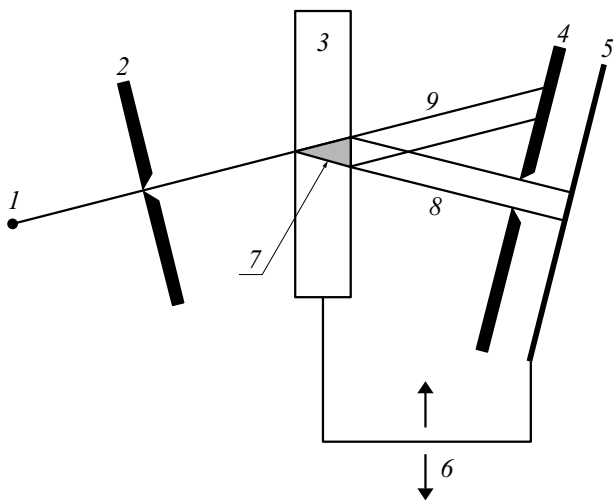
Секционные методы рентгеновской топографии (РТ) реализуются в двух геометриях — дифракции по Лауэ и по Брэггу. Во втором случае из-за особенностей отражения волнового поля поверхностью кристалла

наблюдение полос Като затруднительно. Однако даже незначительный изгиб кристалла с радиусом кривизны порядка сотен метров приводит к образованию другого типа интерференционных полос, геометрия которых позволяет определять очень слабые деформации.

Секционная РТ применяется для изучения разнообразных дефектов кристаллической решетки, их геометрии и вида упругих полей; распада твердых растворов; примесей в легированных кристаллах; эффектов геттерирования примесей; выявления дефектов со слабыми деформационными полями, которые недостаточны для образования прямого (кинематического) изображения, и т.д. В настоящем обзоре рассматриваются возможности применения методов секционной РТ для изучения реальной структуры кристаллов.

### 1. Физические основы секционных методов

Идея рентгеновской дифракционной топографии впервые была сформулирована в 1931 г. в работах В. Берга [1,2]. В течение последующих лет было разработано множество разнообразных схем РТ (схемы Берга–Баррета, Шульца, Фудживары, Бормана и др.), но большинство из них позволяло только визуализировать дефекты крупного размера и границы зерен и выявлять



**Рис. 1.** Рентгенооптическая схема метода Ланга: 1 — точечный источник рентгеновского излучения; 2 — щель, формирующая рентгеновский пучок; 3 — исследуемый кристалл; 4 — щель, выделяющая дифрагированный (8) или прошедший через кристалл в направлении падающей рентгеновской волны (9) пучки; 5 — детектор, регистрирующий топограмму; 6 — механизм сканирования; 7 — треугольник рассеяния.

геометрическое и пространственное расположение дефектов в кристалле.

В 1954 г. А.Р. Ланг [3] предложил и опубликовал принципиально новую схему (рис. 1) РТ, на основе которой были созданы современные количественные методы рентгеновской дифракционной топографии, позволяющие измерять локальные деформации, связанные с дефектами кристаллической решетки. В оригинальной схеме Ланга (рис. 1) на кристалл падает узкий рентгеновский луч от „точечного источника“, сформированного узкой щелью, так, чтобы кристалл выделял из всего белого спектра только одну характеристическую линию спектра, например  $K_{\alpha}$ . При помощи специального гониометра кристалл устанавливается в отражающее положение для какой-либо системы плоскостей ( $hkl$ ). В схеме предусмотрен еще один коллиматор, позволяющий выделить дифрагированный или проходящий пучок для последующей регистрации. В геометрии Ланга возможны три варианта получения изображений: топограммы со сканированием, когда регистрируется дифракционное изображение всего кристалла в дифрагированном или проходящем пучках за счет непрерывного перемещения кристалла и детектора под рентгеновским пучком; ограниченные топограммы, когда регистрируется только выделенная вторым коллиматором часть дифрагированного или проходящего пучка (это дает возможность получать информацию о глубине залегания дефектов в кристалле) и, наконец, секционные топограммы, когда сканирование остановлено и регистрируется стоп-кадр, т. е. изображение, сформированное в основании треугольника рассеяния на выходной поверхности кристалла. Такие топограммы принципиально

отличаются от всех остальных возможностью получения количественной информации о локальных искажениях кристаллической решетки, обусловленных дефектами.

### 1.1. Условия реализации секционных методов

Для практической реализации секционной топографии необходим точечный источник расходящейся рентгеновской волны на поверхности кристалла. Точечный источник можно получить двумя способами:

a) перед кристаллом размещается узкая щель;

b) падающая волна фокусируется на поверхности кристалла специальным рентгенооптическим устройством.

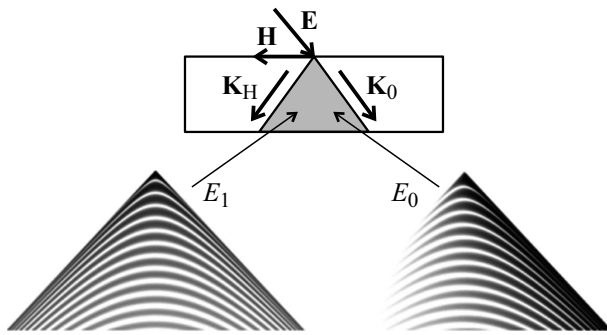
В секционной топографии на лабораторном источнике узкая щель перед кристаллом является вторичным источником рентгеновского излучения. Он должен быть расположен как можно ближе к кристаллу. Параметры вторичного источника определяют геометрическое разрешение метода и зависят от фокуса и расстояния до первичного источника и его спектра. Вторым вариантом вторичного точечного источника, полученного с помощью фокусировки, возможен только на синхротронном источнике [4].

Осуществление секционных методов в приближении сферической волны на практике означает коллимацию падающего пучка. Ширина щели перед кристаллом должна быть много меньше ширины основания треугольника рассеяния,  $a \ll 2t \operatorname{tg} \theta_B$ , где  $t$  — толщина кристалла, а  $\theta_B$  — угол Брэгга используемого отражения. Обычно параметр  $a$  порядка  $\lambda \operatorname{tg} \theta_B$ , где  $\lambda$  — экстинкционная длина. Для кристалла кремния и излучения  $\text{MoK}_{\alpha 1}$  это составляет около  $10 \mu\text{m}$  в отражении (220) и  $15\text{--}20 \mu\text{m}$  в отражении (440).

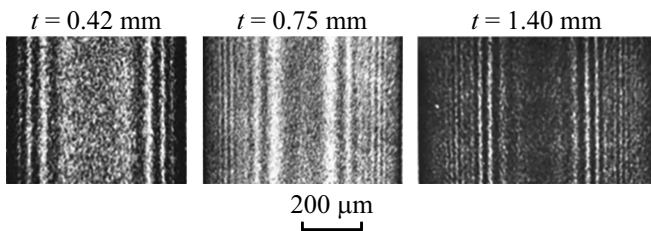
Заметим, что различные модификации секционного метода Ланга, в которых не выполняются эти условия (например, при использовании лабораторных источников излучения к ним относятся методика стоп-кадров, метод ограниченных проекций и др.) в данном обзоре не рассматриваются [5].

Особое значение имеет величина поглощения рентгеновских лучей. Интерференционные полосы Като отчетливо наблюдаются лишь при малом поглощении  $\mu t / \cos \theta_B < 3$  (когда обе волны — нормальная и аномальная — доходят до основания треугольника рассеяния) и только в совершенных кристаллах. Здесь  $\mu$  — фотоэлектрический коэффициент поглощения [6]. Поэтому при использовании лабораторных источников излучения секционными методами преимущественно изучались кристаллы кремния, алмаза, карбида кремния и кварца. Расширить этот перечень удалось путем использования синхротронного излучения. Заметим, что, если секционные методы используются лишь для оценки положения дефектов по толщине кристаллов, ограничения по поглощению рентгеновских лучей не принципиальны.

В кристалле, находящемся вблизи точного брэгговского отражения, засвечивается область, ограниченная направлениями волновых векторов падающей  $K_0$  и дифра-



**Рис. 2.** Аналитический расчет амплитуды дифрагированной и проходящей волн в треугольнике рассеяния.  $\mathbf{K}_0$  и  $\mathbf{K}_H$  — волновые векторы падающей и дифрагированной волн,  $\mathbf{H}$  — вектор дифракции (вектор обратной решетки), перпендикулярный отражающим плоскостям  $(hkl)$  [7,8].



**Рис. 3.** Экспериментальные секционные топограммы бездефектных монокристаллов кремния разной толщины, полученные в дифрагированном пучке. Излучение  $\text{MoK}_{\alpha 1}$ , плоскость отражения  $(224)$  перпендикулярна поверхности кристалла,  $t$  — толщина кристаллов [15].

гированной  $K_H$  волн треугольника рассеяния. Согласно динамической теории рассеяния, волновое поле в этом треугольнике формируется в результате взаимодействия (интерференции) нормальных и аномальных волн, возникающих из-за расщепления дисперсионной поверхности в окрестности точного брэгговского положения (на границе зоны Бриллюэна). Вид таких волновых полей представлен на рис. 2 [7,8]. Это — аналитический расчет волнового поля внутри кристалла, полученный путем решения уравнений Такаги–Топена [9–13].

На секционных топограммах (в основании треугольника рассеяния на выходной поверхности кристалла) эти осцилляции волновых полей приводят к образованию интерференционных полос интенсивности. В литературе эти полосы получили название полос Като [14]. На рис. 3 показаны типичные экспериментальные секционные топограммы идеального кристалла ( $\mu t < 1$ ) [15].

### 1.2. Методы описания и моделирования волнового поля в кристалле

Взаимодействие рентгеновского излучения с кристаллической решеткой — это сложный физический процесс, проявляющийся в виде многочисленных дифракционных эффектов. Распространение рентгеновского волнового

поля в кристаллической решетке описывается динамической теорией рассеяния, разработанной П. Эвальдом и М. Лауэ (1926–1931 гг.). В основе этой теории лежит анализ дисперсионных соотношений, получаемых при решении волнового уравнения электромагнитной теории Максвелла. В двухволновом приближении (в эксперименте рассматриваются только падающая и одна дифрагированная волны) дисперсионная поверхность в окрестности брэгговского отражения расщепляется на два листа, описываемые системой двух дисперсионных уравнений. Анализ этих соотношений достаточно нагляден и используется для исследования и описания волновых полей в идеальных кристаллах. Другой подход был разработан значительно позже С. Такаги [9,10] в Японии, Д. Топеном [11,12] во Франции, А.М. Афанасьевым и В.Г. Коном [16] в России. Разработанное С. Такаги и Д. Топеном направление оказалось универсальным, так как позволяет исследовать не только идеальные кристаллы, но и кристаллы с локальными искажениями кристаллической решетки. Этот подход основан на решении системы дифференциальных уравнений, описывающих распространение самосогласованного волнового поля в кристаллической решетке, имеющей локальные искажения, связанные с дефектами. Эти уравнения получили название уравнений Такаги–Топена.

В двухволновом приближении, когда в кристалле распространяются две сильные волны — проходящая и отраженная — система уравнений имеет вид:

$$\begin{cases} \frac{\partial E_0}{\partial s_0} = -i\pi K C \chi_{-H} E_H \\ \frac{\partial E_H}{\partial s_H} = -i\pi K C \chi_H E_0 + i2\pi K \beta_H E_H \end{cases} \quad (1)$$

Здесь  $E_0$  и  $E_H$  — амплитуды прошедшей и дифрагированной волн;  $K = 1/\lambda$ ;  $\chi_H, \chi_{-H}$  — компоненты Фурье поляризуемости кристалла для векторов обратной решетки  $\mathbf{H}, -\mathbf{H}$  соответственно;  $s_0$  и  $s_H$  — координаты вдоль направлений проходящей и отраженной волн;  $C$  — поляризационный множитель, равный единице и  $|\cos 2\theta_B|$  для  $\sigma$  и  $\pi$  — поляризации. Функция  $\beta_H$  описывает локальное отклонение отраженной волны от точного угла Брэгга  $\theta_B$  и связана с полем смещений внутри кристалла  $\mathbf{u}(x, y)$  соотношением

$$\beta_H = -\Delta\theta \sin \theta_B - \frac{1}{K} \frac{\partial(\mathbf{H}\mathbf{u})}{\partial s_H}, \quad (2)$$

где  $\Delta\theta$  — угловое отклонение падающей волны от точного угла Брэгга.

Условие применимости системы дифференциальных уравнений Такаги: амплитуда волн в кристалле — это медленно меняющаяся функция на характерном расстоянии  $L = \sqrt{\lambda}\Lambda$ , где  $\Lambda = \lambda \cos \theta_B / C \text{Re} \chi_H$  — пезкстинкционная длина по Лауэ [10,17].

В рентгеновском диапазоне длин волн это характерное расстояние порядка  $0.05 \mu\text{m}$ , что намного меньше разрешающей способности метода РТ, которая редко бывает лучше, чем  $\sim 1 \mu\text{m}$ , потому что она ограничена

либо разрешением детектора, либо функцией точечного разброса при дифракционной топографической визуализации. Следовательно, уравнения Такаги описывают динамическую дифракцию рентгеновских лучей в кристаллах с практически любыми видами дефектов.

В случае идеального кристалла и точечного источника на поверхности кристалла решение системы (1) соответствует теории сферических волн Като. Тогда излучение в кристалле распространяется только внутри треугольника рассеяния, ограниченного преломленным и отраженным лучами. В геометрии прохождения (геометрии Лауэ) при симметричной дифракции интенсивность отраженной волны в кристалле описывается выражением (3) [18,19]:

$$I_H(x) = P \left| J_0 \left( \pi z (1 + i\delta) \sqrt{1 - s^2/\Lambda} \right) \right|^2. \quad (3)$$

Области кристалла соответствует условие  $0 < z < t$ , а координата  $x$  отсчитывается от точки  $O$  на входной поверхности кристалла, для которой точно выполняется уравнение Брэгга.  $J_n(\xi)$  — цилиндрические функции Бесселя  $n$ -порядка;  $\delta = \text{Im}(\chi_H)/\text{Re}(\chi_H)$ ,  $s = x/(z \text{tg } \theta_B)$  — безразмерный параметр, изменяющийся в пределах треугольника потока энергии от  $-1$  до  $1$ . Нормальное поглощение описывает параметр  $P = \exp(-\mu z / \cos \theta_B)$ , где  $\mu$  — линейный коэффициент фотоэлектрического поглощения. Наблюдаемое на выходной поверхности кристалла распределение интенсивности отраженной волны при малом поглощении ( $\mu t < 3$ ) имеет аperiодический осциллирующий характер с резко выраженными краями. В центре изображения происходит нарастание частоты осцилляций с увеличением амплитуды до  $P^2$ . Эта картина хорошо известна в секционной топографии как маятниковые полосы Като при дифракции сферической рентгеновской волны.

В геометрии Брэгга ситуация другая. Интенсивность рассеянной волны на поверхности кристалла описывается формулой (4) [16,20].

$$I_H(x) = P \left| J_0(\pi x (1 + i\delta)/\Lambda) + J_2(\pi x (1 + i\delta)/\Lambda) \right|^2, \quad (4)$$

где координата  $x$  отсчитывается вдоль поверхности кристалла,  $P = \exp(-\mu x / \cos \theta_B)$ . Распределение интенсивности, описываемое выражением (4), имеет главный максимум с амплитудой  $1$ , шириной на половине высоты, равной  $0.5\Lambda$ , и первый минимум на расстоянии  $1.25\Lambda$ . Боковые максимумы расположены только с правой стороны и быстро убывают по амплитуде. Так, интенсивности первых трех боковых максимумов по отношению к главному максимуму имеют величины  $1.5$ ,  $0.3$  и  $0.1\%$  соответственно. Дело в том, что функции  $J_0(\chi)$  и  $J_2(\chi)$  существенно отличаются только в области первых осцилляций. Экспериментальное наблюдение этих полос возможно только при значительной переэкспозиции изображения [20,21], а также в случае асимметричного отражения [22]. В настоящее время некоторые авторы называют эти полосы „полосами Урагами“.

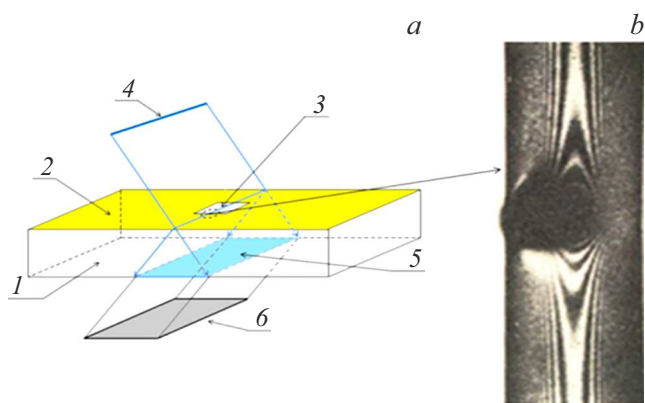
Точного аналитического решения системы уравнений Такаги с произвольным полем смещений получить не удается. Исключение составляет кристалл с постоянным градиентом деформации [23]. Решения достаточно сложные, и их можно анализировать только в их асимптотическом виде. Поэтому теория дифракционного контраста развивается в двух направлениях. Первый подход связан с приближенными методами решения системы уравнений и качественным анализом основных деталей изображения. На этом пути эффективными приемами расшифровки изображения являются метод функций влияния и метод геометрической оптики [7]. Второй подход связан с использованием численных математических методов решения уравнений для дефектов различного типа и произвольного вида фронта падающей рентгеновской волны.

### 1.3. Секционный метод в геометрии Лауэ

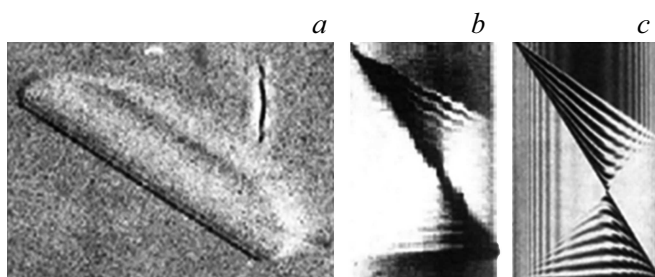
Локальные деформационные поля в кристаллической решетке, связанные с дефектами, будут влиять на характер траекторий нормальных и аномальных волн в треугольнике рассеяния. В результате интерференционные полосы будут смещаться, появляются новые интерференционные полосы. Анализ получаемой интерференционной картины позволяет получать количественную информацию о параметрах деформационного поля, связанного с дефектом. Эта идея была впервые практически реализована в работе Н. Като [14]. На рис. 4 представлены результаты этого эксперимента. Использовался кристалл в виде пластинки кремния, с одной стороны покрытый окисной пленкой. В пленке протравлено окно (рис. 4, а), и на краю окисной пленки снимается секционная топограмма (рис. 4, б). На изображении хорошо видно, как смещаются интерференционные полосы (полосы Като) вблизи края пленки, где образуются локальные деформации приповерхностного слоя кристалла. По смещению полос можно определить величины локальных деформаций. За счет больших локальных деформаций на краю окисной пленки возникает яркое пятно, обусловленное рассеянием широкого спектра волн  $\Delta\lambda$  (не только  $K_{\alpha 1}$ , на которой формируется секционная топограмма) и получившее название прямого или кинематического изображения.

Большинство количественных методов рентгеновской дифракционной топографии основано на анализе смещений таких интерференционных полос на секционных топограммах. Это позволяет определять параметры локальных деформационных полей, связанных с дефектами кристаллической решетки.

В 1975 г. А. Отье опубликовал интересные исследования дефектов упаковки в монокристаллах кремния методами секционной топографии. На рис. 5 представлены некоторые из этих результатов [24]. Следует обратить внимание на то, что интерференционные полосы на секционной топограмме в окрестности дефекта упаковки не смещаются и не изгибаются, и это подтверждает



**Рис. 4.** Секционная топография на краю окисной пленки, монокристалл кремния. *a* — схема эксперимента: 1 — исследуемый кристалл, 2 — окисная пленка, 3 — протравленное окно в окисной пленке, 4 — падающий рентгеновский пучок, 5 — основание треугольника рассеяния, 6 — детектор, регистрирующий дифрагированный пучок. *b* — экспериментальная секционная топограмма, излучение  $\text{MoK}_{\alpha 1}$ , область кристалла, отображаемая на секционной топограмме, обведена на схеме пунктирной линией [14].



**Рис. 5.** Рентгеновские топограммы с изображением дефекта упаковки: *a* — проекционная рентгеновская топограмма дефекта упаковки в монокристалле кремния. Излучение  $\text{CuK}_{\alpha}$ , плоскость отражения (111); *b* — экспериментальная секционная топограмма с дефектом упаковки; *c* — численное моделирование изображения дефекта упаковки на секционной топограмме [24].

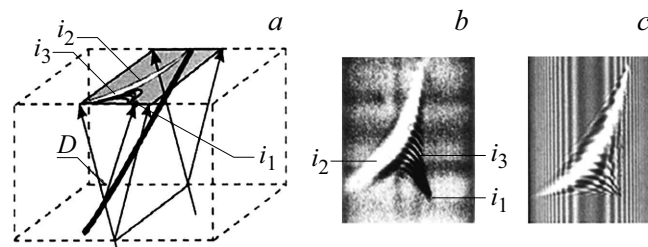
отсутствие локальных деформаций, связанных с дефектами упаковки. В описываемом эксперименте дефект упаковки расположен наклонно к системе отражающих плоскостей. На секционных топограммах наблюдаются две треугольные области с новыми интерференционными полосами, касающиеся вершинами. Такой контраст возникает из-за образования межветвевое рассеяния на плоскости дефекта упаковки. С одной и другой стороны плоскости в двух треугольниках рассеяния образуются по два волновых поля — нормальные и аномальные, интерференция между которыми и формирует контраст, наблюдаемый на рис. 5.

Первые систематические исследования дифракционного изображения дефектов в секционной топографии (на примере дислокаций) были начаты коллективом под

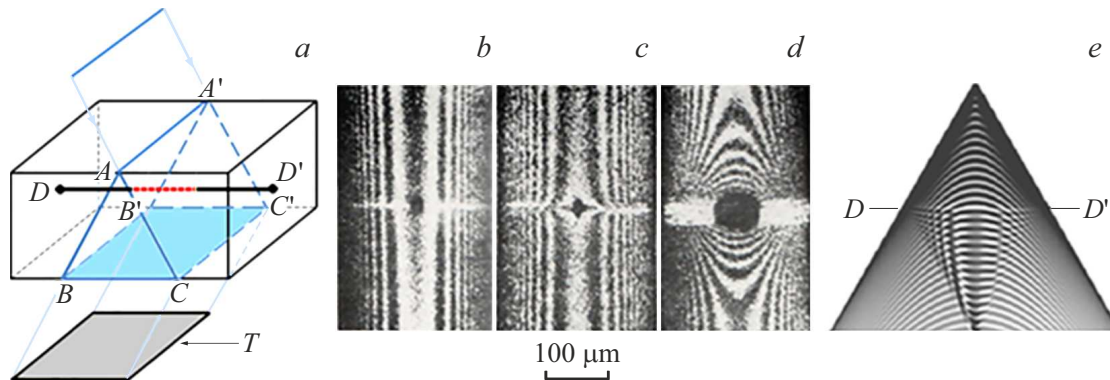
руководством проф. А. Отье [25,26]. На рис. 6 приведены дифракционные изображения дислокации  $D$ , наклонно расположенной в монокристалле кремния, имеющего вид прямоугольной призмы толщиной 0.8 mm. Излучение  $\text{MoK}_{\alpha 1}$ , отражающие плоскости (220),  $\mu t = 1.12$ . Анализ экспериментальных секционных топограмм и результатов численного моделирования показал, что получаемые изображения дислокации имеют сложную структуру. Она состоит, по крайней мере, из трех компонент, имеющих разную физическую природу. По терминологии А. Отье, часть изображения, обозначенная  $i_1$ , получила название „прямое или кинематическое изображение“. Контраст образуется в результате рассеяния широкого спектра рентгеновской волны в сильно искаженной области вблизи ядра дислокации. Светлая часть контраста  $i_2$  (светлая тень) — „динамическое изображение“ — результат передачи части энергии волнового поля в прямое изображение. Осциллирующая часть контраста  $i_3$  — „промежуточное изображение“ — формируется в результате интерференции основного волнового поля в треугольнике рассеяния и волн межветвевое рассеяния, родившихся при рассеянии на упругих искажениях поля дислокации [13,27,28]. На экспериментальной топограмме полосы Като прослеживаются слабо, что, по-видимому, связано с низким линейным разрешением эксперимента.

Анализ секционных изображений дислокаций показывает, что контраст для каждой конкретной геометрии расположения дислокации в треугольнике рассеяния формируется за счет разных дифракционных механизмов. Поэтому для упрощения анализа работы этих механизмов удобнее использовать прямолинейные дислокации. Ростовые дислокации в монокристаллах, как правило, имеют сложную структуру и форму, что существенно усложняет анализ секционных топограмм. В ИФТТ АН СССР под руководством В.И. Никитенко была разработана методика приготовления образцов кремния с прямолинейными единичными дислокациями (винтовыми и  $60^\circ$ -градусными) [29].

Рассмотрим геометрию, в которой ось дислокаций ориентирована вдоль вектора дифракции. На рис. 7 пред-



**Рис. 6.** *a* — схематическое изображение кристалла с наклонной дислокацией  $D$ ;  $i_1$  — прямое изображение дислокации,  $i_2$  — динамическое изображение,  $i_3$  — промежуточное изображение; *b* — экспериментальная секционная топограмма; *c* — результат численного моделирования секционной топограммы путем решения уравнений Такага–Топена [28].



**Рис. 7.** Секционные топограммы винтовых и 60-градусных дислокаций в монокристалле кремния: *a* — схема получения секционной топограммы ( $DD'$  — ось дислокации, красная пунктирная ее часть (в онлайн версии) проходит внутри треугольника рассеяния,  $T$  — топограмма); *b* 60°-градусная единичная дислокация; *c* — винтовая единичная дислокация; *d* — группа из 14 близко расположенных винтовых дислокаций; (*e*) — численное моделирование волнового поля в треугольнике рассеяния для единичной винтовой дислокации. Излучение  $MoK_{\alpha 1}$ , отражающая плоскость  $(20\bar{2})$ , толщина образца  $t = 410 \mu\text{m}$  [30,31].

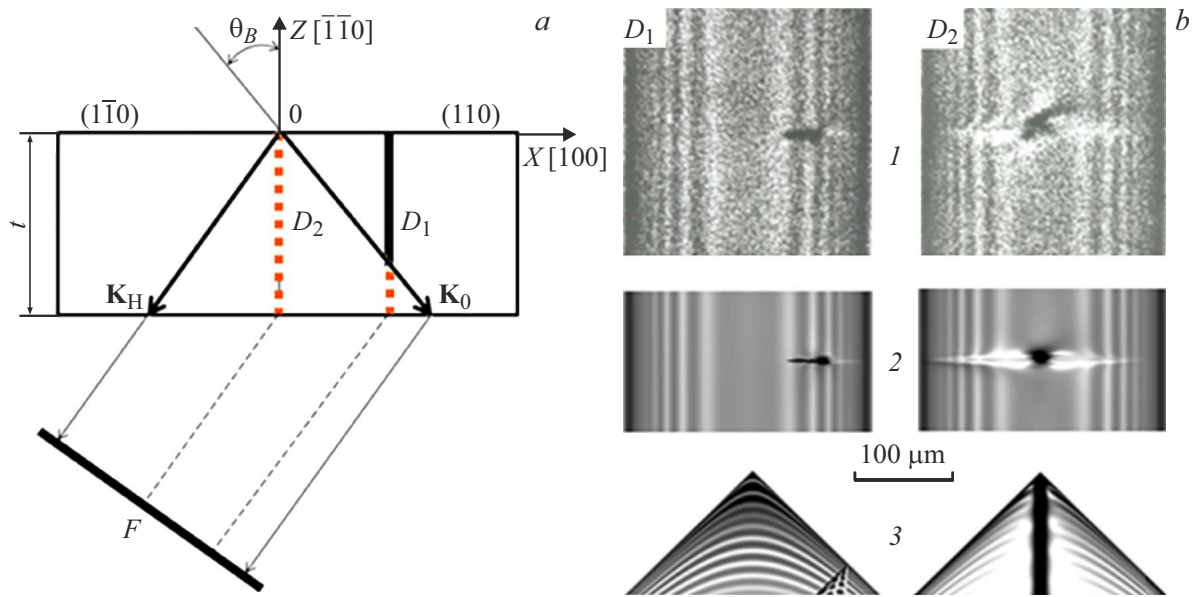
ставлены три секционных топограммы с изображением дислокаций в этой геометрии [30,31]. Для каждой топограммы проводилось численное моделирование изображения дислокаций и вида волнового поля в треугольнике рассеяния. Анализ полученных изображений по смещению интерференционных полос позволяет определить величину вектора Бюргерса  $b = 3.79 \pm 0.39 \text{ \AA}$ . Для монокристаллов кремния эта величина хорошо согласуется с литературными данными. На топограмме (рис. 7, *b*) изображена 60°-градусная единичная дислокация. Винтовая компонента вектора Бюргерса, направленная вдоль вектора дифракции и вызывающая основные искажения отражающих плоскостей, составляет лишь половину его модуля и практически не вызывает смещения полос Като. Две другие топограммы (рис. 7, *c, d*) демонстрируют заметные смещения полос, и по этим смещениям можно определить величину и вид локальных деформаций отражающих плоскостей. Численное моделирование волнового поля внутри треугольника рассеяния (рис. 7, *e*) показывает, что локальное упругое поле дислокаций приводит к фокусировке волнового поля и образованию прямого изображения.

В работах Э.В. Суворова, И.А. Смирновой, Е.В. Шулакова приведен другой тип ориентации дислокаций в треугольнике рассеяния — когда ось дислокации одновременно перпендикулярна вектору дифракции и входной поверхности кристалла [32]. На рис. 8 приведена схема эксперимента (рис. 8, *a*), экспериментальные секционные топограммы (рис. 8, *b; 1*), соответствующие результаты численного моделирования топограмм (рис. 8, *b; 2*) и характера волнового поля в треугольнике рассеяния (рис. 8, *b; 3*). Рассмотрено два случая: когда ось дислокации пересекает падающий пучок вблизи края треугольника рассеяния ( $D_1$ ) и когда ось дислокации располагается вдоль вертикальной биссектрисы треугольника рассеяния ( $D_2$ ).

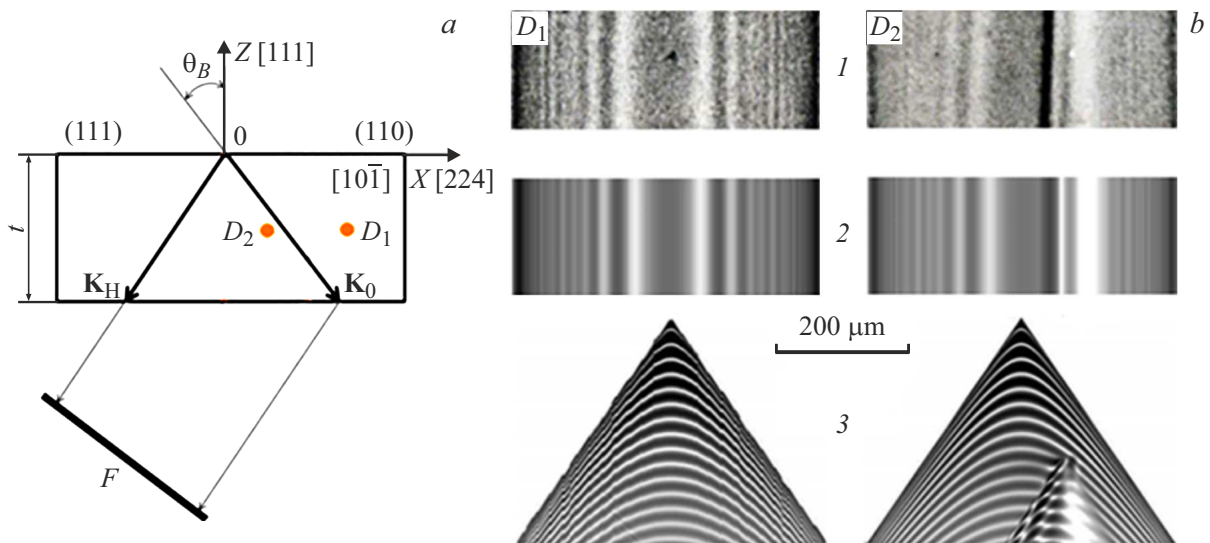
Анализ секционных топограмм и результатов численного моделирования позволяет понять, как образуется изображение дислокаций в этой геометрии. Деформационное поле дислокации  $D_1$  внутри треугольника рассеяния образует новое поле межветвевое рассеяния. В результате интерференции этого поля с уже существующим возникает новый маленький треугольник рассеяния, интенсивная часть которого и создает прямое изображение со светлой тенью. Для дислокации  $D_2$ , располагающейся вдоль биссектрисы „треугольника рассеяния“, так же, как и в первом случае, образуется поле межветвевое рассеяния, интерференция которого с существующим полем приводит к эффекту каналирования волн вдоль оси дислокации. Светлые крылья справа и слева от оси дислокации есть результат передачи основной доли энергии поля в канал на оси дислокации.

Для полноты информации о формировании дифракционного контраста дислокаций представляет интерес еще одна геометрия расположения дислокации в треугольнике рассеяния, когда ось дислокации параллельна отражающим плоскостям (перпендикулярна вектору дифракции) и перпендикулярна плоскости рассеяния. На рис. 9 представлены результаты исследования этой геометрии [33]. Рассмотрены два положения оси дислокации — дислокация расположена за пределами треугольника рассеяния (положение  $D_1$ ), и дислокация пересекает треугольник рассеяния (положение  $D_2$ ) вблизи вектора  $K_0$ .

Здесь, так же как и в предыдущих примерах, при взаимодействии волнового поля дифрагированной или проходящей волн с локальным упругим полем дислокации  $D_2$  образуются волны межветвевое рассеяния. В результате интерференции этих волн формируются максимумы и минимумы суммарного поля, что и создает сложный дифракционный контраст дислокаций.



**Рис. 8.** *a* — схема эксперимента; *b* — результаты эксперимента. Секционные топограммы (1); результаты численного моделирования секционных топограмм (2) и волнового поля в треугольнике рассеяния (3).  $D_1$  и  $D_2$  — положения 60-градусных дислокаций в треугольнике рассеяния. Красным пунктиром (в онлайн версии) отмечены участки дислокаций, расположенные внутри треугольника рассеяния. Толщина кристалла кремния  $t = 450 \mu\text{m}$ , излучение  $\text{MoK}_{\alpha 1}$ , отражение (004) [32].



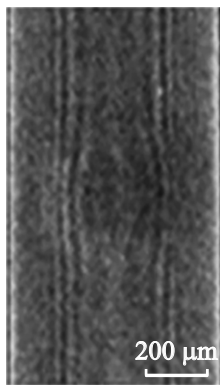
**Рис. 9.** *a* — схема эксперимента. Красные точки  $D_1$  и  $D_2$  — следы дислокаций, перпендикулярных плоскости рисунка  $[10\bar{1}]$ ; *b* — результаты эксперимента. 1 — экспериментальные секционные топограммы; 2 — результаты численного моделирования — топограммы; 3 — вид волнового поля в треугольнике рассеяния [33].

#### 1.4. Исследование слабо искаженных кристаллов секционными методами

Высокая чувствительность секционной топографии к локальным деформациям позволяет исследовать достаточно слабые нарушения кристаллической решетки, связанные с различного рода кластерами, выделениями примесей и пр. В работах [34–36] исследованы разнообразные макродефекты. На рис. 10 представлен фрагмент

секционной топограммы монокристалла кремния с изображением макродефекта.

Из анализа секционных топограмм можно оценить размеры такого дефекта:  $\sim 0.25 \mu\text{m}$ . Дефект не дает прямого изображения, что указывает на очень малую величину локальных деформаций. По-видимому, образование таких дефектов связано с неравномерным распределением дисперсных кислородосодержащих преципитатов.



**Рис. 10.** Фрагмент секционной топограммы монокристалла кремния с изображением макродефекта. Монокристаллы кремния легированы фосфором до концентрации  $1.1 \cdot 10^{20} \text{ см}^{-3}$ . Излучение  $\text{MoK}\alpha$ , отражение (440) [34].

Рассмотренные выше многочисленные примеры показывают, что локальные деформационные поля кристаллической структуры нарушают нормальную картину интерференционных полос Като. Однако следует иметь в виду, что есть еще один источник искажения полос даже в отсутствие дефектов — это многоволновая дифракция. Если угловой размер источника вдоль полосы мал, то разные участки топограммы в этом направлении соответствуют разным значениям азимутального угла. При некоторых значениях реализуются условия многоволновой дифракции, и возникают другие отраженные пучки. Искажение полос происходит за счет изменения характера взаимодействия излучения с кристаллом.

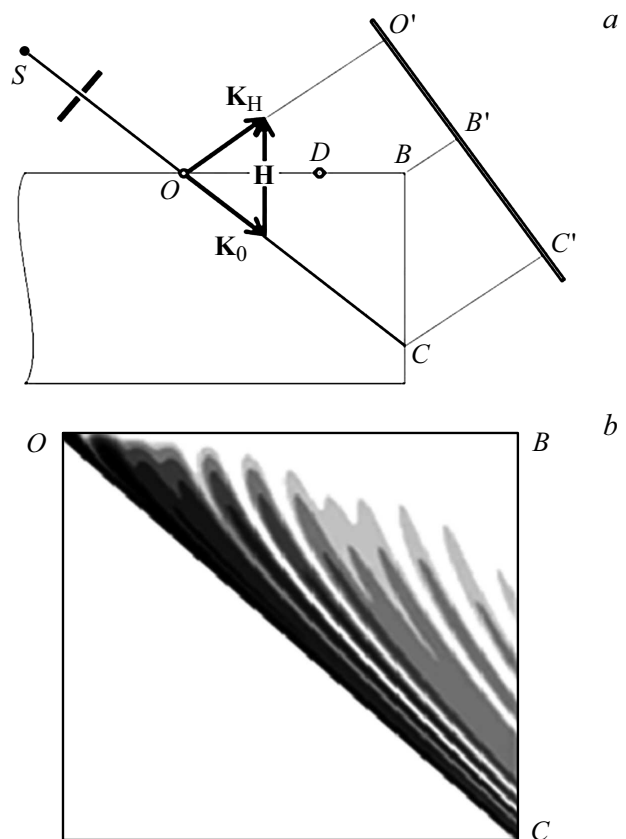
Такое нарушение интерференционных полос при многоволновой секционной топографии изучалось в [37] с использованием синхротронного излучения, однако точные теоретические расчеты не проводилось. В работе [38] был выполнен точный теоретический расчет для трех случаев многоволновой дифракции, выявленных на одной секционной топограмме кристалла кремния. Результаты расчета хорошо совпали с картиной интерференционных полос, полученной при использовании лабораторного источника.

### 1.5. Секционный метод в геометрии Брэгга

Рассмотрим рассеяние рентгеновского излучения на идеальной кристаллической пластинке в геометрии на отражение (геометрия Брэгга). Выберем начало координат  $XZ$  в точке  $O$  на входной поверхности, в которой точно выполняется условие Брэгга (рис. 11). Пластинка ограничена боковой гранью  $BC$ . Выход излучения через боковую грань позволяет экспериментально исследовать распределение интенсивности волновых полей в объеме образца. Амплитуда рассеянной волны на поверхности кристалла описывается формулой (4). Первое слагаемое в (4) описывает рассеяние первичной волны в объеме кристалла. Второе — соответствует рассеянной волне,

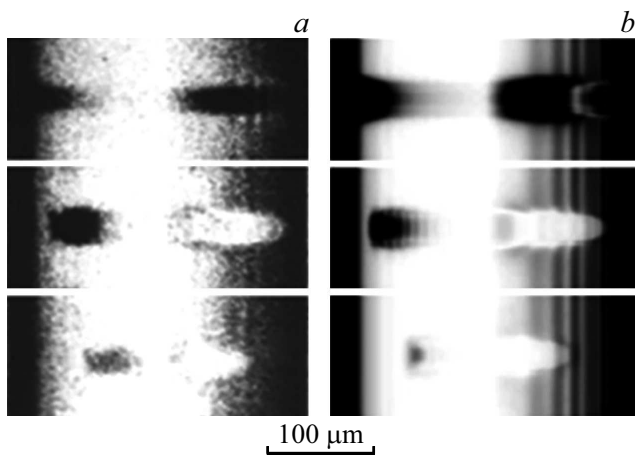
зеркально отраженной от входной грани кристалла. Функция  $J_2(\pi x/\Lambda)$  существенно отличается от функции  $J_0(\pi x/\Lambda)$ , взятой со знаком минус, только в области  $x/\Lambda < 1.5$ . Это означает, что зеркально отраженная волна при  $x/\Lambda > 1.5$  сдвинута по фазе относительно первичной примерно на  $\pi$ . Такое поведение зеркальной волны приводит к тому, что результирующая амплитуда рассеянной волны имеет на поверхности кристалла, вблизи точки входа излучения в образец, яркий выброс интенсивности с амплитудой 100% (главный максимум) и шириной на половине высоты, равной  $0.5\Lambda$ . Первый минимум расположен на расстоянии  $1.25\Lambda$ . Другие максимумы расположены только с правой стороны и быстро убывают по амплитуде. Итого, в области  $x/\Lambda \gg 1.5$  мы имеем нулевую амплитуду рассеянной волны в условиях, когда амплитуды объемной и зеркальной волн существенно отличаются от нуля. Внесение любого дефекта в эту область изменяет фазовое соотношение между волнами первого и второго типов, и изображение дефекта становится ясно видимым [39].

На рис. 11, *b* показано распределение интенсивности дифрагированного волнового поля в объеме ОВС для неполяризованного излучения. Видно, что основной



**Рис. 11.** Схема эксперимента: *a* — точка  $D$  на поверхности кристалла соответствует квазиточечному дефекту, нанесенному при помощи укола индентором; *b* — численное моделирование картины волнового поля в объеме кристалла выполнено для случая идеального кристалла [39].





**Рис. 12.** Экспериментальные секционные топограммы (*a*) и численное моделирование изображений кристаллов кремния (*b*) с дефектами, нанесенными на входную грань. Расстояние до дефекта  $OD$  на рисунках сверху вниз 15, 165 и  $315\ \mu\text{m}$  [39].

вклад в интенсивность рассеянных волн сосредоточен вдоль следа проходящего пучка. Вблизи поверхности интенсивность имеет значительную величину только в окрестности точки  $O$ . При смещении наблюдения вглубь кристалла интенсивность рассеянных волн увеличивается. Осцилляционный характер распределения интенсивности в треугольнике потока энергии ОВС связан с маятниковым эффектом при динамическом рассеянии рентгеновских лучей в совершенных кристаллах. Таким образом, роль зеркальной волны сводится не к интерференции с основной волной, а только к изменению суммарной амплитуды рассеянной волны. Эти изменения велики в приповерхностном слое кристалла, в котором суммарная интенсивность рассеянных волн полностью погашена, и уменьшаются при смещении наблюдения вглубь кристалла.

На рис. 12, *a* приведены экспериментальные топограммы трех дефектов, расположенных на разных расстояниях от точки  $O$ . Левая половина топограммы соответствует распределению интенсивности на отрезке  $OB$ , правая — на  $BC$ . На обоих краях изображения видны осцилляции интенсивности: слева — осцилляции интенсивности при дифракции по Брэггу (полосы Урагами), справа — в объеме образца. В центре каждого фрагмента видны изображения дефектов — яркие парные изображения. Дефекты соответствуют повреждениям поверхности кристалла пирамидкой Викакса с нагрузкой от 1 до 6 г на расстояниях от 10 до  $400\ \mu\text{m}$  от точки  $O$ . Изображение дефектов зависит от их положения относительно точки  $O$ . На верхнем фрагменте дефект находится в области  $x < \tau/3$ , и изображение дефекта формируется только волновым полем  $J_0(x)$ . Изображения дефекта в обеих половинах топограммы формируются обычным образом. Изображение дефекта состоит из кинематической части — локального выброса

интенсивности — и динамического „хвоста“, тянущегося вслед за выбросом. Остальные дефекты отделены от области интенсивного брэгговского отражения и находятся в зоне с практически нулевой интенсивностью рассеянного пучка. Вместе с тем они дают яркое контрастное изображение на топограмме. Топографический контраст изображения этих дефектов связан с рассогласованием фазы в области дефекта между опорной волной, рассеянной в совершенном объеме кристалла, и предметной волной, отраженной от входной поверхности образца. Это приводит к тому, что предметная волна больше не подавляет опорную волну. Это своеобразный тип „фазового контраста“.

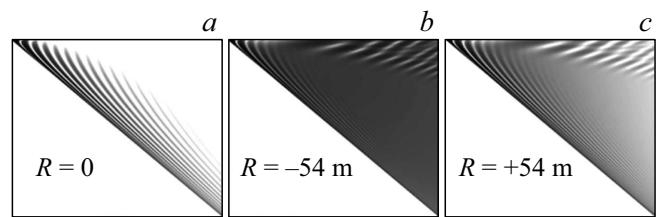
В работе [40] описан принципиально другой тип интерференционных полос в брэгговской геометрии, связанных с изгибом кристаллической решетки и получивших название деформационные интерференционные полосы. Это явление было исследовано экспериментально на кристаллах с аморфной окисной пленкой, методами геометрической рентгеновской оптики был описан механизм образования деформационных полос [41–43]. Методами секционной топографии и численного моделирования в геометрии Брэгга исследованы особенности образования интерференционных деформационных полос на однородно изогнутых кристаллах. Исследована роль межветвевое рассеяния в образовании деформационных полос (изгибных контуров) в изогнутой решетке. Показана возможность использования „изгибных интерференционных контуров“ для измерений очень слабых деформаций поверхности, обусловленных квазиточечными дефектами. Установлено, что различия в интенсивности полос для положительного и отрицательного знака градиента изгиба связаны с различием фокусировки нормальных и аномальных волн.

Для выполнения экспериментов на изогнутых кристаллах использовалось специальное гониометрическое устройство для прецизионного изгиба кристалла с радиусами изгиба в интервале порядка 10–300 м (прогиб кристалла для этого диапазона радиусов изгиба составляет примерно  $50\text{--}300\ \mu\text{m}$ ) [44]. В результате многочисленных экспериментов и численного моделирования установлено, что изгибные контуры образуются в результате интерференции отраженной волны и волн межветвевое рассеяния, зарождающихся за счет градиента деформации, направленного вдоль радиуса изгиба кристалла, т.е. вдоль вектора дифракции. На рис. 13 представлена схема эксперимента и пример экспериментальной топограммы. На секционной топограмме в геометрии Брэгга наряду с обычными интерференционными контурами, которые расположены на левом краю топограммы на рис. 13, *b* и сливаются в одну яркую линию с индексом 0, формируются изгибные контуры (1, 2, 3 и т.д.).

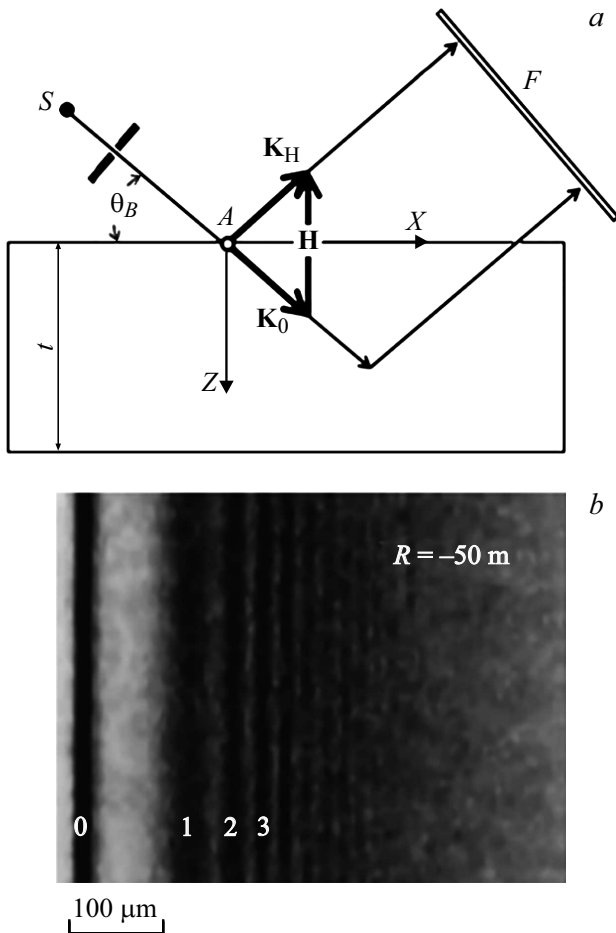
Численное моделирование рентгеновского волнового поля (решения уравнений Такаги–Топена) позволяет увидеть геометрию формирования волнового поля на поверхности кристалла и понять механизм образования

секционной топограммы. На рис. 14 показаны волновые поля в идеальном кристалле, в кристалле с изгибом  $R = -54$  и  $+54$  м [45]. рвого и второго типов

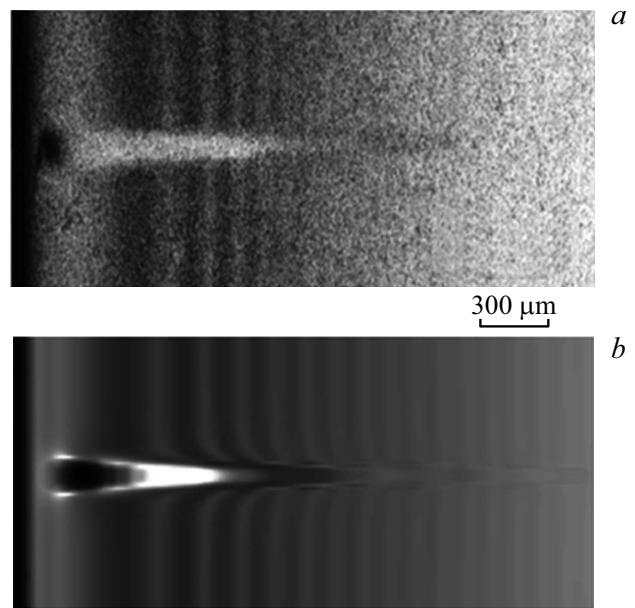
Обычные интерференционные полосы в брэгговской геометрии быстро затухают и на экспериментальной топограмме (рис. 13) практически не видны. С уменьшением радиуса изгиба кристалла „полосы“ сдвигаются в сторону меньших расстояний от брэгговского максимума. Увеличение радиуса изгиба, наоборот, приводит к смещению интерференционных полос в сторону от брэгговского максимума. При этом уменьшается их яркость, и полосы постепенно сливаются с фоном (при радиусах изгиба более 500 м). Необычно высокая чувствительность изгибных интерференционных контуров к локальным деформациям делает их чрезвычайно



**Рис. 14.** Распределение интенсивности волнового поля в треугольнике рассеяния в брэгговской геометрии. Отражения Si(004), излучение  $MoK_{\alpha 1}$ , угол Брэгга равен  $15.141^\circ$ ; высота каждого изображения  $900 \mu m$ , ширина  $3326 \mu m$ ; *a* — идеальный кристалл, радиус изгиба  $R = 0$ ; *b* — кристалл изогнут, радиус изгиба  $R = -54$  м; *c* — радиус изгиба  $R = +54$  м [45].



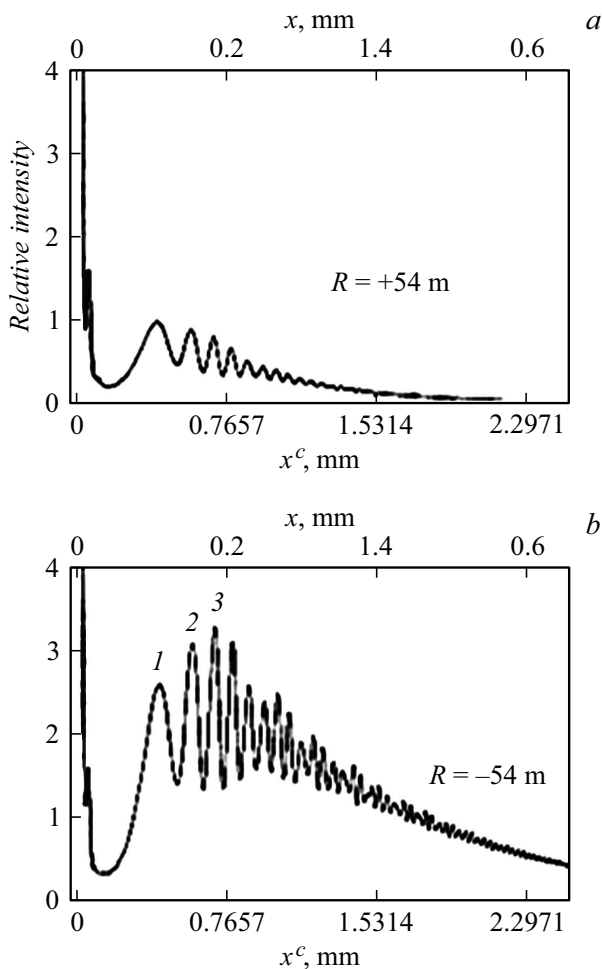
**Рис. 13.** Схема эксперимента и секционная топограмма с деформационными полосами: *a* — схема эксперимента:  $K_0$ ,  $K_H$  — волновые векторы падающей и дифрагированной волн,  $H$  — вектор дифракции,  $F$  — детектор,  $S$  — коллиматор,  $\theta_B$  — угол Брэгга, *b* — секционная топограмма монокристалла кремния, полученная в брэгговской геометрии (цифры на топограмме — номера первых трех изгибных контуров; радиус изгиба:  $-50$  м; знак минус соответствует уменьшению градиента деформации вдоль оси  $Z$ ; яркая линия с индексом 0 соответствует краю топограммы.) Топограмма получена в излучении  $MoK_{\alpha 1}$  [44].



**Рис. 15.** Секционные топограммы монокристалла кремния с квазиточечным дефектом на поверхности: *a* — фрагмент экспериментальной секционной топограммы, монокристалл кремния, брэгговское отражение (400), излучение  $MoK_{\alpha 1}$ , радиус изгиба кристалла 150 м, расстояние от дефекта до следа брэгговского отраженного пучка  $x = 190 \mu m$ ; *b* — соответствующая численная топограмма, полученная путем решения уравнений Такаги–Топена [46].

привлекательными для исследования слабых локальных поверхностных деформаций [46]. На рис. 15 приведено изображение квазиточечного дефекта в однородно изогнутом кристалле.

Изображение дефекта состоит из кинематического выброса интенсивности в виде черного пятна справа от брэгговского максимума и белого следа, перпендикулярного интерференционным полосам. Экспериментальная и расчетная топограммы демонстрируют смещение и изгиб контуров в деформационном поле дефекта. Оценки смещения первой интерференционной полосы вблизи дефекта соответствуют локальному радиусу изгиба от-



**Рис. 16.** Моделирование распределения интенсивности деформационных контуров на выходной поверхности кристалла. Неполаризованное излучение.  $x$  — координата в плоскости регистрации,  $x^c$  — вдоль поверхности кристалла  $x = x^c \sin \theta_B$  [45].

ражающей плоскости  $R \approx 540$  м [39,46]. Квазиточечные дефекты создавались уколом индентора Виккерса при нагрузках от 1 до 5 г. В данной модели предполагается, что смещения под поверхностью образца радиальны по отношению к точке контакта, а поверхности равных деформаций имеют полусферическую форму. Размер полусферического ядра оценивался из микротвердости по Виккерсу. Так, например, при нагрузке 5 г радиус ядра составлял  $1.45 \mu\text{m}$  и хорошо согласовывался с оптическими измерениями. Приведенный пример показывает, что этот метод может быть использован для измерений очень слабых деформаций поверхности.

Из экспериментов было обнаружено, что при изменении знака изгиба кристалла сильно изменяется яркость деформационных полос. Из сопоставления рис. 16, *a* и *b* также хорошо видно, что при положительном радиусе изгиба контраст деформационных полос существенно ниже [45].

Анализ этого интересного явления показывает, что оно может быть связано с особенностями распространения траекторий нормальных и аномальных волн. Известно, что волны межветвевое рассеяния, зарождающиеся за счет градиента деформации в изогнутом кристалле, имеют существенно различные коэффициенты поглощения. В дополнение к этому эффекту существует еще фокусировка [7,47]. В результате при положительном изгибе аномальные волны фокусируются, т.е. концентрируются, а при отрицательном изгибе дефокусируются (ослабляются). На рис. 16 показан результат численного моделирования этого процесса.

## 2. Решение прикладных задач на основе секционных методов топографии

### 2.1. Исследование почти совершенных кристаллов

С помощью секционных методов эффективно исследуются почти совершенные кристаллы. Решаются два типа задач: исследование отдельных дефектов и оценка совершенства структуры кристаллов в целом. Возможности методов в исследовании отдельных дислокаций и дефектов упаковки описаны в первой части обзора. Приведены примеры характерных изображений винтовых,  $60^\circ$ -градусных и краевых единичных дислокаций прямолинейной формы при различной ориентации их в треугольнике рассеяния, а также группы из 14 близко расположенных винтовых дислокаций. Анализ интерференционных полос в окрестности изображений дислокаций позволил определить величину их векторов Бюргера. Известен расчет секционных изображений и проверка моделей дислокационных петель, а также включений в виде пор и выделений примесей [32,48,49]. Секционные изображения дефектов значительно отличаются от их изображений на проекционных топограммах и требуют расшифровки. Однако они настолько характерны, что могут использоваться для идентификации дефектов [50].

Второй тип задач связан с оценкой совершенства кристаллов в целом. Они решаются на основе наблюдения интерференционных полос. При отчетливом проявлении полос на секционных топограммах Ланга деформация решетки кристаллов меньше, чем  $10^{-6}$ . Такие кристаллы считаются совершенными. При этом оценка относится к объему кристалла, ограниченному высотой топограммы и ее шириной. Ширина топограммы представляет собой развертку изображения кристалла по толщине в треугольнике рассеяния. Если на топограмме присутствуют кинематические изображения дефектов, то при ее съемке в симметричном отражении и расположении фотопленки перпендикулярно отраженному пучку на возможно близком расстоянии от образца можно определить положение дефектов по толщине кристалла на основе простой формулы  $x = (L/2) \times \sin \theta_B$ , где  $\theta_B$  —



**Рис. 17.** Серия секционных топограмм, наложенных на проекционную топограмму Ланга пластины синтетического CVD-алмаза размером  $10 \times 10 \times 1.5 \text{ mm}^3$ .  $\text{AgK}_\alpha$ -излучение, отражение 220.

угол Брэгга,  $L$  — расстояние от края топограммы, противоположного направлению дифракционного вектора, до изображения дефекта. Точность такого измерения из-за широких изображений дефектов в этом методе невелика, около 10%, но метод является неразрушающим, а это важно для многих задач. Если надо оценить совершенство структуры большого кристалла, снимают серию секционных топограмм, сдвигая кристалл после съемки одной топограммы на расстояние, равное ее ширине. Такой способ был опробован в отношении синтетического алмаза в форме толстой плоскопараллельной пластины размером  $10 \times 10 \times 1.5 \text{ mm}^3$  и показал себя отличным методом оценки структурного совершенства кристаллов, являющихся новым материалом в физическом материаловедении, необходимым при изготовлении элементов рентгеновской оптики, например, монохроматоров синхротронного излучения. Особенность этой работы в том, что с помощью мощного лабораторного источника 18 kW от пластины алмаза была получена серия секционных топограмм, наложенных на проекционную топограмму, и таким образом структурное совершенство пластины было оценено не локально, а целиком (рис. 17). Экспозиция для получения одной секционной топограммы составляла полчаса, в то время как при работе на обычных источниках излучения потребовалось бы несколько часов.

Интересно отметить, что по результатам применения данного метода кристаллы синтетического алмаза, содержащие микродефекты, были оценены как менее совершенные, чем кристаллы с дислокациями. Видно,

что на большом протяжении секционных топограмм наблюдаются интерференционные полосы, свидетельствующие о высоком структурном совершенстве большей части объема пластины. Эти области пластины отвечают очень высоким требованиям при изготовлении изделий рентгеновской оптики [51,52].

Кроме оценки совершенства структуры кристалла в целом на основе видимости интерференционных полос, рис. 17 позволяет наблюдать, как разные дефекты влияют на полосы, искажают их и даже гасят в отдельных местах. По изображениям дефектов можно определить, являются ли они поверхностными или объемными: на ширине секционных топограмм изображаются дефекты, лежащие на разных уровнях по толщине кристалла в треугольнике рассеяния.

В настоящее время наиболее совершенным по структуре остается кремний. Но недавно выяснилось, что и в нем возможно существование дефектов, даже крупных. Однако если они характеризуются слабым упругим полем, то выявить их удастся только секционным методом (рис. 10), другими методами они не выявляются. Бездислокационный кремний востребован в микроэлектронике до сих пор, но постепенно интерес склоняется к сильно легированному кремнию, который может содержать множество микродефектов. Именно такой материал является теперь наиболее актуальным для усиленного изучения и использования. Но для него характерно явление распада твердых растворов примесей.

## 2.2. Исследование распада твердых растворов примесей

Секционный метод Ланга активно использовался для исследования распада твердых растворов примесей в кристаллах полупроводников после их технологических обработок, например, отжига. В работах [53,54] показано, как дефекты, образующиеся в результате отжига кремния, влияют на видимость интерференционных полос на топограммах. Увеличение продолжительности отжига приводило к полной потере видимости полос.

Сначала распад твердых растворов примесей изучался в кристаллах кремния, выращенных по методу Чохральского в условиях, когда он уже хорошо выражен и дефектов много [35,55,56]. С увеличением интереса к сильно легированным кристаллам полупроводников, активно используемым в силовой электронике, секционный метод стал применяться для их диагностики в as-grown состоянии. Для развивающегося полупроводникового приборостроения потребовались кристаллы большого диаметра с высокой концентрацией примесей, приближающейся к пределу растворимости, и при этом высокого структурного совершенства. Были получены кристаллы, практически не содержащие дислокаций. Но появилась проблема генерации в них микродефектов. Оказалось, что распад твердых растворов примесей в виде кластерообразования возможен в таких кристаллах уже в процессе роста. В дальнейшем он развивается

с образованием вторичных дефектов — мелких дислокационных петель, их скоплений, предвыделений и выделений новой фазы. Для изучения этих дефектов не хватало чувствительности традиционных методов их исследования и пришлось задействовать более чувствительные методы. Особенно эффективным оказалось сочетание секционного метода Ланга и рентгеновской дифрактометрии на основе эффекта Бормана — метода аномального прохождения рентгеновских лучей [57,58]. Начало процесса распада твердых растворов примесей можно заметить по ухудшению видимости полос Като на секционных топограммах и подавлению эффекта Бормана при дифрактометрических исследованиях. Поскольку образующиеся дефекты определяют деградационные свойства приборов на основе этих кристаллов, важно контролировать их присутствие и распределение.

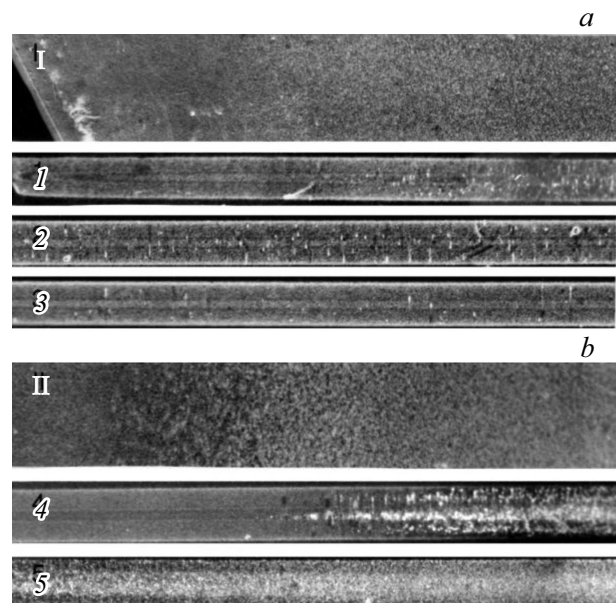
При сопоставлении результатов применения секционного метода Ланга вместе с дифрактометрическими измерениями в условиях проявления эффекта Бормана было обнаружено, что при наличии в кристаллах кремния статистически распределенных микродефектов полосы на секционных топограммах исчезают при значении фактора Дебая–Валлера  $L > 0.017$  [34]. Такое же значение имеет фактор Дебая–Валлера, когда основными дефектами в кремнии являются дислокации с плотностью  $10^3–10^4 \text{ см}^{-2}$ , и полосы не наблюдаются. Это значение фактора Дебая–Валлера можно считать мерой чувствительности секционного метода Ланга к нарушению средней решетки за счет присутствия в кристалле микродефектов. Таким образом, качественный тест на структурное совершенство кристаллов — наблюдение полос Като на секционных топограммах — приобретает количественное выражение через значение фактора Дебая–Валлера и говорит об отсутствии в кристалле микродефектов в заметном количестве.

На основании анализа полученных данных можно сделать следующие выводы общего характера. Присутствие в кристаллах статистически распределенных микродефектов влияет на изменение периодичности, форму и интенсивность полос на секционных топограммах. В теории структурный фактор  $F_h$  заменяется на  $F_h E_h$ , где  $E_h = \exp(-L_h)$ . Здесь  $L_h$  — статистический фактор Дебая–Валлера, Интенсивность рентгеновских лучей умножается на  $E_h^2$ , период полос Като уменьшается как  $1/E_h$ , так как аргумент функции Бесселя умножается на  $E_h$ . Эти выводы являются ключом к пониманию того, как присутствие в кристаллах статистически распределенных микродефектов влияет на изменение периодичности, форму и интенсивность интерференционных полос на секционных топограммах.

Секционный метод Ланга может быть рекомендован для диагностики сильно легированных кристаллов, не содержащих дислокаций или содержащих мало дислокаций до термообработок, в as-grown состоянии. В работе [59] описано исследование, показавшее, как, используя дифракционные методы, можно выбрать лучший режим термообработки кремния с точки зрения

образования и распределения дефектов в кристаллах, легированных бором, при создании на их основе разнообразных приборов. Исследовались кристаллы кремния диаметром 150 mm, легированные бором в процессе выращивания по методу Чохральского до концентрации  $(4–6.5) \cdot 10^{18} \text{ см}^{-3}$ , подвергнутые двум стандартным режимам термообработки: ASTM, A и C. Здесь A — это отжиг при  $T = 1050^\circ\text{C}$  в течение 16 h при 5% азота в атмосфере кислорода. Режим C — это медленный нагрев до  $800^\circ\text{C}$  в течение 4 h плюс отжиг по режиму A (добавлена стадия низкотемпературного зародышеобразования). ASTM — это международная система стандартизации (American Standard Test Method). Ее требования расшифрованы в описании режимов обработки образцов кремния. Сравнивались проекционные и набор секционных топограмм, полученных с образцов, обработанных по режиму A и C.

Образцы представляли собой круглые шайбы, являющиеся поперечными сечениями слитка кремния. Снимки выполнялись вблизи боковой поверхности шайб, в областях, где распад твердых растворов примесей выражен наиболее отчетливо. Для режима A на секционных топограммах сохранялись главные детали изображения полос Като, несмотря на наложение на них изображений микродефектов, а для режима C — отсутствовали. Хорошо видно и различие в распределении и размерах микродефектов после двух режимов обработки кристаллов (рис. 18).



**Рис. 18.** Серия топограмм кристаллов, обработанных по режиму A (a) и C (b). I, II — фрагменты проекционных топограмм, 1–5 — секционные топограммы, отвечающие проекционным в направлении слева направо. Все топограммы получены в отражении 220 и  $\text{MoK}_\alpha$ -излучении. Дифракционный вектор направлен вертикально сверху вниз. Секционные топограммы увеличены вдвое ( $30\times$ ) в сравнении с проекционными топограммами ( $15\times$ ).

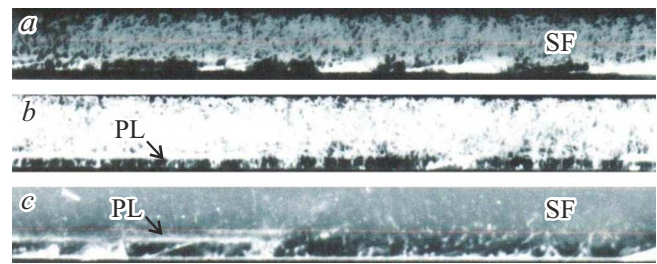
Это показало, что в образцах, обработанных по режиму С, много мелких дефектов, а крупных практически нет, за исключением круговой зоны вблизи боковой поверхности слитка. Качественные характеристики структуры образцов были дополнены количественными данными, полученными из анализа диффузного рассеяния. Были рассчитаны концентрация и средний размер дислокационных петель вдоль оси роста и по диаметру слитка [59,60].

Полученные результаты позволили сделать уверенный выбор из двух режимов термообработки кремния с точки зрения образования и распределения микродефектов. Учитывая неразрушающий характер методов, использованных в проведенном исследовании, их можно рекомендовать для совершенствования выращивания и более рационального использования кристаллов при производстве полупроводниковых приборов.

### 2.3. Исследование технологических дефектов в кристаллах

Секционный метод Ланга уже давно используется для исследования технологических дефектов в кристаллах, возникающих при их обработке и использовании в полупроводниковом приборостроении. При этом редко, но все-таки применяется компьютерное моделирование изображений нарушений кристаллической решетки с получением о них количественной информации. В работе [61] на основе анализа распределения интерференционных полос на секционной топограмме Ланга определена сила поверхностного сжатия в ионно-имплантированном слое кремния. В область треугольной формы на поверхности кристалла кремния имплантировались ионы бора с энергией 50 keV при дозе  $10^3 \text{ мс} \cdot \text{см}^{-2}$ . Лучшее совпадение эксперимента с расчетом получено при силе сжатия  $3.5 \cdot 10^4 \text{ дин} \cdot \text{см}^{-1}$ . Однако в большинстве работ исследование технологических дефектов в кристаллах секционным методом связано не с наблюдением интерференционных полос, а с возможностью определения положения отдельных дефектов, а также любых границ в объеме кристаллов и по их толщине. Особенно эффективно применение этого метода в таком аспекте при исследовании эффекта геттерирования примесей. Этот эффект активно используется при создании полупроводниковых приборов и бывает двух типов: внешний и внутренний.

Внешний эффект достигается целенаправленным ухудшением структурного состояния поверхности (например, ее шлифовкой) и последующим отжигом, в результате чего за счет образовавшихся стоков для точечных дефектов приповерхностная область кристаллов освобождается от дефектов. Важно определить ее толщину и „чистоту“ (т.е. остались ли в ней единичные дефекты). Внутренний эффект геттерирования достигается специальной технологической обработкой кристаллов без нарушения поверхности. В работе [62] рассмотрены



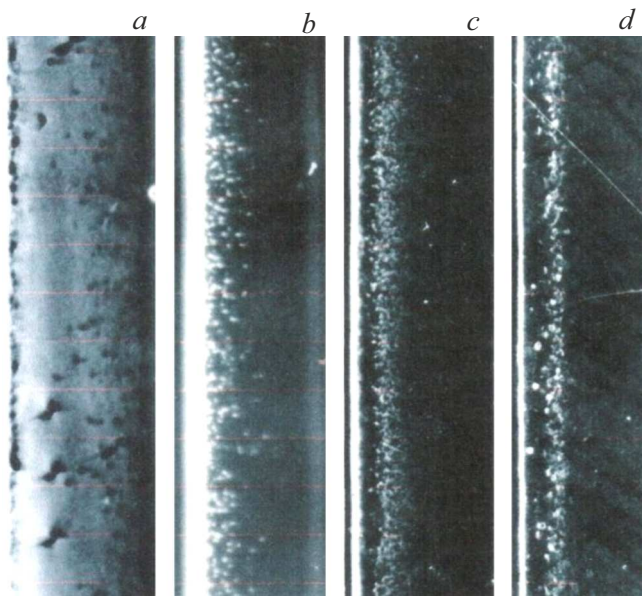
**Рис. 19.** Фрагменты секционных топограмм композиции: подложка 4H-SiC — пористый слой — гомоэпитаксиальный слой в геометрии прохождения (a, b) и отражения (c). Излучение  $\text{MoK}_\alpha$ . Отражения 3030 (a), 2240 (b), 0006 (c). SF — дефекты упаковки, PL — пористый слой. Позитивный контраст, увеличение 30×.

типичные технологические задачи при использовании в их решении секционных методов РТ. Обсуждаются преимущества и недостатки методов в двух геометриях дифракции, прохождения и отражения (см. ниже).

Применение секционного метода Ланга часто бывает эффективно при исследовании систем подложка–эпитаксиальный слой, особенно, если подложка содержит много дефектов, и интерференционные полосы на топограмме отсутствуют (рис. 19). На представленных топограммах системы, состоящей из подложки 4H-SiC — пористого слоя–гомоэпитаксиального слоя, видны границы слоев. Хорошо заметно, что структура гомоэпитаксиального слоя намного совершеннее структуры подложки, но слой содержит крупные дефекты упаковки, зарождающиеся на интерфейсе с подложкой и прорастающие на всю толщину слоя.

Такие результаты могли быть получены только секционными методами благодаря способности этих методов выявлять положение дефектов и границ по толщине образцов [63,64]. Для анализа совершенства структуры объектов с эпитаксиальными слоями успешно используется секционный метод в геометрии Брэгга. С его помощью осуществляются характеристика структуры приповерхностных слоев и определение радиуса изгиба объектов в целом. В ряде задач этот метод имеет преимущество перед секционным методом Ланга. Это продемонстрировано на рис. 20 [62] на примере исследования внешнего и внутреннего эффекта геттерирования в кристаллах кремния. За счет меньшей чувствительности этого метода к напряжениям кристаллической решетки и соответственно меньшей ширины изображения отдельных дефектов точность определения положения дефектов и границ оказывается значительно выше, до  $0.1a$ , где  $a$  — ширина падающего пучка [65]. Кроме того, возможно определить, имеется ли в таких объектах изгиб.

Авторы этой работы использовали в своих исследованиях специальное устройство — так называемый бесцелевой коллиматор. Оно позволяло формировать очень



**Рис. 20.** Фрагменты секционных топограмм в геометрии Брэгга образцов кремния с внешним (*a, b*) и внутренним (*c, d*) эффектами геттерирования примесей. Топограммы получены с противоположных поверхностей одного и того же образца (*a, b*) в отражении 333 и с одной поверхности в разных отражениях: 800 (*c*) и 440 (*d*).  $\text{MoK}_\alpha$ -излучение. Увеличение 30 $\times$ .

узкие пучки лучей, падающих на объекты исследований. С его помощью они решали множество прикладных задач микроэлектроники: определение структуры поля напряжений в кристаллах в результате скрайбирования; изучение прорастания дефектов подложки в автоэпитаксиальный слой на кремнии; выявление дефектов, возникающих в результате поверхностной диффузии примесей; обнаружение дефектов в тонких мембранах и др.

Хорошо известно, что при существенно различной обработке противоположных поверхностей тонкой пластинки кристалла (например, полировке одной и шлифовке противоположной) она приобретает изгиб. Он очень мал, деформационных полос на топограмме не наблюдается, и измерить его величину не представляется возможным, но можно определить знак изгиба по характерному контрасту изображения дефектов в приповерхностной области пластинки. Он отвечает выпуклости шлифованной поверхности и вогнутости полированной. Контраст изображения дефектов в приповерхностных областях имеет противоположный знак на топограммах, полученных отражением рентгеновских лучей от противоположных поверхностей кристалла. Примером могут служить фрагменты топограмм на рис. 20. Они представлены в позитивном контрасте: большинство изображений дефектов имеют белый контраст, как и границы топограмм, отвечающие полному отражению падающего пучка лучей от поверхности кристалла. В негативном контрасте он черный. А на топограмме рис. 20, *a* ос-

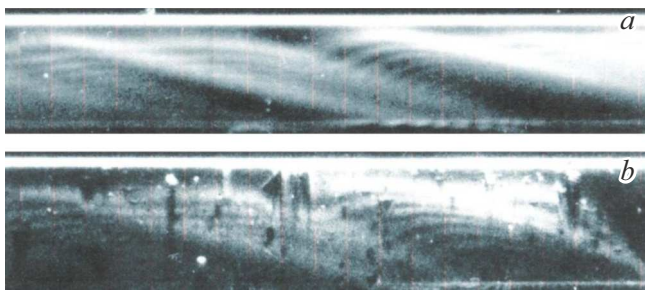
новной контраст дефектов, сохранившихся в „свободной от дефектов зоне“, противоположный. Это наблюдение характерно для образцов с внешним эффектом геттерирования примесей в связи с существенно различной обработкой противоположных поверхностей кристалла. Возможность определения знака изгиба кристалла по контрасту изображения дефектов связана с эффектом разной фокусировки волн, распространяющихся в кристалле при изгибе противоположного знака, описанным выше, в первой части обзора.

Интерференционные полосы на секционных топограммах в геометрии Брэгга экспериментально впервые наблюдались в изогнутых кристаллах кремния в работе [40], затем в [66] и в работах других исследователей. В [42,43] формирование полос объяснено на основе теории брэгговского отражения рентгеновских лучей в кристаллах с постоянным градиентом деформации. Предложено называть эти полосы деформационными. Это название теперь уже утвердилось. Было показано, что деформационные полосы появляются на секционных топограммах, начиная с некоторого порогового расстояния от главного максимума отражения рентгеновских лучей от поверхности кристалла в виде полосы интенсивного черного контраста: первая на расстоянии  $x_1 = (16\pi/5B^2)^{1/3}$ , а последующие — по закону  $x_n \sim (n-1/2)^{1/3}$ . Таким образом, был установлен закон периодичности полос. Градиент деформации связан с кривизной кристалла соотношением

$$B \approx \frac{\Lambda^2 \cos^2 \theta}{d} \frac{1}{2\pi\gamma_0\gamma_h R}, \quad (5)$$

где  $\Lambda$  — экстинкционная длина,  $d$  — межплоскостное расстояние,  $\theta$  — угол Брэгга;  $\gamma_0, \gamma_h$  — направляющие косинусы падающего и отраженного пучков. Для симметричной дифракции  $\gamma_0 = |\gamma_h| = \cos \theta$ . На основании формулы (5) возможно определение радиуса кривизны кристалла. Там же показано, что в кристаллах кремния с постоянным градиентом деформации изгиб проявляется в виде деформационных полос на секционных топограммах в геометрии Брэгга при критическом значении градиента деформации  $B_{cr} = 16\pi/5t_0^3)^{1/2}$ , где  $t_0$  — длина поглощения. Эти формулы могут быть использованы для количественных оценок изгиба кристалла.

Секционный метод в геометрии Брэгга активно использовался при исследовании напряжений решетки кристаллов, связанных с имплантацией ионов и частиц высокой энергии. В [67] в области локальной имплантации в кремний ионов кислорода с энергией 5.15 MeV были обнаружены две системы деформационных полос, на фоне изображения которых после серии термообработок возникли характерные изображения выделений в результате распада твердого раствора примесей. Они имели вытянутую в направлении дифракционного вектора конусообразную форму (рис. 21), что характерно для изображений точечных дефектов в кристаллах с изгибом (см. разд. 1). Такие изображения могут быть рассчитаны



**Рис. 21.** Фрагменты секционных топограмм в геометрии отражения кристалла кремния после локальной имплантации ионов кислорода (а) и серии постимплантационных отжига (б).  $MoK_{\alpha}$ , отражение 333, увеличение 30 $\times$ . Дифракционный вектор направлен вертикально сверху вниз.

в поле напряжений, оцененных по измеренным на топограммах радиусам изгиба. Это редкий случай совпадения благоприятных условий для такого рода исследований с применением численного моделирования.

### 3. Примеры применения синхротронного излучения в секционных методах топографии

Существует мнение о том, что использование синхротронного излучения (СИ) радикально изменило методы РТ. Однако секционные методы в своей основе изменились очень мало, хотя они, безусловно, выиграли от появления источников интенсивного излучения, обладающего малой угловой расходимостью и поперечной когерентностью. Коллимация в вертикальной плоскости, достигаемая за счет параметров источника СИ, в сочетании с малым угловым размером источника в горизонтальной плоскости позволяет использовать большие расстояния от источника до образца для увеличения освещаемой площади без потери интенсивности, доступной вблизи систем извлечения пучка. При этом угловая ширина источника, видимая из точки на образце, близка к ширине области динамической дифракции кристалла. Благодаря большой длине когерентности на синхротронах третьего поколения узкий пучок сохраняет свойства когерентности и параллельности в пределах щели размером несколько десятков микрон. Более того, можно регистрировать топограммы на двухметровых расстояниях от образца с высоким пространственным разрешением порядка единиц микрон. На синхротронах умеренной яркости секционные методы стали применять в том числе и в полихроматическом излучении.

С использованием полихроматического СИ было выполнено сравнительно мало работ, посвященных компьютерному моделированию изображений дефектов. В работе [68] описано применение секционного метода

топографии в геометрии Брэгга для изучения дислокаций в подложках и эпитаксиальных слоях кремния. Белый пучок СИ от источника DORIS-III, HASYLAB в г. Гамбурге был ограничен щелью шириной 5  $\mu\text{m}$ . Толщина образцов — пластин из кристаллов Si, выращенных методом Чохральского, — составляла 700  $\mu\text{m}$ .

Полосы Урагами [20] были отчетливо видны в большинстве отражений, зарегистрированных на снимках. Амплитуда полос быстро уменьшалась с расстоянием от основной полосы, соответствующей отражению узкого пучка от поверхности образца. Секционные топограммы с изображениями прямолинейных 60° дислокаций, наклонных к поверхности, сравнивались с расчетными изображениями. Расчеты производились путем численного интегрирования уравнений Такаги–Топена с помощью компьютерных программ, алгоритмы которых использовали постоянный или переменный шаг интегрирования. Изображения дислокаций имели вид розеток с черным контрастом. Результаты расчетов довольно хорошо воспроизводили особенности розеток. Однако в изогнутом кристалле расчетные картины не вполне соответствовали экспериментальным. Компьютерное моделирование изображений дислокаций на фоне полос, вызванных изгибом, показало наличие существенных различий, а именно, в присутствии дислокаций деформационные полосы искажались гораздо сильнее, чем полосы Урагами.

Авторы пришли к выводу, что применение узкой щели в белом пучке СИ дает возможность выявлять множество характерных деталей и наблюдать интерференционные полосы. Полосы Урагами, которые практически не видны в излучении от лабораторных источников, менее чувствительны к микронапряжениям вокруг дефектов, чем деформационные полосы, и в целом они менее интенсивны.

Изучение изображений 60° дислокаций в изогнутых подложках, дислокаций несоответствия и выделений в слоистых структурах позволяют утверждать, что компьютерное моделирование брэгговских секционных топограмм обеспечивает по крайней мере качественное согласие с экспериментом. В результате моделирования дислокационных розеток, т.е. изображений дислокаций, выходящих на поверхность плоских пластин Si под прямым или близким к нему углом, показало, что контраст формируется за счет дополнительной интенсивности, вызванной разложением волнового поля вокруг ядра дислокации.

К. Ветеска с соавторами [69] изучали секционным методом с использованием СИ эффекты сегрегации германия в кремнии на источнике DESY-HASYLAB. На проекционных топограммах исследователи наблюдали характерный контраст, связанный с полосами роста в монокристаллах твердого раствора Si:Ge. Секционные топограммы пластин толщиной 400  $\mu\text{m}$  регистрировались в белом пучке СИ, ограниченном щелью шириной 5  $\mu\text{m}$ . На топограммах, полученных в геометрии Брэгга при скользких углах падения 4–8°, был ясно виден



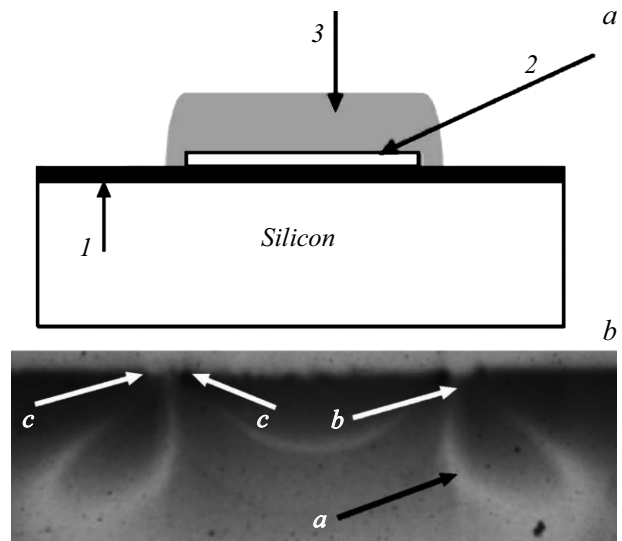
перекрестный узор. Он формировался полосами роста в местах их пересечения с пучком СИ и остановки на выходной поверхности образца. При этом яркость контраста изменялась от высокой до низкой, свидетельствуя о том, что узкий пучок проникал в образец почти на всю его толщину. Путем двукратного экспонирования на одну и ту же пленку были получены комбинированные снимки, которые представляли собой наложение секционных изображений на проекционные. Снимки регистрировались для разных положений образца относительно направления пучка, когда образец поворачивали на  $180^\circ$  вокруг нормали к поверхности, параллельной оси роста  $\langle 111 \rangle$ . В другом случае поворот образца производился вокруг оси  $[1\bar{1}0]$ , перпендикулярной падающему пучку. При этом изображения полос роста поворачивались относительно границы кристалла. Это позволило установить соответствие между поверхностью образца и выпукло-вогнутой ростовой поверхностью. Путем сравнения секционных топограмм образцов с большей (3%) и меньшей (1.2%) концентрацией Ge авторы оценили диапазон разориентаций решетки Si, дающих вклад в контраст изображений полос сегрегации. Был сделан вывод, что контраст хорошо аппроксимировал распределение германия в слитках Si:Ge, выращенных методом Чохральского.

В начале 2000-х гг. был проявлен большой интерес к кристаллам антимонида индия (InSb), прямая запрещенная зона которого является самой узкой по сравнению с другими полупроводниками  $A^3B^5$ . На основе InSb изготавливают детекторы ИК диапазона, параметры которых подвержены влиянию дефектов структуры. InSb сильно поглощает излучение рентгеновских трубок, что делает долгим процесс регистрации топограмм. Приемлемое время экспозиции и получение большого количества топограмм сразу на одной пленке обеспечивает использование полихроматического СИ.

На источнике СИ ANKA в г. Карлсруэ, Германия, были проведены исследования  $p-i-n$ -структур на основе InSb. Образцы, изготовленные металлоорганической газовой эпитаксией, имели эпитаксиальный слой InSb  $n$ -типа на одной стороне подложки InSb и аналогичный слой  $p$ -типа на другой. При этом толщина слоя составляла 200–300 нм, а толщина подложки  $600 \mu\text{m}$  [70].

Секционным методом в геометрии Лауэ было обнаружено исчезновение картины интерференционных полос Като на топограммах образцов с высокой концентрацией примесных атомов. Вместо полос на снимках появлялись черно-белые округлые изображения дефектов в эпитаксиальных слоях. На топограммах подложек эти изображения отсутствовали.

Для объяснения природы дефектов исследователи обратились к проекционной топографии. Рассчитав коэффициент аномального поглощения (умноженный на толщину образца), они пришли к выводу, что для выбранных отражений дифрагированный пучок удовлетворял условиям аномального прохождения. Черно-белый



**Рис. 22.** *a* — схема одного контакта из серии контактных площадок, распределенных по поверхности кристалла-микросхемы. Над подложкой Si со слоем окисла (1) и алюминия (2) выступает площадка со слоем металлизации Ni(P) (3); *b* — секционная топограмма в отражении  $1\bar{1}5$  от площадки с диаметром и толщиной соответственно  $600$  и  $2.9 \mu\text{m}$  [71].

контраст изображений был объяснен на основе динамической теории в предположении деформаций решетки вокруг пор и выделений. Изгиб решетки в сторону поры, вызванный деформацией растяжения, формирует увеличение отраженной интенсивности с одной стороны поры и уменьшение с другой. Изображения дефектов вблизи выходной поверхности образца с белой частью на положительной стороне вектора дифракции  $\mathbf{g}$  соответствуют порам. Выделения имеют обратный контраст.

Данная работа стала одним из первых доказательств существования выделений и пор в эпитаксиальных слоях InSb с оценкой их количества. Был сделан вывод о том, что небольшие отклонения от равновесного отношения атомов Sb и In в потоках паров в процессе эпитаксии вызывают кластеризацию атомов на поверхности слоев. Примесные атомы, введенные при легировании, могут усилить этот эффект.

В течение многих лет кремний остается в фокусе интереса рентгенотопографических исследований. Смещение фокуса с изучения ростовых и технологических дефектов к проблемам корпусирования интегральных схем вызвано необходимостью разработки приборов, обладающих повышенной надежностью. При эксплуатации микросхем, изготовленных методом монтажа на контактных площадках, возникает ряд проблем, для изучения которых авторы работы [71] применили секционный метод топографии. Целью работы была оценка эффективности метода для выявления и анализа механических напряжений в подложках Si под контактными площадками.

Образцы для исследования состояли из элементов, схематически показанных на рис. 22, *a* и перечисленных в подписи под рисунком. В ходе экспериментов в белом СИ высокоразрешающая пленка, установленная позади образца, регистрировала лучи, дифрагированные в обратном направлении. На проекционных топограммах области с пятнистым контрастом соответствовали разному уровню деформации решетки Si под площадками, которая вызвана интерметаллическими субзернами в слоях металлизации Ni(P). Наибольшие искажения были локализованы вблизи периферии площадки.

Для съемки секционных топограмм пучок был ограничен щелью шириной  $20\ \mu\text{m}$ . Каждое отражение на лауэграмме свидетельствовало о деформациях, распределенных по толщине подложки. Путем сравнения отражений с разной глубиной проникновения излучения в образец установлено, что сильные дальнедействующие напряжения (стрелка *a*, рис. 22, *b*) исходят из областей под периферией площадки, где центры деформации имеют пониженный (черный) контраст (стрелки *b* и *c*).

Авторы определили максимальный угол разориентации решетки Si под площадками. Деформация была пересчитана в напряжение в предположении, что разориентация вызвана напряжениями сдвига вблизи интерфейса. Для площадок диаметром  $200\ \mu\text{m}$  величина напряжения не превышала 65 МПа. Однако для площадок диаметром  $800\ \mu\text{m}$  напряжение увеличивалось до 260 МПа. Таким образом, с помощью одного только метода рентгеновской топографии был сделан важный вывод. При разработке технологий корпусирования интегральных схем следует сопоставлять выгоды и потери. С одной стороны, преимущество большого диаметра паяного соединения состоит в снижении температуры паяного перехода. С другой стороны, увеличение размера контактных площадок повышает напряжения в подложках Si.

Исследование процессов пластической деформации в объеме больших кристаллов без их разрушения является серьезной проблемой. Группа экспериментаторов под руководством Ж. Барушеля на станции ID-19 источника ESRF (European Synchrotron Radiation Facility) в Гренобле, Франция, изучила методом топографии в белом СИ ростовые дефекты в кристаллах  $4H\text{-SiC}$ , не прибегая к приготовлению тонких пластин [72,73]. Образцы представляли собой слитки диаметром 35 mm и высотой 12 mm. Пучок СИ был ограничен щелью шириной  $50\ \mu\text{m}$ , что позволило избежать наложения изображений множества дефектов в объеме образца на одну двумерную проекцию [5]. Пленка регистрировала изображения дефектов внутри слоя, соответствующего сечению кристалла узким пучком СИ. Время экспозиции не превышало 10 s. Пространственное разрешение схемы составляло  $5\ \mu\text{m}$ . Секционные топограммы в геометрии Лауэ были получены при четырех различных положениях образца. В частности, регистрация изображений в условиях, когда ориентация оси роста параллельна плоскости падения пучка СИ, выявляла

распространение дефектов в процессе роста кристалла. Интерфейс между кристаллом и затравкой был едва заметен, что указывало на плавный старт в начале роста. Однако по мере роста формировались включения инородных политипов:  $6H\text{-SiC}$  или  $15R\text{-SiC}$ . Они зарождались на одной из сторон слитка и распространялись в объем до тех пор, пока не достигали другой его стороны. При этом появлялись плоские дефекты типа двумерных границ зерен. Исследование разных слитков показало, что политипные включения, как правило, зарастали. Однако границы зерен отрицательно влияли на структурное совершенство значительной части объема образца. Таким образом, методом РТ были установлены важные особенности формирования дефектной структуры кристаллов  $4H\text{-SiC}$  прежде, чем из них были приготовлены подложки для электронных устройств.

В течение долгого времени надежность электронных приборов на основе SiC ухудшали микротрубки — полые ядра винтовых супердислокаций с гигантскими векторами Бюргерса. Эти поры были „смертельно“ опасны для работы приборов, вызывая пробой микроплазмы [74]. Благодаря оптимизации технологии получения объемных монокристаллов SiC в настоящее время освоен промышленный выпуск подложек, не содержащих микротроек [75,76]. Тем не менее подложки содержат дислокации, и все еще не вполне ясно, какие типы дислокаций наиболее вредны для работы приборов. Группа исследователей под руководством Д. Накамуры изучила поведение дислокаций в  $4H\text{-SiC}$ , применив прямой метод определения вектора Бюргерса [77,78]. Схема секционного метода топографии в белом СИ была аналогична использованной ранее для исследования супердислокаций в  $6H\text{-SiC}$  [79]. Однако расстояние от образца до пленки было увеличено более чем в 10 раз. Благодаря высокой яркости СИ и малому размеру источника на станции ускорительного комплекса SPring-8, увеличение расстояния не привело к ухудшению качества рентгеновских топограмм.

На проекционных топограммах линии винтовых дислокаций были ориентированы вдоль направления роста кристалла, составлявшего угол  $8^\circ$  с осью  $\langle 0001 \rangle$ . Секционные топограммы в геометрии Лауэ регистрировали в пучке СИ, ограниченном щелью  $30\ \mu\text{m}$ , на пленку, удаленную на 2 m от образца. Разрешение на топограмме, рассчитанное из угловой ширины источника, было соответственно 7 и  $1\ \mu\text{m}$  в горизонтальном и вертикальном направлениях. Изображения винтовых дислокаций на секционных топограммах имели гиперболический профиль, детально объясненный в работе А.Р. Ланга с соавторами [80]. Расчетный профиль изображения дислокации с вектором Бюргерса  $b = 1c$ , где  $c$  — параметр решетки  $4H\text{-SiC}$ , хорошо соответствовал эксперименту. Главный вывод данной работы относится к левым и правым элементарным дислокациям. Авторы установили, что соседние винтовые дислокации имели

тенденцию быть разнознаковыми. По их мнению, вероятной причиной этого эффекта является бесконтактное упругое взаимодействие между винтовыми дислокациями, разделенными расстоянием не менее  $200\ \mu\text{m}$ . Дальнейшее взаимодействие может повлиять на характер распространения и распределение элементарных дислокаций.

В данном разделе были рассмотрены результаты исследований различных практически важных кристаллов со структурными дефектами с целью показать разнообразие задач, решенных к настоящему времени при помощи СИ. Благодаря коротким экспозициям секционные топограммы совмещались с проекционными путем двукратного экспонирования. Непрерывный спектр позволил получить множество топограмм сразу на одной пленке. Благодаря секционному методу были интерпретированы структурные свойства кристаллов с дефектами. Заметим, что теоретические исследования не ограничиваются вышеописанным случаем компьютерного моделирования секционных топограмм почти совершенного кристалла кремния [68]. В наш обзор не вошли результаты анализа отражения сферической волны [81] и двухволновой дифракции [82] в упруго-изогнутых пластинах Si, а также экспериментальные исследования новых почти совершенных монокристаллов и многослойных структур: ванадитов [83] и сверхрешеток InGaAs–InAlAs [84]. Применение синхротронного излучения может превратить секционную топографию в экспресс-метод неразрушающей диагностики, в частности, в метод контроля изгиба и коробления кремниевых кристаллов в полностью упакованных полупроводниковых устройствах [85].

Нельзя не упомянуть о том, что большое количество работ с использованием СИ было выполнено пошаговой регистрацией стоп-кадров в сочетании с линейным и/или угловым перемещением образца. Обработав топограммы при помощи программы визуализации, экспериментаторы получали трехмерные картины распределения дефектов в объеме кристаллов [86–90]. Однако это не количественный подход. Методы, в которых не выполнялось приближение сферической волны, не рассматривались в рамках данного обзора.

## Заключение

Секционные методы РТ обладают чрезвычайно высокой чувствительностью к слабым напряжениям кристаллической решетки и имеют высокий потенциал для развития средств получения о них количественной информации. Эти методы практически готовы для решения сложных фундаментальных и прикладных задач материаловедения. В их основе лежит хорошо разработанная теория. Они опираются на опыт предыдущих и текущих исследований. Использование СИ

увеличило возможности методов. В частности, расширился круг исследуемых материалов. В некоторых случаях стало возможным изучение дефектов в кристаллах в виде слитков, что позволяет экспериментатору обходиться без приготовления специальных образцов. Повысились пространственное разрешение и яркость изображений дефектов. Это дает возможность изучать тонкие детали технологических приемов, применяемых при изготовлении микроэлектронных приборов, и совершенствовать технологию приборостроения. Наконец, применение СИ позволило отчетливо наблюдать полосы Урагами и использовать их для интерпретации секционных топограмм в геометрии Брэгга.

Однако следует признать, что основные достижения в развитии и применении секционных методов описаны в работах, выполненных с использованием лабораторных источников излучения. Кроме секционных методов, в рентгеновской топографии известен еще один метод, обладающий высокой чувствительностью к слабым нарушениям кристаллической решетки и позволяющий получать о них информацию количественного характера. Это квази-плосковолновая рентгеновская топография. Метод назван так потому, что приближение к плоской волне возможно лишь в синхротронном излучении. Хотя этот другой метод, основанный на иных принципах, отличается от секционных методов и поэтому не обсуждается в данном обзоре, мы добавляем в список литературы несколько важных работ, выполненных квази-плосковолновой топографией [91–94]. Вносим в список и ссылку на новый эффективный метод исследования дефектов в кристаллах, получивший название топо–томографии [95].

В настоящее время благодаря секционным методам РТ рассчитаны изображения многих типов дефектов и построены их модели. Это пока еще довольно простые дефекты: прямолинейные дислокации разных типов, находящиеся в определенных положениях в объеме кристаллов, плоские дефекты упаковки и др. Пришла очередь более сложных типов дефектов: дислокаций общего положения, супердислокаций и микротрубок в кристаллах SiC; объемных дефектов упаковки в кристаллах SiC и синтетического алмаза и др.

Ростовые дефекты в кристаллах часто декорированы примесями. Это изменяет поле напряжений, связанное с дефектами, влияет на их свойства и может изменить свойства кристалла в целом. В настоящее время накоплен достаточный потенциал для исследования этого явления на основе секционных методов РТ с применением численного моделирования.

## Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

## Список литературы

- [1] W. Berg. *Naturwissenschaften*, **19**, 391 (1931). DOI: 10.1007/BF01522358
- [2] W. Berg. *Z. Kristallogr.*, **89**, 286 (1934). DOI: 10.1524/zkri.1934.89.1.286
- [3] A.R. Lang. *Acta Metall.*, **5** (7), 358 (1957). DOI: 10.1016/0001-6160(57)90002-0
- [4] V.G. Kohn, A. Kazimirov. *Phys. Rev. B*, **75** (22), 224119 (2007). DOI: 10.1103/PhysRevB.75.224119
- [5] В.В. Лидер. *ФТТ*, **63** (2), 165 (2021). DOI: 10.21883/JTF.2022.10.53240.23-22 [V.V. Lider. *Phys. Solid State*, **63** (2), 189 (2021). DOI: 10.1134/S1063783421020141]
- [6] V.V. Aristov, V.G. Kohn, V.I. Polovinkina, A.A. Snigirev. *Phys. Status Solidi A*, **72** (2), 483 (1982). DOI: 10.1002/pssa.2210720207
- [7] В.Л. Инденбом, Ф.Н. Чуховский. *УФН*, **107** (2), 229 (1972). DOI: 10.3367/UFNR.0107.197206c.0229
- [8] Э.В. Суворов, И.А. Смирнова. *УФН*, **185** (9), 897 (2015). DOI: 10.3367/UFNR.0185.201509a.0897
- [9] S. Takagi. *Acta Crystallogr.*, **15**, 1311 (1962). DOI: 10.1107/S0365110X62003473
- [10] S. Takagi. *J. Phys. Soc. Jpn.*, **26** (5), 1239 (1969). DOI: 10.1143/JPSJ.26.1239
- [11] D. Taupin. *Bull. Soc. Franc. Mineral. Crystallogr.*, **87**, 469 (1964).
- [12] D. Taupin. *Acta Crystallogr.*, **23**, 25 (1967). DOI: 10.1107/S0365110X67002063
- [13] A. Authier. *A Dynamical Theory of X-Ray Diffraction* (Science Publ., Oxford, 2001)
- [14] Y. Ando, J.R. Patel, N. Kato. *J. Appl. Phys.*, **44** (10), 4405 (1973). DOI: 10.1063/1.1661973
- [15] E.V. Suvorov, V.I. Polovinkina, V.I. Nikitenko, V.L. Indenbom. *Phys. Status Solidi A*, **26** (1), 385 (1974). DOI: 10.1002/pssa.2210260140
- [16] A.M. Afanas'ev, V.G. Kohn. *Acta Crystallogr. A*, **27**, 421 (1971). DOI: 10.1107/S0567739471000962
- [17] J. Härtwig. *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **34** (10A), A70 (2001). DOI: 10.1088/0022-3727/34/10a/315
- [18] N. Kato. *Acta Crystallogr.*, **14**, 526 (1961). DOI: 10.1107/S0365110X61001625
- [19] N. Kato. *J. Appl. Phys.*, **39** (5), 2225 (1968). DOI: 10.1063/1.1656535
- [20] T. Uragami. *J. Phys. Soc. Jap.*, **27** (1), 147 (1969). DOI: 10.1143/JPSJ.27.147
- [21] Э.В. Шулаков, И.А. Смирнова. *Поверхность*, **1**, 96 (2001).
- [22] A.R. Lang, M. Zhen-Hong. *Proc. Roy. Soc. A*, **368**, 313 (1979). DOI: 10.1098/rspa.1979.0132
- [23] F.N. Chukhovskii, K.T. Gabrielan, P.V. Petrashen. *Acta Crystallogr. A*, **34**, 610 (1978). DOI: 10.1107/S056773947800128X
- [24] A. Authier. *J.R. Patel. Phys. Status Solidi A*, **27** (1), 213 (1975). DOI: 10.1002/pssa.2210270125.
- [25] A. Authier. *Bull. Soc. Franc. Mineral. Crystallogr.*, **84** (1), 51 (1961).
- [26] F. Balibar, A. Authier. *Phys. Status Solidi B*, **21** (1), 413 (1967). DOI: 10.1002/pssb.19670210141.
- [27] A. Authier. *Adv. X-Ray Analysts*, **10**, 9 (1967).
- [28] Y. Epelboin, A. Authier. *Acta Crystallogr. A*, **39**, 767 (1983). DOI: 10.1107/S010876738300152X
- [29] В.Н. Ерофеев, В.И. Никитенко, В.И. Половинкина, Э.В. Суворов. *Кристаллография*, **16** (1), 190 (1971).
- [30] E.V. Suvorov, O.S. Gorelik, V.M. Kaganer, V.L. Indenbom. *Phys. Status Solidi A*, **54** (1), 29 (1979). DOI: 10.1002/pssa.2210540103.
- [31] Э.В. Суворов, И.А. Смирнова. *ФТТ*, **52** (12), 2325 (2010). [E.V. Suvorov, I.A. Smirnova. *Phys. Solid State*, **52** (12), 2485 (2010). DOI: 10.1134/S1063783410120073]
- [32] Э.В. Суворов, И.А. Смирнова, Е.В. Шулаков. *Поверхность*, **9**, 64 (2004).
- [33] Э.В. Суворов, И.А. Смирнова, Е.В. Шулаков. *Поверхность*, **4**, 100 (2004).
- [34] Р.Н. Кютт, С.С. Рувимов, И.Л. Шульпина. *Письма в ЖТФ*, **32** (24), 79 (2006). [R.N. Kyutt, S.S. Ruvimov, I.L. Shulpina. *Tech. Phys. Lett.*, **32** (12), 1079 (2006). DOI: 10.1134/S106378500612025X]
- [35] М.Г. Мильвидский, Ю.А. Осипьян, Э.В. Суворов, И.А. Смирнова, Е.В. Шулаков. *Поверхность*, **6**, 5 (2001).
- [36] И.Л. Шульпина, Э.В. Суворов. *Известия РАН. Серия физическая*, **74** (11), 1547 (2010). [I.L. Shulpina, E.V. Suvorov. *Bull. Russ. Acad. Sci. Phys.*, **74** (11), 1488 (2010).]
- [37] F. Heyroth, H.-R. Höche, C. Eisenschmidt. *J. Appl. Crystallogr.*, **32**, 489 (1999). DOI: 10.1107/S002188989900240X
- [38] V.G. Kohn, I.A. Smirnova. *Acta Crystallogr. A*, **71**, 519 (2015). DOI: 10.1107/S2053273315012176
- [39] Е.В. Шулаков, И.А. Смирнова, Э.В. Суворов. *Поверхность*, **6**, 5 (2003).
- [40] P. Zaumseil. *Krist. Tech.*, **13** (8), 983 (1978). DOI: 10.1002/crat.19780130814
- [41] И.Л. Шульпина, П.В. Петрашень, Ф.Н. Чуховский, К.Т. Габриэлян. *Тез. докл. IV Всесоюзного совещания „Дефекты структуры в полупроводниках“* (Новосибирск, СССР, 1984), т. 2, с. 114.
- [42] П.В. Петрашень, Ф.Н. Чуховский, И.Л. Шульпина, Р.Н. Кютт. *ФТТ*, **29** (5), 1608 (1987).
- [43] F.N. Chukhovskii, P.V. Petrashen. *Acta Crystallogr. A*, **44**, 8 (1988). DOI: 10.1107/S0108767387005099
- [44] Э.В. Суворов, И.А. Смирнова, А.С. Образова. *ПТЭ*, **1**, 178 (2015). [E.V. Suvorov, I.A. Smirnova, A.S. Obrazova. *Instruments Experiment. Tech.*, **58** (1), 170 (2015). DOI: 10.1134/S0020441215010297]
- [45] И.А. Смирнова, Э.В. Суворов, Е.В. Шулаков. *ФТТ*, **53** (1), 35 (2011). [I.A. Smirnova, E.V. Suvorov, E.V. Shulakov. *Phys. Solid State*, **53** (1), 35 (2011). DOI: 10.1134/S1063783411010288]
- [46] Э.В. Суворов, И.А. Смирнова. *Письма в ЖТФ*, **42** (18), 55 (2016). [E.V. Suvorov, I.A. Smirnova. *Tech. Phys. Lett.*, **42** (9), 955 (2016). DOI: 10.1134/S1063785016090261]
- [47] В.Л. Инденбом, Ф.Н. Чуховский. *Кристаллография*, **16** (6), 1101 (1971).
- [48] В.К. Tanner. *X-ray Diffraction Topography* (Pergamon Press, Oxford, 1976)
- [49] S.F. Cui, G.S. Green, В.К. Tanner. *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.*, **138**, 71 (1989). DOI: 10.1557/PROC-138-71
- [50] И.Л. Шульпина. *Поверхность*, **4**, 3 (2000).
- [51] С.Ю. Мартюшов, Н.В. Корнилов, С.Н. Поляков, С.И. Жолудев, А.А. Ломов, И.Л. Шульпина. *Тез. докл. 8 Международной конф. „Кристаллофизика и деформационное поведение перспективных материалов“* (Москва, Россия, 2019), с. 153. DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.132

- [52] С.Н. Поляков, А.А. Ломов, И.Л. Шульпина, С.Ю. Мартюшов, В.Н. Денисов, В.Д. Бланк. *Тез. докл. конференции „Электронно-лучевые технологии и рентгеновская оптика в микроэлектронике“* (Черноголовка, Россия, 2021), с. 268.
- [53] J.R. Patel. *J. Appl. Phys.*, **44** (9), 3903 (1973). DOI: 10.1063/1.1662869
- [54] D.K. Bowen, B.K. Tanner. *High Resolution X-ray Diffractometry and Topography* (Taylor and Francis, London, 1998), пер. на русск. яз.: *Высокоразрешающая рентгеновская дифрактометрия и топография* (Наука, СПб., 2002)
- [55] M. Lefeld-Sosnowska, J. Gronkowski, G. Kowalski. *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **28** (4A), A42 (1995). DOI: 10.1088/0022-3727/28/4A/008
- [56] P. Klang, V. Holý, J. Kuběna, R. Štoudek, J. Šik. *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **38** (10A), A105 (2005). DOI: 10.1088/0022-3727/38/10A/020
- [57] S. Rouvimov, R. Kuytt, J. Kearns, V. Todt, B. Orschel, H. Siriwardane, A. Buczkowski, I. Shul'pina, G.A. Rozgonyi. *Solid State Phenomena*, eds. H. Richter, M. Kittler, **95–96**, 17 (2004). DOI: 10.4028/www.scientific.net/SSP.95-96.17
- [58] R.N. Kyutt, I.L. Shulpina, G.N. Mosina, V.V. Ratnikov, L.M. Sorokin, M.P. Scheglov, S.S. Ruvimov, J. Kearns, V. Todt. *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **38** (10A), A111 (2005). DOI: 10.1088/0022-3727/38/10A/021
- [59] И.Л. Шульпина, С.С. Рувимов, Р.Н. Кютт. *Поверхность*, **1**, 38 (2010).
- [60] И.Л. Шульпина, Р.Н. Кютт, В.В. Ратников, И.А. Прохоров, И.Ж. Безбах, М.П. Щеглов. *ЖТФ*, **80** (4), 106 (2010). [I.L. Shul'pina, R.N. Kyutt, V.V. Ratnikov, I.A. Prokhorov, I.Zh. Bezbakh, M.P. Shcheglov. *Tech. Phys.*, **55** (4) 537 (2010). DOI: 10.1134/S1063784210040183]
- [61] P.V. Petrashen, I.L. Shulpina. *Phys. Status Solidi A*, **78** (2), K105 (1983).
- [62] И.Л. Шульпина. *Заводская лаборатория*, **73** (5) 30 (2007).
- [63] I.L. Shulpina, V.V. Ratnikov, N.S. Savkina, V.B. Shuman, M. Syvajärvi, R. Yakimova. *Materials Science Forum*, **483–485**, ed. R. Nipoti, A. Poggi, A. Scorzoni. Switzerland, Trans Tech Publ. Ltd, 2005, 265–268. DOI: 10.4028/www.scientific.net/MSF.483-485.265
- [64] И.Л. Шульпина, В.В. Ратников, Н.С. Савкина, В.Б. Шуман. *Поверхность*, **6**, 18 (2005).
- [65] И.Н. Лейкин, К.Л. Головчинер, Т.А. Мингазин. *Поверхность*, **9**, 136 (1984).
- [66] H. Chen. *Mater. Lett.*, **4** (2), 65 (1986). DOI: 10.1016/0167-577X(86)90051-0
- [67] И.Л. Шульпина, Н.С. Жданович, В.И. Соколов. *Электронная техника*, **4** (241), 48 (1989).
- [68] W. Wierzhowski, K. Wieteska, W. Graeff. *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **33** (10), 1230 (2000). DOI: 10.1088/0022-3727/33/10/314
- [69] K. Wieteska, W. Wierzhowski, W. Graeff, M. Lefeld-Sosnowska, M. Regulska. *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **36** (10A), A133 (2003). DOI: 10.1088/0022-3727/36/10A/327
- [70] J. Riikonen, T. Tuomi, A. Lankinen, J. Sormunen, A. Säynätjoki, L. Knuutila, H. Lipsanen, P.J. McNally, L. O'Reilly, A. Danilewsky, H. Sipilä, S.Vajärvi, D. Lumb, A. Owens. *J. Mater. Sci-Mater. El.*, **16**, 449 (2005). DOI: s10854-005-2313-5
- [71] D. Noonan, P.J. McNally, W.-M. Chen, A. Lankinen, L. Knuutila, T.O.Tuomi, A.N. Danilewsky, R. Simon. *Microelectr.*, **37** (11), 1372 (2006). DOI: 10.1016/j.mejo.2006.06.008
- [72] E. Pernot, P. Pernot-Rejmankova, M. Anikin, B. Pelissier, C. Moulin, R. Madar. *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **34** (10A), A136 (2001). DOI: 10.1088/0022-3727/34/10A/328
- [73] J. Baruchel, M. Di Michiel, T. Lafford, P. Lhuissier, J. Meyssonier, H. Nguyen-Thi, A. Philip, P. Pernot, L. Salvo, M. Scheel. *C.R. Physique*, **14** (2–3), 208, (2013). DOI: 10.1016/j.crhy.2012.10.010
- [74] P.G. Neudeck, J.A. Powell. *IEEE Electr. Device L.*, **15** (2), 63 (1994). DOI: 10.1109/55.285372
- [75] St.G. Müller, M.F. Brady, A.A. Burk, H. Md. Hobgood, J.R. Jenny, R.T. Leonard, D.P. Malta, A.R. Powell, J.J. Sumakeris, V.F. Tsvetkov, C.H. Carter. *Superlattice Microst.*, **40** (4–6), 195 (2006). DOI: 10.1016/j.spmi.2006.09.029
- [76] P.J. Wellmann. *Semicond. Sci. Technol.*, **33**, 103001 (1–34) (2018). DOI: 10.1088/1361-6641/aad831
- [77] D. Nakamura, S. Yamaguchi, Y. Hirose, T. Tani, K. Takatori. *J. Appl. Phys.*, **103** (1), 013510 (1–7) (2008). DOI: 10.1063/1.2829806
- [78] D. Nakamura, I. Gunjishima, S. Yamaguchi, T. Ito, A. Okamoto, H. Kondo, S. Onda, K. Takatori. *Nature*, **430**, 1009 (2004). DOI: 10.1038/nature02810
- [79] W. Si, M. Dudley, R. Glass, V.Tsvetkov, C. Carter. *J. Eletron. Mater.*, **26**, 128 (1997). DOI: 10.1007/s11664-997-0138-0
- [80] S. Mardix, A. R. Lang, I. Blech. *Phil. Mag.*, **24**, 683 (1971). DOI: 10.1080/14786437108217039
- [81] H. Yan, Ö. Kalenci, I.C. Noyan. *Appl. Crystallogr.*, **40**, 322 (2007). DOI: 10.1107/S0021889807003160
- [82] T. Fukamachi, S. Jongsukswat, D. Ju, R. Negishi, K. Hirano, T. Kawamura. *Acta Crystallogr. A*, **75**, 842 (2019). DOI: 10.1107/S2053273319011859
- [83] M.B. Kosmyna, B.P. Nazarenko, V.M. Puzikov, A.N. Shekhovtsov, W. Paszkowicz, A. Behrooz, P. Romanowski, A.S. Yasukevich, N.V. Kuleshov, M.P. Demesh, W. Wierzhowski, K. Wieteska, C. Paulmann. *J. Cryst. Growth*, **445**, 101, (2016). DOI: 10.1016/j.jcrysgro.2016.04.002
- [84] W. Wierzhowski, K. Wieteska, J. Gaca, M. Wójcik, M. Mozdzonek, W. Strupiński, M. Wesolowski, C. Paulmann. *J. Appl. Crystallogr.*, **50**, 1192 (2017). DOI: 10.1107/S1600576717008846
- [85] B.K. Tanner, P.J. McNally, A.N. Danilewsky. *Powder Diffr.*, **36** (2), 78 (2021). DOI: 10.1017/S088571562100021X
- [86] W. Ludwig, P. Cloetens, J. Härtwig, J. Baruchel, B. Hamelin, P. Bastie. *J. Appl. Crystallogr.*, **34**, 602 (2001). DOI: 10.1107/S002188980101086X
- [87] S. Kawado, T. Taishi, S. Iida, Y. Suzuki, Y. Chikaura, K. Kajiwara. *J. Synchrotron Rad.*, **11**, 304 (2004). DOI: 10.1107/S0909049504012609
- [88] T. Mukaide, K. Kajiwara, T. Noma, K. Takada. *J. Synchrotron Rad.*, **13**, 484 (2006). DOI: 10.1107/S090904950603384X
- [89] V.V. Kvardakov, K.M. Podurets, S.A. Schetinkin, J. Baruchel, J. Härtwig, M. Schlenker. *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A*, **575** (1–2), 140 (2007). DOI: 10.1016/j.nima.2007.01.044
- [90] K. Kajiwara, S. Kawado, S. Iida, Y. Suzuki, Y. Chikaura. *Phys. Status Solidi A*, **204** (8), 2682 (2007). DOI: 10.1002/pssa.200675677
- [91] А.Э. Волошин, И.Л. Смольский, В.Н. Рожанский. *ЖТФ*, **64** (4) 171 (1992).

- [92] A.E. Voloshin, I.L. Smolsky, V.M. Kaganer, V.L. Indenbom, V.N. Rozhansky. *Phys. Status Solidi A*, **130** (1), 61 (1992).  
DOI: 10.1002/pssa.2211300108
- [93] А.Э. Волошин. *Кристаллография*, **56** (5), 859 (2011).  
[A.E. Voloshin. *Cryst. Rep.* **56** (5) 802 (2011)].  
DOI: 10.1134/S1063774511050233
- [94] I.L. Smolsky, A.E. Voloshin, N.P. Zaitseva, E.B. Rudneva, H. Klapper. *Philos. Tr. Soc. Lond, A*, **357**, 2631 (1999).  
DOI: 10.1098/rsta.1999.0453
- [95] V. Asadchikov, A. Buzmakov, F. Chukhovskii, I. Dyachkova, D. Zolotov, A. Danilewsky, T. Baumbach, S. Bode, S. Haaga, D. Hänschke, M. Kabukcuoglu, M. Balzer, M. Caselle, E. Suvorov. *J. Appl. Cryst.*, **51**, 1616 (2018).  
DOI: 10.1107/S160057671801419X