

10; 12

## РЕНТГЕНОВСКАЯ ТОПОГРАФИЯ НА ПУЧКАХ СИ ВЭПП-3 И ВЭПП-4 И СРЕДСТВА ВИЗУАЛИЗАЦИИ РЕНТГЕНОВСКИХ ИЗОБРАЖЕНИЙ

*В. Е. Палченко*

Приведен краткий обзор работ по рентгеновской топографии, выполненных на пучках СИ накопителей ВЭПП-3 и ВЭПП-4, и по средствам визуализации рентгеновских изображений на основе телевизионных устройств и приборов с зарядовой связью (ПЗС) в Институте ядерной физики СО АН СССР. Обсуждаются основные параметры и перспективы использования и развития этих приборов.

Рентгенотопографические работы на пучках СИ в Новосибирске были начаты около десяти лет тому назад. Исчерпывающий список публикаций по этой теме, а также по детекторам рентгеновских изображений в ИЯФ имеется в выпущенном накануне VII Всесоюзного совещания по использованию синхротронного излучения СИ-86 библиографическом указателе [1].

На накопителе ВЭПП-3 топографистами Института кристаллографии АН СССР выполнены исследования фазовых переходов в кристаллах группы  $KDP$  (в том числе с использованием рентгенвидиконов) и реальной структуры бездислокационных кристаллов кремния с использованием монокристаллов монохроматоров. Здесь также были проведены топографические съемки сильно поглощающих кристаллов парателлурита и бериллата лантана (Минералогический отдел Института геологии и геофизики СО АН СССР). Дважды работала на пучке СИ ВЭПП-3 группа топографистов под руководством Д. К. Боуэна (Великобритания: Уорик-Дарсбери, Глазго, Дарем); съемки монокристаллов кремния и гадолиний-галлиевого граната (ГГГ) выполнены совместно с З. Шоурекком из Праги. На ВЭПП-3 проведены топографические исследования высокотемпературного распада твердого раствора кислорода в монокристаллическом кремнии [2] и структурных особенностей монокристаллов ГГГ [3] совместно с институтом «Гиредмет» и реальной структуры кристаллов  $Cd_xHg_{1-x}Te$  [4] совместно с Институтом полупроводников АН УССР (Киев). Эти работы, как видно из их краткого перечисления, стимулировались как потребностями фундаментальной физики твердого тела, так и прикладными задачами технологии электроники и минералогии и выполнялись в русле рентгенодифракционных исследований, среди которых пионерскими являются работы [5].

Параллельно с топографическими использовался дифрактометрический двухкристальный метод для исследования структурного совершенства монокристаллов по методу кривой качания, в том числе для измерения кривизны монокристаллов по методу двух линий [6]. Предельные угловые флуктуации в схеме  $(n, -n)$  не превышали  $5 \cdot 10^{-2}$  угл. с. При повторной записи кривой качания смещение ее пика относительно предыдущей позиции не превышало 0.1 угл. с. Методика обеспечивала многократную запись кривых качания с полной шириной на половине высоты (ПШПВ), равной 0.5 угл. с, с относительной среднеквадратичной погрешностью ПШПВ менее 10 % (доверительная вероятность 95 %) при затрате времени на запись одной кривой качания менее 10 мин.

В 1983 г. начала работу станция «Топография и дифрактометрия» бункера СИ накопителя ВЭПП-4 [7]. На этой станции совместно с топографистами из

Праги было выполнено исследование ростовых дефектов монокристалла ГГГ и структуры ферроэластических (яп-теллеровских) «доменов» в монокристалле марганец—германиевого граната ( $MnGeG$ ) [7]. Запланировано исследование динамики этих «доменов» на пучках СИ в Новосибирске. Здесь также выполнены рентгенотопографические исследования дефектной структуры монокристаллов комплексных соединений с атомами никеля в качестве комплексообразователей (Институт химии твердого тела и минерального сырья СО АН СССР, природный алмазов (Центральный научно-исследовательский геолого-разведочный институт (Москва)) и германата висмута (Ленинградское научно-производственное объединение «Буревестник»). Значительное внимание уделено монокристаллам и эпитаксиальным структурам полупроводниковых материалов [8] кремния [9], в том числе с использованием секционной топографии [7, 10], а также легированных арсенида галлия [11, 12], фосфида галлия [11] и фосфида индия [12].

При съемках в белом пучке СИ (ВЭПП-3) в отражении по Брэггу легко визуализируются краевые дислокации в феррит-гранатовой пленке, выращенной на подложке из ГГГ. На рис. 1 представлена топограмма, соответствующая одному из рефлексов, полученных за одну съемку. Формирование изображений дефектов в кристаллах с экстинкционным (прямые (кинематические) изображения), промежуточным (межветвевым) и динамическим контрастами при топографических съемках на пучках СИ из-за полихроматичности последнего имеет существенные отличительные особенности в сравнении с традиционными методами с использованием линейчатого излучения рентгеновских трубок. Несмотря на довольно обширную экспериментальную проработанность вопроса, например, в работах [13] эти особенности ждут конкретной теоретической интерпретации. Проведено сравнение контрастов изображений ростовых дефектов в монокристалле ГГГ при съемках на СИ ВЭПП-4 в отражении по Лауэ и по методу Ланга (рентгеновская трубка) [7]. Динамические изображения дислокаций в монокристаллах арсенида галлия, полученные на белом пучке СИ ВЭПП-3 в рефлексе 220 с длиной волны  $0.7 \text{ \AA}$ , являются более четкими и контрастными, чем при съемке по методу аномального прохождения рентгеновских лучей на  $K_{\alpha_1}$ -излучении рентгеновской трубки с медным анодом [14]. Качество изображения яп-теллеровских «доменов» в  $MnGeG$ , полученного в белом пучке СИ ВЭПП-4 в отражении по Брэггу, не уступает качеству изображения, полученного на двухкристальном спектрометре с малодисперсионной монохроматизацией в излучении  $Cu K_{\alpha}$  рентгеновской трубки [7]. В общем случае монохроматизация, разумеется, делает изображения дефектов более контрастными. На рис. 2 [15] показаны поля деформаций, создаваемых каплями пчелиного воска в приповерхностном слое образца.

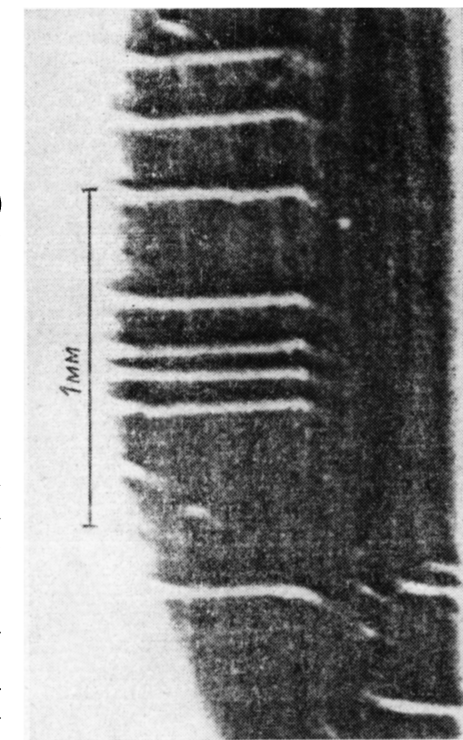


Рис. 1.

В последнее время внимание было привлечено к топографической визуализации микродефектов в монокристаллическом бездислокационном кремнии [16, 17]. Работа [16] сделана на пучке СИ ВЭПП-4; работа [17], выполненная на пучке СИ SRS в Дарсбери, преследовала цель установления предельных возможностей однокристалльной топографии по отношению к микродефектам для последующего сравнения с результатами съемок плосковолновым методом од-

пого и того же участка одного и того же образца. Для оптимизации съемок на SRS было выбрано асимметричное отражение по Брэггу и по Лауэ.

Общезвестно, что только травление позволяет измерять плотность микродефектов и классифицировать их по типу ямок травления и узорам распределения плотности на поверхности среза. Тем не менее при большой плотности микродефектов в бездислокационном кремнии выявление узоров распределения плотности доступно и топографии на СИ. Это демонстрирует топограмма монокристалла бездислокационного кремния, выращенного методом Чохральского (рис. 3). Съемка выполнена на белом пучке СИ ВЭПП-3 в отражении по Лауэ. Топографические съемки на пучке СИ ВЭПП-4 дали опыт выявления выделений — продуктов распада твердого раствора кислорода в монокристаллическом кремнии после его отжига при различных температурах. При невысоких температурах отжига (около 900 °С) удавалось выявлять включения с минимальными размерами их изображений вплоть до 15 мкм. Принципиальные возможности для этого обеспечиваются малыми эффективными размерами электронных сгустков — ис-

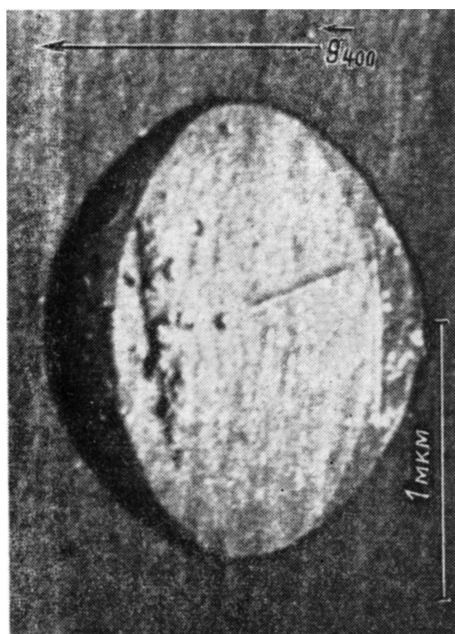


Рис. 2. ВЭПП-3.

Энергия электронов 2.2 ТэВ. Монохроматор — бездислокационный кремний (400) по Брэггу.  $\lambda=1.48$  А. Образец — кремниевая эпитаксиальная структура (100); отражение по Брэггу в максимуме кривой качания ( $n, -n$ ).

точников СИ (см. таблицу).  $\sigma_x$  и  $\sigma_z$  — средние квадратичные отклонения гауссовых распределений плотностей электронных сгустков соответственно по горизонтали, перпендикулярно к орбите, и по вертикали. Практически соответствующее геометрическое разрешение обеспечивается только фотоэмульсиями в качестве детекторов рентгеновских изображений: 1 (холодное проявление) — 10 мкм.

Накопитель	ВЭНИ-3	ВЭНИ-4	SRS (лаборатория Дарембери, Англия)		
			поворотные магниты	винглер с магнитным полем 5 Тл	модернизация (проект)
$\sigma_x$ , мм	0.85	0.87	5.5 (расчет, эксперимент)	5.5 (расчет)	1.3
$\sigma_z$ , мм	0.09	0.38	0.3 (расчет) 0.17 (эксперимент)	0.30  (расчет)	0.17—0.30

Электронным средствам визуализации рентгеновских изображений пока еще недоступно такое разрешение. Основной прогресс достигнут в снижении порогов чувствительности телевизионных средств визуализации. На рис. 4 приведены зависимости порогов чувствительности рентгеновидикона со стеклоглициридным входным окном для дефектоскопии подвижных объектов (кривая 1) и супервидикона с люминофорным (оксисульфид гадолиния) преобразованием рентгеновского излучения в свет (кривая 2) [18] от энергии фотонов. Высокую чувствительность имеет также линейный формирователь видеосигнала (ЛФВС) на основе ПЗС: пороговая плотность потока фотонов для линейного ПЗС с поверх-

ностным каналом, имеющего МОП емкости (ячейки)  $15 \times 15$  мкм, при времени накопления около 150 мс достигает  $3 \cdot 10^6$  см<sup>-2</sup>·с<sup>-1</sup> для фотонов с энергиями 8—20 кэВ [19]. Оба ЛФВС, супервидикон с люминофорным экраном и ПЗС, обладают большим динамическим диапазоном. Зависимость яркости эталонного рентгеновского изображения на экране телемонитора от плотности потока фотонов, соответствующих линии Mo K<sub>α</sub>, для оксисульфида гадолиния в качестве люминофора приведена также на рис. 4 [18]. Точки на кривой зависимости обозначают: А — порог чувствительности; В — начало линейного участка; С — конец линейного участка. В работе [19] зависимость амплитуды сигнала с фоточувствительной области ПЗС от плотности потока моноэнергетических фотонов, соответствующих линии Cu K<sub>α</sub>, доведена вплоть до  $6.7 \cdot 10^8$  см<sup>-2</sup>·с<sup>-1</sup> (до 230 фотонов на ячейку за время накопления 153.7 мс). График указанной зависимости представляет собой прямую.

Что же касается геометрического разрешения ЛФВС, то надо отметить следующее. Применяемый с 1946 г. общепринятый телевизионный стандарт имеет следующие параметры: чересстрочное разложение изображения на 625 строк; 25 кадров в секунду; полоса телевизионного тракта около 6.5 МГц. В среднем этот стандарт обеспечивает разрешение около 35 мкм. Оно не может быть ухудшено волоконно-оптическим входным окном супервидикона, так как его гексагонально упакованные стекловолокна имеют диаметр 8 мкм. В первую очередь ухудшает разрешение слой люминофора на входном окне супервидикона, причем в тем большей степени, чем прозрачней люминофор по отношению к свету собственной рентгенолюминесценции [18]. Большинство люминофоров (оксисульфиды гадолиния, иттрия и лантана, например) — керамики, поэтому их прозрачность, упомянутая выше, не превышает 100 мкм. Уже эта величина не позволяет достичь разрешения, обеспечиваемого телевизионным трактом. Последнему не адекватны также электростатическая фокусировка в секции переноса электронного изображения и структура диодно-мозаичной кремниевой мишени супервидикона. Поэтому он позволяет визуализировать в кристаллах лишь грубые дефекты типа доменных стенок и единичных краевых дислокаций. В качестве альтернативы люминофору представляется шайба из скинтилляцион-

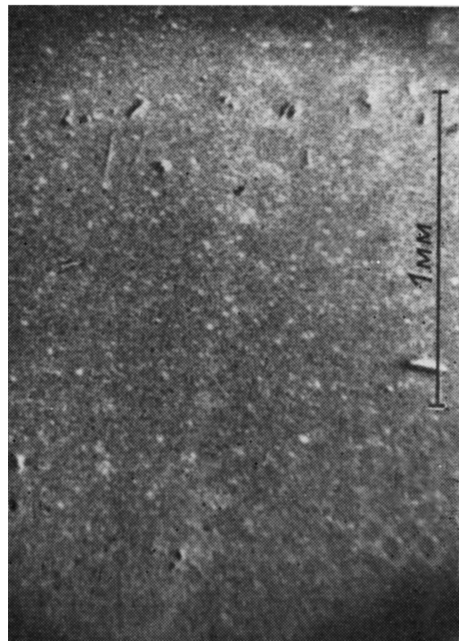


Рис. 3.

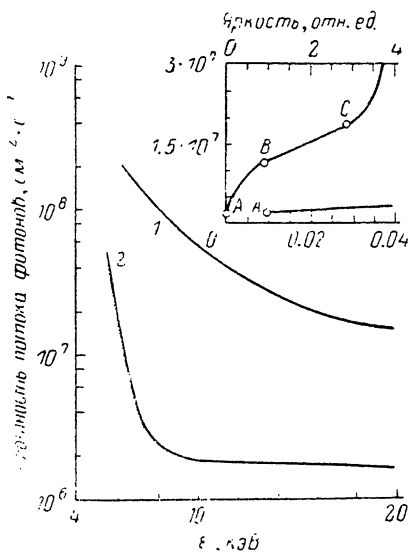


Рис. 4.

ных волокон малого диаметра, которые в силу их высокой поглощательной способности по отношению к жесткому рентгеновскому излучению и прозрачности для света позволят при калиброванном разрешении получить более низкий порог чувствительности, чем при использовании люминофорного экрана. Для решения этой задачи может быть использована, например, микроканальная

пластина (МКП). Эта изящная идея выдвинута и реализована (без использования телевизионной техники) в работе [20]. Ее авторы наполняют микротрубки МКП жидким скнтиллятором с показателем преломления, большим, чем у стекла, из которого изготовлена МКП. В упомянутой работе проанализированы оптические особенности такого преобразователя рентгеновского изображения в световое. При сохранении неизменной структуры супервидикона такой преобразователь лишь понизит порог его чувствительности без улучшения разрешения.

Использование же такого преобразователя в совокупности с ПЗС открывает возможность довести его разрешение до размера одной ячейки. Электрод (полукремний) и диэлектрик (двуокись кремния) ПЗС практически полностью прозрачны для жесткого рентгеновского излучения (кривая *a* на рис. 5), не препятствуя его достижению обедненной в отношении основных носителей области, в которой осуществляется накопление фотогенерированных зарядов. Кривая *b* на рис. 5 соответствует доле излучения, достигшей обедненной области и поглощенной в ней, т. е. зарегистрированной (глубина обеднения принята равной 3 мкм, толщины полукремния и двуоксида кремния соответствуют кривой *a*). В работе [19] эталонные рентгеновские изображения, соответствующие

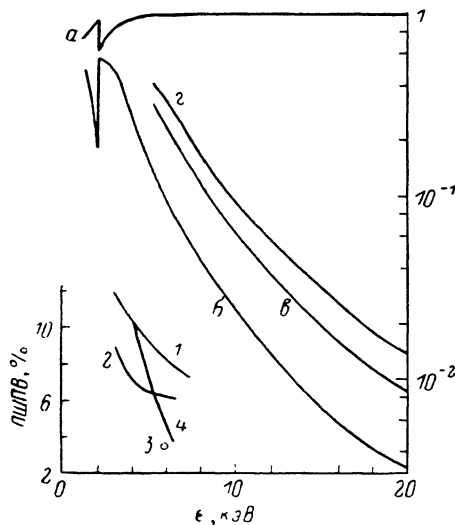


Рис. 5. Доля излучения, достигающая обедненной области ПЗС через полукремний толщиной 0.5 мкм и двуокись кремния толщиной 0.15 мкм, в зависимости от энергии фотонов (кривая *a*).

Скачок поглощения на *K*-крае кремния.

линиям  $Ni K_{\alpha_{1,2}}$  и  $Ni K_{\beta_{1,3}}$ , надежно выделялись ПЗС (после усреднения по 10 измерениям) над шумовой дорожкой при загрузке ячеек в пике изображения одним фотоном в среднем за время накопления, что соответствует указанному выше порогу чувствительности  $3 \cdot 10^6 \text{ см}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$ . Это является прямым указанием на то, что заряды, фотогенерированные в находящемся под обедненной областью данной ячейки диффузионном слое, частично «всплывают». Имеющее место вследствие этого увеличение квантовой эффективности (кривые *v* и *z* на рис. 5 учитывают кроме обедненной области глубиной 3 мкм диффузионные слои с толщинами 10 и 20 мкм соответственно) оборачивается ухудшением разрешения (почти до 30 мкм [21]) в сравнении с размером одной ячейки (15 мкм). Дело в том, что «всплывание» происходит не только в обедненную область данной ячейки, но и в обедненные области соседних ячеек. При преобразовании же рентгеновского излучения в свет в волоконно-оптической скнтилляционной шайбе такого геометрического размытия нет: свет полностью поглощается в обедненной области.

В работах [19, 21] применен режим интегрирования изображения. Кроме того, ПЗС присущ еще режим отображающего рентгеновского спектрометра (режим счета отдельных фотонов), когда используется столь короткое время накопления, что в течение него на одну ячейку глубоко охлажденного ПЗС со скрытым каналом попадает менее одного фотона (или отбраковываются события с более чем одним фотоном) [22]. В указанной работе достигнута отдельная регистрация линий  $Mn K_{\alpha_{1,2}}$  и  $Mn K_{\beta_{1,3}}$  и их пиков вылета (потерь) из кремния ПЗС, что обеспечивается низким значением коэффициента Фано (0.1—0.15). На рис. 5 приведена компилятивная сводка зависимостей относительной ПППВ амплитудного распределения импульсов различных рентгеновских детекторов-спектрометров от энергии фотонов в небольшом интервале последней: 1 — детектор Поликарпо [23], 2 — детектор на красном йодиде ртути [24],

З — Si (Li) спектрометр [22], 4 — ПЗСО со скрытым каналом и виртуальной фазой (ПЗСВФ) [22] (1, 2, 3 — неотображающие спектрометры).

В развитии телевизионных средств визуализации рентгеновских изображений все большее значение приобретает оцифровка последних. В работе [25] приведены данные по оцифровке эталонного рентгеновского изображения (фотоны с энергиями, соответствующими линиям  $\text{Cu } K_{\alpha_1}$  и  $\text{Cu } K_{\alpha_2}$ ), получаемого с помощью супервидикона [18]. Ввиду ограниченности емкости буферного запоминающего устройства (ЗУ) использованного аналого-цифрового преобразователя (АЦП), достаточной лишь для оцифровки одной полной строки телевизионного кадра, в качестве паллиатива применено стробирование от кадра к кадру (ограничение скорости оцифровки). Время преобразования АЦП достигает 50 нс. В настоящее время прорабатывается система оцифровки с новым АЦП, буферное ЗУ которого расширено до 0.128 Мбайт. Фрагментарная структура ЗУ позволяет выполнять последовательную оцифровку всех строк одного и того же кадра или одного и того же фрагмента в нескольких кадрах подряд (кино). Предстоит также улучшение геометрического разрешения (ППШВ =  $200 \pm 20$  мкм), ограниченного перечисленными выше факторами. Улучшение телевизионной методики в совокупности с системой оцифровки должно преследовать цель достижения геометрического разрешения до 10 мкм после осуществления 2-го телевизионного стандарта (разложение изображения на 1125—1375 строк в кадре, полоса телевизионного тракта около 17 МГц) — так называемого телевидения высокой четкости (ТВЧ).

### Список литературы

- [1] Пиндюрин В. Ф., Эпштейн К. В. Синхротронное излучение в ИЯФ СО АН СССР (библиографический указатель). Новосибирск, 1986.
- [2] Кусиков В. А., Мильвидский М. Г., Освенский В. Б. и др. // Аппаратура и методы рентгеновского анализа. Л.: Машиностроение, 1983. № 29. С. 64—71.
- [3] Кусиков В. А., Панченко В. Е., Шумский М. Г. Препринт ИЯФ СО АН СССР. № 80-203. Новосибирск, 1980.
- [4] Даченко Л. И., Скороход М. Я., Кисловский Е. Н. и др. // Изв. АН СССР. Неорган. материалы. 1984. Т. 20. № 11. С. 1814—1817.
- [5] Tuomi T., Naukkarinen K., Laurila E., Rabe P. // Acta Polytechnica Scandinavica. Physics Including Nucleonics Series. 1973. N 100. P. 2—8. Tuomi T., Naukkarinen K., Rabe P. // Phys. Stat. Sol. 1974. Vol. (a) 25. N 1. P. 93—106. Hart M. J. // Appl. Cryst. 1975. Vol. 8. N 4. P. 436—444.
- [6] Панченко В. Е., Ушаков В. А. // Завод. лаб. 1982. Т. 48. № 7. С. 44—47.
- [7] Куб И., Панченко В. Е., Поляркова М. // ЖТФ. 1987. Т. 57. Вып. 11. С. 2204—2211. Kub J., Panchenko V. E., Polcarová M. // Nucl. Instrum. and Methods. 1987. Vol. A261. N 1, 2. P. 233—239.
- [8] Васенков А. А., Кулипанов Г. Н., Литвинов Ю. М. и др. // Электрон. пром-сть. 1986. № 3 (151). С. 64—66.
- [9] Kulipanov G. N., Litvinov Yu. M., Mazurenko S. N. et al. // Nucl. Instrum. and Methods. 1987. Vol. A261. N 1, 2. P. 253—256.
- [10] Васенков А. А., Кулипанов Г. Н., Литвинов Ю. М. и др. // Письма в ЖТФ. 1985. Т. 11. Вып. 19. С. 1196—1200.
- [11] Васенков А. А., Кулипанов Г. Н., Литвинов Ю. М. и др. // Тез. докл. VI Всесоюз. конф. по росту кристаллов. Ереван, 1985. Т. 1. С. 22—23.
- [12] Kulipanov G. N., Litvinov Yu. M., Mazurenko S. N. et al. // Nucl. Instrum. and Methods. 1987. Vol. A261. N 1, 2. P. 257—259.
- [13] Tanner B. K. // Prog. Crystal Growth Charact. 1977. Vol. 1. N 1. P. 23—56. Tanner B. K., Midgley D., Safa M. J. // Appl. Cryst. 1977. Vol. 10. N 4. P. 281—286. MacCormack I. B., Tanner B. K. Preprint Daresbury Laboratory. N DL/SRF/P75 (Experimental). 1977. Stephenson J. D., Kelha V., Tilli M., Tuomi T. // Nucl. Instrum. and Methods. 1978. Vol. 152. N 1. P. 319—322. Militat J., Bowen D. K. // Le J. de Phys. 1979. Vol. 40. N 4. P. 389—401. Lang A. R., Makepeace A. P. W., Moore M., Machado W. G. // J. Appl. Cryst. 1983. Vol. 16. N 1. P. 113—125.
- [14] Pál E. K., Panchenko V. E., Farkas-Jahnke M. // Proc. of XII Hungarian Diffraction Conf. Sopron (Hungary), 1985. P. 45—46.
- [15] Коляденко С. Н., Панченко В. Е. Препринт ИЯФ СО АН СССР. № 80-189. Новосибирск. 1980.
- [16] Кулипанов Г. Н., Литвинов Ю. М., Мазуренко С. Н. и др. // Тез. докл. III Всесоюз. совещания «Когерентное взаимодействие излучения с веществом». М., 1985. С. 117—118.
- [17] Clark G. F., Panchenko V. E. // Nucl. Instrum. and Methods. 1987. Vol. A261. N 1, 2. P. 260—262.

- [18] *Karpenko V. A., Panchenko V. E., Soshchin N. P.* // Nucl. Instrum. and Methods. 1984. Vol. 224. N 1. P. 310—314.
- [19] *Fedotov M. G., Kuper E. A., Litvinenko V. N.* et al. // Nucl. Instrum. and Methods. 1983. Vol. 208. N 1—3. P. 427—433.
- [20] *Bigler E., Polack F.* // Appl. Opt. 1985. Vol. 24. N 7. P. 994—997.
- [21] *Batratkov A. M., Fedotov M. G., Kuper E. A.* et al. // Nucl. Instrum. and Methods. 1987. Vol. A261. N 1, 2. P. 246—248.
- [22] *Stern R. A., Liewer K., Janesick J. R.* // Rev. Sci. Instrum. 1983. Vol. 54. N 2. P. 198—205.
- [23] *Alegria M., Policarpo A. J. P. L.* // Nucl. Instrum. and Methods. 1981. Vol. 186. N 3. P. 593—597.
- [24] *Dabrowski A. J., Iwanczyk J. S., Barton J. B.* et al. // IEEE Trans. Nucl. Sci. 1981. Vol. 28. N 1. P. 537—540.
- [25] *Karpenko V. A., Khilchenko A. D., Lysenko A. P., Panchenko V. E.* // Nucl. Instrum. and Methods. 1987. N 1, 2. P. 249—252.

Институт ядерной физики  
СО АН СССР  
Новосибирск

Поступило в Редакцию  
10 августа 1987 г.  
В окончательной редакции  
7 сентября 1988 г.