

03,04,07

Методы рентгеновской дифракционной топографии (Обзор)

© В.В. Лидер

Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ „Кристаллография и фотоника“ РАН,
Москва, Россия

E-mail: vallider@yandex.ru

Поступил в Редакцию 8 октября 2020 г.

В окончательной редакции 8 октября 2020 г.

Принят к публикации 20 октября 2020 г.

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

Ключевые слова: рентгеновские лучи, дифракция, топография, дифракционный контраст.

DOI: 10.21883/FTT.2021.02.50461.212

Содержание

1. Введение
2. Формирование дифракционного контраста
3. Однокристалльные рентгенотопографические методы
 - 3.1 Метод Берга–Барретта
 - 3.2 Метод Ланга
 - 3.3 Секционная топография
 - 3.4 Метод рентгеновского муара
 - 3.5 Метод синхротронного белого пучка
 - 3.6 Метод стробоскопической топографии
4. Трехмерное изображение дефектной структуры
 - 4.1. Стереоскопическая топография
 - 4.2. Топо-томография
 - 4.3. Пошаговая секционная топография
5. Пространственное разрешение
6. Двухкристалльная рентгеновская топография
 - 6.1. Плосковолновая топография
 - 6.2. Картирование деформационных полей
 - 6.3. Визуализация кривой качания
7. Обработка дифрагированного пучка
 - 7.1. Ретикулография
 - 7.2. Трехкристалльная топография
8. Исследование структурных дефектов в монокристаллах
 - 8.1. Дислокации
 - 8.2. Дефекты упаковки
 - 8.3. Ростовые полосы
 - 8.4. Микродефекты
9. Заключение

1. Введение

Высокие технологии, используемые в науке и производстве, требуют создания новых, либо совершенствования (в частности, структурного) известных материалов. В обоих случаях необходимо иметь неразрушающие методы характеристики структуры и контроля качества

материалов, обладающие высокой чувствительностью к неоднородностям кристаллической решетки. Поскольку физические свойства кристаллов, используемых в науке и технике, напрямую зависят от степени их структурного совершенства, рентгеновские дифракционные методики, позволяющие исследовать их дефектность, могут оказаться незаменимыми. К таким методикам принадлежит рентгеновская топография.

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

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

где d — межплоскостное расстояние, λ — длина волны, θ — угол Брэгга, m — порядок отражения.

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

Преимущества рентгеновской топографии перед обычной оптической микроскопией — возможность изучать дефекты структуры непрозрачных для видимого света кристаллов, высокая чувствительность, позволяющая регистрировать малые относительные изменения межплоскостных расстояний (до 10^{-6}) и наклонов плоскостей (до 0.1 arcsec). Рентгеновская топография существенно уступает просвечивающей электронной микроскопии в разрешении, но является неразрушающим методом исследования и контроля, превосходит ее в отображении всего кристалла и применима для изучения структуры

относительно толстых кристаллов — толщиной от ~ 1 до 10 mm.

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

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

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

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

Цель настоящего обзора — попытка краткого описания всех современных методов рентгеновской дифракционной топографии.

2. Формирование дифракционного контраста

Проблема дифракционного контраста впервые возникла в рентгеновской топографии в связи с необходимостью расшифровки наблюдаемых изображений дефектов кристаллической структуры. Гомогенный образец (с идеальной кристаллической решеткой) дает на топограмме однородное распределение интенсивности. Модуляции интенсивности (топографический контраст) возникают из-за неоднородностей кристаллической решетки. Первые систематические представления о формировании изображения структурных дефектов на рентгеновских топограммах были даны Отье [18,19]. Следуя его классификации, изображение дефекта (например, дислокации) может состоять из трех частей дифракционного

контраста: прямого (кинематического), динамического и промежуточного.

Прямое изображение формируется самой нарушенной частью кристалла вблизи ядра дефекта, где распространяющееся волновое поле не успевает приспособиться к деформированной решетке, и изображение по своей природе является кинематическим. Оно формируется, когда угловая или спектральная расходимость первичного пучка больше, чем приемный угол идеального кристалла [16]. Только при этом условии имеет место дополнительное увеличение интенсивности по сравнению с пучком, дифрагированным на идеальной матрице. Прямое изображение, таким образом, дает повышенную интенсивность. При этом необходимо, чтобы эффективная разориентация деформированных областей вокруг структурного дефекта, такого как дислокация и включение, была больше, чем приемный угол Ω идеального кристалла ($\Omega = 2C|\chi_{hr}|/(\gamma_0/|\gamma_h|)^{1/2} \sin 2\theta$, χ_{hr} — реальная часть Фурье-компоненты поляризуемости кристалла, поляризационный множитель $C = 1$ для компонент волнового поля, поляризованных перпендикулярно плоскости рассеяния (σ -поляризация) и $C = \cos 2\theta$ для компонент, поляризованных в этой плоскости (π -поляризация), γ_0 , γ_h — косинусы углов между внутренней нормалью к поверхности и направлениями падающего и дифрагированного пучков соответственно) и не больше, чем угловая расходимость падающего пучка [16]. Эффективная разориентация $\delta\theta$ вокруг дефекта есть сумма компонентов наклона отражающих плоскостей в плоскости дифракции $\delta\varphi$ и изменения угла Брэгга θ из-за относительного изменения величины межплоскостного расстояния $\delta d/d$, и задается следующим уравнением

$$\delta\theta = -\tan\theta(\delta d/d) \pm \delta\varphi. \quad (2)$$

Предложенная модель образования прямого изображения дефектов хорошо согласуется с уже существующим экспериментальным материалом. Она, во-первых, показывает, что прямое изображение будет возникать только тогда, когда какая-либо локальная область выходит из отражающего положения. Поэтому становится понятно, почему слабые дефекты не дают прямого изображения [20]. Во-вторых, расходимость первичного пучка должна приводить к увеличению размеров прямого изображения в направлении вектора дифракции. Естественно, интенсивность и размеры прямого изображения должны увеличиваться при увеличении размеров источника, а также за счет немонохроматичности рентгеновского излучения [21].

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

В области дальнего поля дефекта градиенты деформаций невелики и волновое поле успевает подстраиваться под изменения решетки. Динамический контраст возникает в результате взаимодействия этого волнового поля с полем искажения дефекта из-за изменения направления распространения волнового поля, вызванного деформациями вокруг дефекта. Изменение направления распространения приводит к изменению поглощения волновых полей и к различию в интенсивности дифрагированной волны на выходе из кристалла. В случае уменьшения интенсивности дифрагированной волны возникает светлый контраст, который можно интерпретировать как „тень“ дефекта [18].

По мере приближения к ядру дислокации сильно возрастает градиент деформаций решетки, и на расстояниях $r < \Lambda$ (Λ — экстинкционная длина, $\Lambda = \lambda(|\gamma_0\gamma_h|)^{1/2}/C|\chi_{hr}|$) определяющим становится фазовый сдвиг, приобретаемый блоховской волной при рассеянии. Поэтому в этой области решающую роль начинают играть явления межветвевое рассеяния [19,22], когда блоховские волны, принадлежащие одному из листов дисперсионной поверхности, могут породить волны, соответствующие другому листу, и контраст будет определяться интерференцией „нового“ и „старого“ волновых полей. Промежуточное изображение возникает из-за интерференционных эффектов на поверхности выхода кристалла между созданными новыми волновыми полями, распространяющимися в кристалле за дефектом, и неискаженным исходным волновым полем, распространяющимся в идеальной области кристалла.

В геометрии прохождения реализация одного из трех типов изображения, которые могут наблюдаться, определяется условиями поглощения. Условия поглощения обычно определяются произведением линейного коэффициента поглощения μ и толщины кристалла t . Для топограмм, записанных в условиях слабого поглощения ($\mu t < 1$), в изображении дислокации преобладает прямой контраст. При условии промежуточного поглощения, когда $5 > \mu t > 1$, могут существовать все три вида контраста, в то время как для случаев сильного поглощения ($\mu t \gg 1$) доминирует динамический вклад (в этом случае известный как эффект Бормана) [1] (рис. 1).

Если кристаллы очень тонкие, прямые изображения не появляются даже при наличии дефектов. Пеннинг и Гоманс [23] предположили, что нижний предел толщины для наблюдения дефектов решетки составляет $1/3 \sim 1/6$ от экстинкционной глубины Λ . Таннер экспериментально показал [24], что доля расстояния экстинкционной длины, на котором происходит эта потеря изображения, не является постоянной, а зависит от отражения и варьируется от примерно 0.4 для отражений низкого порядка до примерно 0.15 для отражений высокого порядка.

Кристаллы, которые содержат несколько областей разных ориентаций, обнаруживают так называемый ориентационный контраст. Две соседние области кристалла, разделенные границей (например, границей блока),

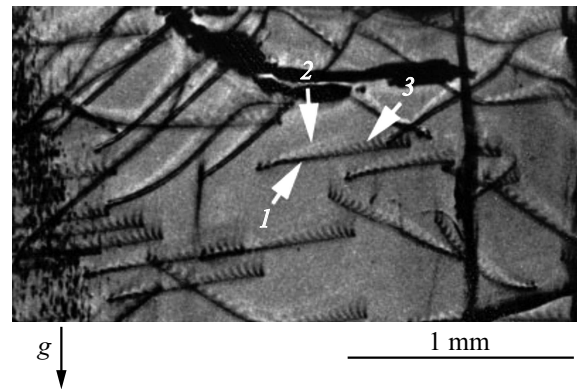


Рис. 1. Изображения дислокаций на топограмме, полученной от монокристалла AlN ($g = 10\bar{1}0$, $\lambda = 0.75\text{\AA}$) при условии промежуточного поглощения ($\mu t = 8$), показывающие прямое (1), динамическое (2) и промежуточное (3) изображения (g — вектор дифракции) [1].

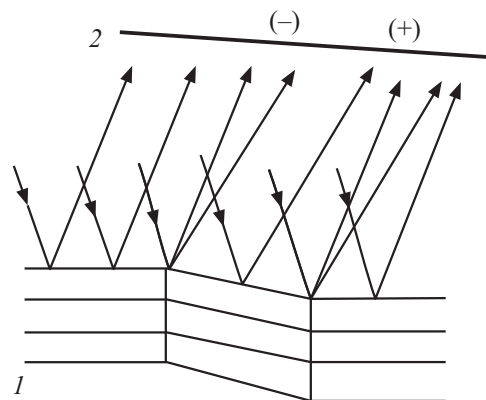


Рис. 2. Схема формирования ориентационного контраста на топограмме, полученной от блочного кристалла: 1 — кристалл, (–) — область уменьшенной интенсивности на фотопластинке 2 из-за расхождения РЛ, (+) — область увеличенной интенсивности из-за схождения РЛ и перекрытия изображений.

дают дифрагированные РЛ, смещенные в пространстве в разных направлениях, что приводит к перекрытию изображений, если РЛ сходятся, или к разделению изображений, если они расходятся (рис. 2). Анализ направления измеренных смещений изображений может определить ориентационные отношения между двумя областями кристалла, приводя, например, к определению законов двойникования. Ориентационный контраст наблюдается в кристаллах, содержащих области различной ориентации, такие как зерна, субзерна и двойники.

3. Однокристалльные рентгенотопографические методы

Основы рентгеновской дифракционной топографии впервые были сформулированы Бергом [25,26] и допол-

нены в работах Барретта и Рамачандрана [27,28]. Это создало предпосылки для появления множества рентгенооптических схем, реализованных в разнообразных методах рентгеновской топографии [29–36].

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

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

3.1. Метод Берга–Барретта

Это один из старейших методов рентгеновской топографии основан на геометрии Брэгга (отражение) [25–27]. Базовая экспериментальная установка (рис. 3, а) использует линейный источник рентгеновского излучения S . Исследуемый кристалл C устанавливается таким образом, что условия дифракции удовлетворяются для характеристической линии $K\alpha$ для одной из множества плоскостей Брэгга. Кристалл срезан так, что первичный пучок падает на кристалл под небольшим углом к поверхности образца, и дифрагированный пучок выходит почти нормально к поверхности образца. Фотопленка P может быть размещена очень близко к образцу. Ограничения этой техники включают в себя удвоение изображения из-за дублета $K\alpha$, а также значительную потерю пространственного разрешения при увеличении расстояния между образцом и фотопленкой. Эти ограничения могут быть преодолены путем соответствующих корректировок геометрии съемки [30]. Метод прост и использует недорогое оборудование [17].

Использование геометрии отражения позволяет осуществить визуализацию дефектов образца на глубине проникновения рентгеновского излучения, определяемой в случае идеального или дефектного кристалла глубиной экстинкции или поглощением РЛ соответственно.

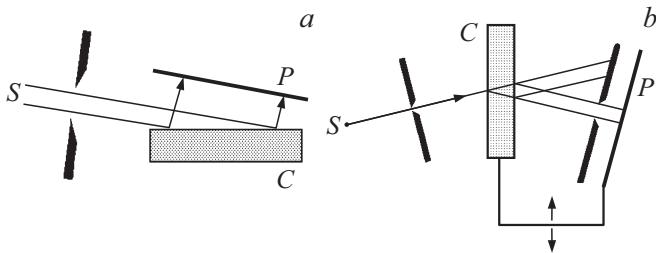


Рис. 3. Схемы методов Берга–Барретта (а) и Ланга (б) (S — источник излучения, C — кристаллический образец, P — фотопленка) [36].

При этом толщина информационного слоя T при съемке кристаллов с дефектами по методу обратного отражения оценивается по формуле [37]:

$$T = 2.3/\mu[\operatorname{cosec}(\theta + \varphi) + \operatorname{cosec}(\theta - \varphi)], \quad (3)$$

где φ — угол между отражающей плоскостью и поверхностью кристалла.

Метод Берга–Барретта успешно был использован для изучения структурных дефектов в различных кристаллах, например, взаимодействия дислокаций в цинке [38], оценке качества сильнопоглощающих кристаллов [39,40], исследования дефектов в многослойных эпитаксиальных силовых приборах на основе кремния [41]. Рентгеновская монохроматическая топография Берга–Барретта с использованием синхротронного излучения (СИ) явилась эффективным методом исследования дислокаций и дефектов упаковки в силовых устройствах на основе карбида кремния и их влияния на производительность этих устройств [42,43].

Модификация топографического метода Берга–Барретта, использующая косоасимметричную схему дифракции, может эффективно применяться для послойной визуализации структурных изменений в приповерхностных слоях кристалла. В этой схеме дифракции, получившей название „дифракция Брэгга–Лауэ“ [44,45], угол между отражающей и входной плоскостями φ несколько превышает значение угла Брэгга: $\varphi \geq \theta$. Такое положение кристалла, когда нормаль \mathbf{n} к входной поверхности и вектор дифракции \mathbf{g} лежат в плоскости дифракции, характерно при реализации условий крайне асимметричной схемы дифракции на прохождении по Лауэ. При повороте кристалла вокруг \mathbf{g} на некоторый угол α появляется возможность реализации дифракции на отражение (дифракции Брэгга). В этом случае вектор \mathbf{n} уже не лежит в плоскости дифракции и в процессе поворота вокруг вектора дифракции описывает конус с реализацией различных вариантов падения луча на входную поверхность кристалла. Предельный угол азимутального сканирования α_{LB} , при котором происходит переход от дифракции Лауэ к дифракции Брэгга, дается выражением [46]:

$$\cos \alpha_{LB} = \operatorname{tg} \theta \operatorname{ctg} \varphi. \quad (4)$$

Наибольший интерес для топографии представляют углы скольжения $\gamma_0 = \sin(\theta - \varphi)$ вблизи угла полного внешнего отражения γ_c ($\gamma_c \approx (2\delta)^{1/2}$, где δ — декремент коэффициента преломления РЛ [47]), т.е. когда падающий пучок почти скользит по поверхности образца. Тогда, во-первых, расширение волнового фронта дифрагированной волны по сравнению с фронтом падающей волны позволяет получать топограммы от тонких приповерхностных слоев монокристалла сравнительно большой площади. Во-вторых, согласно формуле (3), уменьшение угла скольжения приводит к уменьшению глубины проникновения РЛ в приповерхностные слои кристалла [48,49].

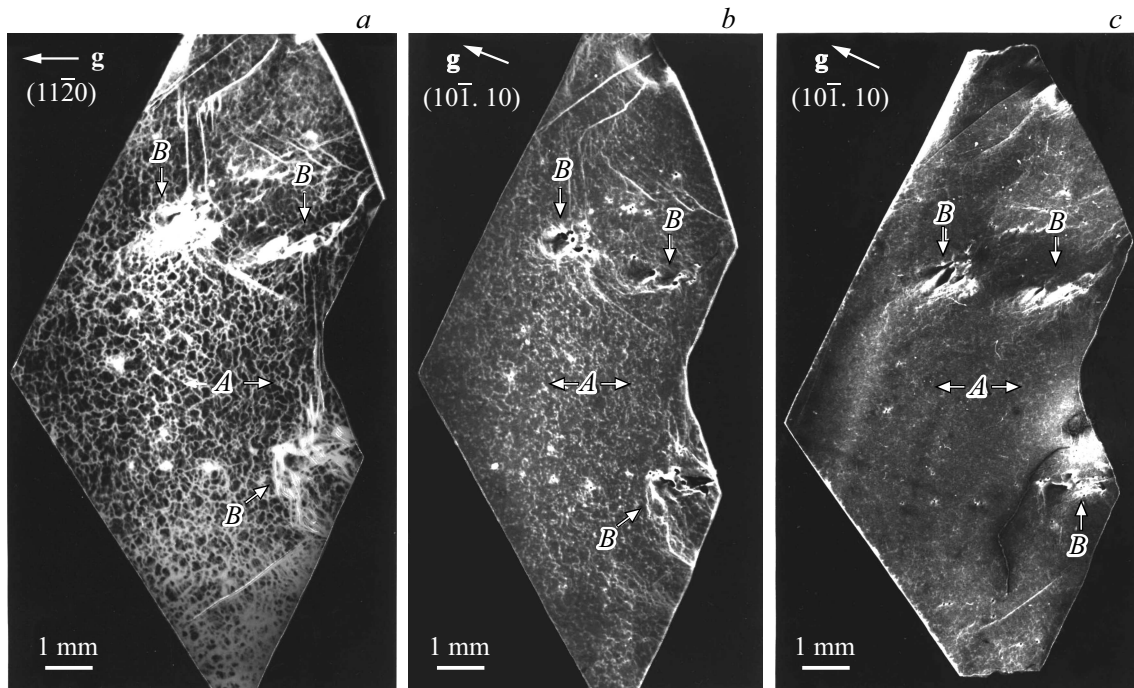


Рис. 4. *a*: Рентгеновская топограмма подложки SiC, полученная по методу Ланга (MoK α -излучение, рефлекс $(11\bar{2}0)$). Видны области с равномерным распределением базисных дислокаций (*A*) и с сильными локальными нарушениями (*B*); *b*: Рентгеновская топограмма подложки SiC, полученная в геометрии отражения по методу Берга–Барретта (CuK α -излучение, рефлекс $(10\bar{1}.10)$); *c*: Топограмма подложки SiC с эпитаксиальным слоем толщиной $\sim 5\ \mu\text{m}$, полученная по методу Берга–Барретта; дифракционные условия те же, что и для рис. 8, *b* [53].

3.2. Метод Ланга

Важные разработки в области рентгеновской топографии появились в 1957–1958 годах, когда Ланг предложил методику изображения дефектов в кристаллах [34–36].

Метод рентгеновской топографии Ланга является наиболее широко используемым лабораторным методом и основан на геометрии прохождения. Рис. 3, *b* показывает базовую экспериментальную установку, где источник рентгеновского излучения *S* коллимирован для разделения линий дублета $K\alpha$ (как правило, используется наиболее интенсивная линия $K\alpha_1$). Дифракционные плоскости образца *C* обычно почти перпендикулярны поверхности кристалла, а дифрагированный пучок проходит через вторую щель, которая блокирует прямой пучок. Кристалл и детектор *P* закрепляются на специальном устройстве, которое может возвратно-поступательно перемещать образец и детектор под рентгеновским пучком, не нарушая условия Брэгга.

Метод Ланга особенно эффективен при изучении структурных дефектов в слабопоглощающих РЛ кристаллах. Он получил широкое распространение при характеристике реальной структуры монокристаллических пластин кремния, используемых в электронной промышленности для производства полупроводниковых микросхем (например, [41,50–52]). Дефекты в полупроводниковых кристаллах сильно влияют на характери-

стики электронных приборов, и поэтому было важно знать, какие дефекты содержатся в используемых образцах, каковы их концентрация и пространственное расположение. Методы Ланга и Берга–Барретта могут успешно дополнять друг-друга, поскольку первый позволяет выявить и анализировать дефекты во всем объеме исследуемого кристалла, а второй метод позволяет получать дифракционное изображение дефектов, содержащихся в его приповерхностном слое. Например, в работе [53] этими топографическими методами изучались структурные дефекты в подложках SiC и их влияние на рост эпитаксиальных слоев. На топограммах, полученных методом Ланга от подложек SiC (рис. 4, *a*) видна ячеистая структура, обусловленная упорядоченным распределением дислокаций.

На изображениях исследуемых подложек можно выделить обширные участки *A* с достаточно равномерным распределением базисных дислокаций с плотностью $10^5\ \text{cm}^{-2}$) и области *B* с достаточно сильными нарушениями, которые выявляются в виде сплошных светлых пятен без признаков тонкой структуры. Поскольку авторов интересовали дефекты в приповерхностном слое с точки зрения их влияния на эпитаксиальный рост, были получены топограммы в геометрии отражения (метод Берга–Барретта) с того же участка кристалла, что и на рис. 4, *a*, на которой из ячеистой структуры видны отдельные дислокации, а точнее их участки, выходящие

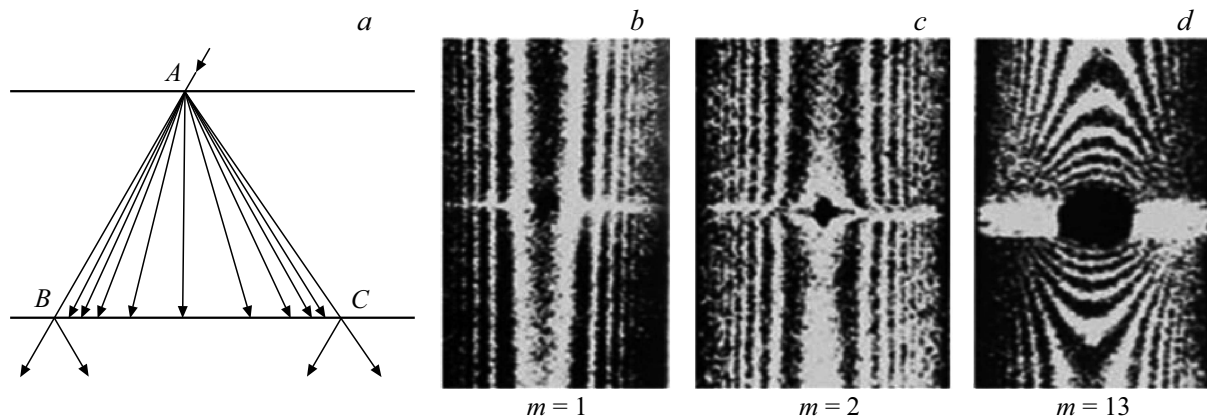


Рис. 5. Распределение энергии в треугольнике Бормана (ABC) при симметричной лауэвской дифракции сферической волны (a). Секционные топограммы винтовой дислокации, расположенной в плоскости дифракции параллельно вектору дифракции с разными значениями дифракционной мощности $m = (\mathbf{g} \cdot \mathbf{b})/2\pi$ упругого поля искажений, толщина кристалла $t = 410 \mu\text{m}$, рефлекс (220) , излучение $\text{MoK}\alpha_1$ (b, c, d) [13].

на поверхность (рис. 4, b). На рис. 4, c представлена топограмма, полученная методом Берга–Баррета после наращивания эпитаксиального слоя толщиной $\sim 5 \mu\text{m}$. Можно отметить, что плотность дислокаций на изображении существенно уменьшается. Поскольку базисные дислокации не прорастают, на топограмме отчетливо выявляются наклонные дислокации. Что же касается областей с более сильными и неоднородными искажениями в подложке, то они в основном наследуются эпитаксиальным слоем.

Рентгеновская топография Ланга, основанная на эффекте аномального прохождения (эффекте Бормана [54]), позволила наблюдать весьма тонкие детали строения реальной структуры сильнопоглощающих РЛ и объемных („толстых“) кристаллах. В частности, она успешно использовалась для изучения дефектов в кристаллах GaSb [55] и ZnGeP_2 [56,57].

Метод проекционных топограмм можно модифицировать так, чтобы записывались изображения только от дефектов, лежащих в выбранном диапазоне глубины кристаллического образца. Для этого непосредственно перед фотопленкой следует поместить дополнительную щель, пропускающую РЛ, дифрагированные с определенной глубины образца [58]. Этот метод „ограниченных проекционных топограмм“ позволяет изучать внутренние дефекты, устраняя изображения поврежденных поверхности. Он также может быть применен при изучении дефектов чуть ниже поверхности кристалла. Например, ограниченная проекционная топография может быть использована для улучшения видимости дефектов в зоне эпитаксиального слоя [59].

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

3.3. Секционная топография

Наиболее известен и распространен секционный метод Ланга [60]. В этом методе первичный узкий пучок РЛ формируется щелями или специальным кристаллическим коллиматором [61]. Ширина щели a не должна быть больше длины экстинкции ($a < \Lambda$, например, в случае излучения $\text{CuK}\alpha_1$ и отражения (220) для Si $a = 10 \mu\text{m}$). В этих условиях дифракция осуществляется в приближении сферической волны [62].

Не в пример проекционным топограммам (или топограммам сканирования), на секционных топограммах плоскопараллельных пластин наблюдаются интерференционные полосы равной толщины (точнее, полосы равного пути РЛ в кристалле). Они возникают вследствие динамической интерференции между волнами, распространяющимися внутри так называемого треугольника Бормана, образованного направлениями падающего и дифрагированного лучей (треугольник ABC на рис. 5, a). В то время как плоская волна возбуждает в кристалле две блоховские волны на противоположных ветвях дисперсионной поверхности, сферическая волна возбуждает всю дисперсионную поверхность, и волновые поля распространяются во всех направлениях внутри треугольника Бормана. Так как они когерентны, то сохраняют свою относительную фазу и поэтому в результате интерференции на секционной топограмме совершенного плоскопараллельного кристалла можно наблюдать серию маятниковых полос (полос равной толщины). Их плотность мала в центре секционной топограммы, и увеличивается к ее краям [63]. С увеличением поглощения контраст полос ослабевает, так как только слабопоглощающееся волновое поле достигает поверхности выхода [17]. В случае очень громоздких образцов (толщиной в несколько сантиметров), секционная топография является простым способом избежать проекции огромного объема кристалла на детектор, и

полезна, если кристаллическое качество исследуемого образца не очень высокое [64].

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

Анализ секционных топограмм позволил выяснить, как формируется дифракционное изображение дефекта и какую количественную информацию можно извлекать из структуры дифракционного изображения [65–67].

Полосы равной толщины чувствительны к кристаллическим искажениям (рис. 5, *b, c, d*). Их деградация является одним из первых признаков дефектности кристалла, а их наличие свидетельствует о высоком качестве кристалла [68,69]. Теоретически показано, что расстояние между линиями равной толщины уменьшается в присутствии постоянного градиента деформации [68].

Качество экспериментальной настройки, особенно ширина и параллельность сторон входной щели камеры, становятся очень важными, и эти параметры должны быть приняты во внимание во всех теоретических и экспериментальных исследованиях. Чем уже щель, тем больше количество наблюдаемых интерференционных полос [70].

Секционная топография в геометрии Брэгга применяется значительно реже [71], но заслуживает внимания из-за своих особенностей и возможностей. Для нее также характерны интерференционные маятниковые полосы, однако в совершенном кристалле они выражены слабо [72,73]. В геометрии на отражение экспериментальное наблюдение маятниковых полос затруднено из-за быстрого уменьшения их интенсивности с ростом номера полосы [72] и не нашло практического применения. Здесь нужно учесть фон, который присутствует на всех рентгеновских снимках и резко снижает контраст полос. Другой тип интерференционных полос в геометрии на отражение — это интерференционные деформационные полосы. Интерпретация их появления была впервые дана в терминах геометрической оптики в работе [74]. Они чувствительны к локальному изгибу кристалла, что проявляется в изменении их периодичности и формы. Ланг и Май Чжэнь Хун [73] впервые продемонстрировали системы маятниковых полос при брэгговской дифракции поляризованной сферической волны на совершенном кристалле алмаза.

3.4. Метод рентгеновского муара

В 1965 г. впервые была показана возможность получения рентгеновского муара при дифракции РЛ на бикристалле в случае, когда его составляющие незначительно отличаются величинами межплоскостных расстояний или ориентацией, на примере полупроводниковой гетероструктуры [75] (в первом случае) и кристалла кварца,

разделенного искусственно созданной трещиной [76] (во втором случае).

Муар возникает в виде линейной периодической картины с периодом, существенно большим каждого из периодов двух структур [77,78]. Если структуры состоят из системы равноудаленных плоскостей, параллельных друг другу, с несколько различающимися межплоскостными расстояниями d_1 и d_2 , то возникает муаровый узор с периодом

$$\Lambda_x = d_1 d_2 / |d_1 - d_2|, \quad (5)$$

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

$$\Lambda_y = d / \varepsilon, \quad (6)$$

называемый ротационным муаром [79].

Из формул (5), (6) следует, что полосы дилатационного муара параллельны направлению отражающих плоскостей, а ротационного муара — перпендикулярны ему. Из формулы (5) также следует, что картины дилатационного муара позволяют определять изменение межплоскостного расстояния с точностью не хуже, чем 10^{-7} .

Кроме рассмотренных типов муара существует так называемый трансляционный муар: при перемещении друг относительно друга структур с $d_1 = d_2 = d$ и $\varepsilon = 0$ в направлении, нормальном их плоскостям, возможно зафиксировать периодическое (синусоидальное с периодом, равным d) изменение интенсивности прошедшего излучения [79].

Рассмотрим кристалл, разделенный на два плоскопараллельных блока 1 и 2 (рис. 6, *a*) границей (дефектом упаковки, трещиной) или недифрагирующим зазором (воздушным или заполненным инородным материалом). При падении на него первичной сферической рентгеновской волны с узким фронтом точно под углом Брэгга к отражающей плоскости, след которой представлен отрезком DB , на выходе блока 1 образуются две волны — прошедшая и дифрагированная. Суперпозиция этих двух когерентных волн формирует поле стоячей волны с периодом d не только в блоке 1 (треугольник ACD), но и вне его (треугольник ABC). В блоке 2 „решетка“ стоячей волны, состоящая из пучностей и узлов, накладывается на его кристаллическую решетку. В результате на выходе кристалла могут наблюдаться две муаровые картины: светлополюсная (в прошедшем пучке O) и темнопольная (в дифрагированном пучке H) [79].

В работе [81] для исследования дислокационной структуры природного кварца Ланг использовал „реперный“ совершенный кварцевый кристалл, наложенный на исследуемый так, что оба одновременно находились в отражающем положении (авторами [82] описан упрощенный способ прецизионной взаимной юстировки пары кристаллов). Вектор Бюргера дислокации \mathbf{b} может быть определен по формуле $N = \mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$, где \mathbf{g} — вектор дифракции, N — количество дополнительных полос

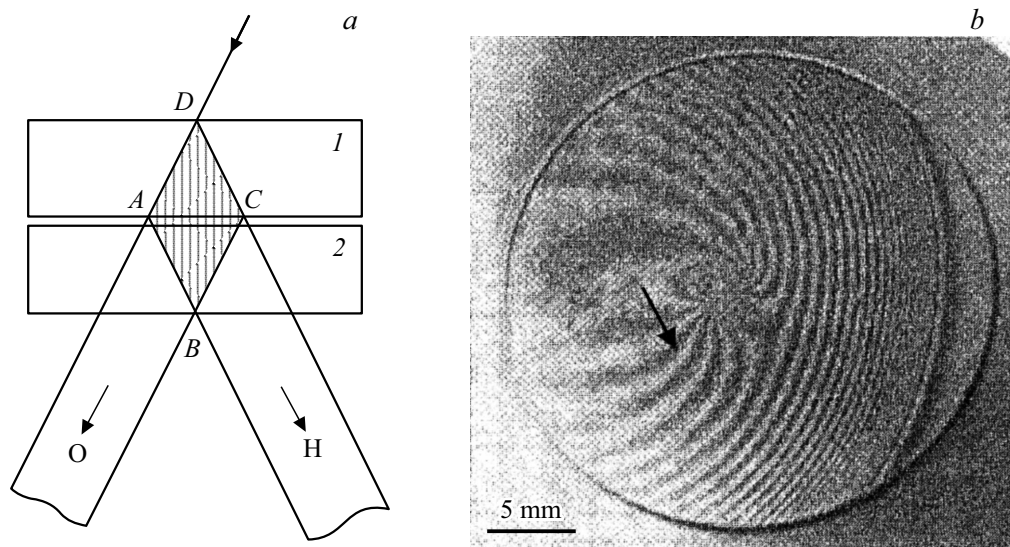


Рис. 6. Схема формирования картины рентгенового муара для случая бикристалла (*a*); интерференционная картина, полученная от имплантированного ионами N^{+} кристалла кремния в геометрии Лауэ, рефлекс (111), излучение $MoK\alpha_1$ [80], стрелкой показано направление вектора дифракции (*b*) (см. текст).

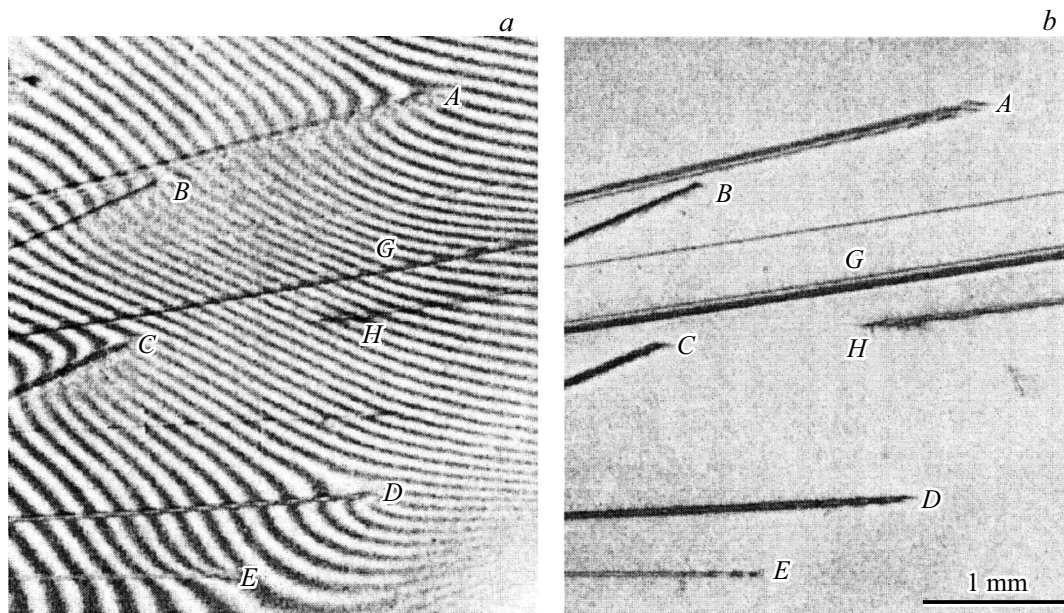


Рис. 7. Картина муара, полученная от бикристалла, образованного дислокационным и совершенным кристаллами природного кварца (*a*); рентгеновская проекционная топография дислокационного кварца (*b*). Рефлекс $(10\bar{1}1)$, излучение $MoK\alpha$ [81] (см. текст).

муара, наблюдаемых в точках *A*, *B*, *C*, *D* и *E*, обозначающих выходы дислокаций на поверхность кристалла (рис. 7). Из рассмотрения рис. 7, *a* следует, что для пары дислокаций *A* и *B* $N = 2$ и $N = 4$, а для дислокаций *C*, *D* и *E* векторное произведение $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$ равно 6, 3 и 4 соответственно.

Удержание двух кристаллов в „физическом контакте“ для получения картин муара возможно, например, с помощью бомбардировки поверхности кристалла иона-

ми высокой энергии. Полученный таким образом бикристалл состоит из комбинации идеального объемного кристалла и идеального кристаллического слоя. Оба кристалла разделены недифрагирующей зоной повреждения, которая может быть полностью аморфной и линзовидной [80,83–85].

В работах [84,85] был предложен метод количественного анализа муаровых полос, который позволил определить тензор деформации приповерхностного слоя крем-

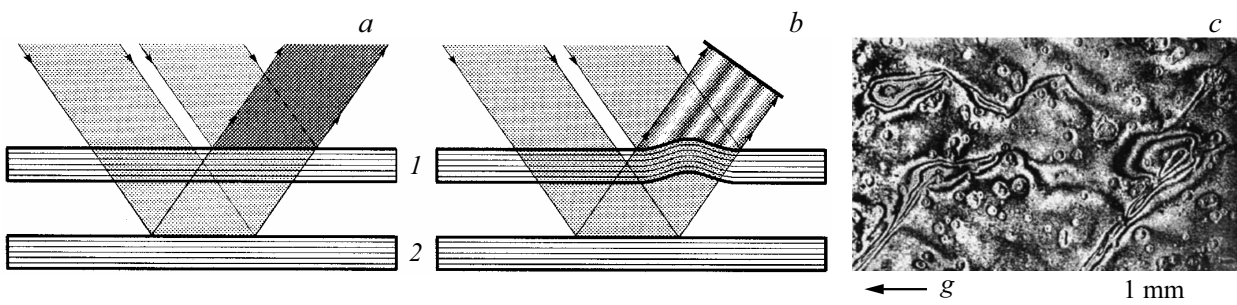


Рис. 8. Схема образования трансляционных полос в рентгеновском интерферометре с недеформированной эпитаксиальной пленкой (*a*) и изогнутым участком эпитаксиальной пленки (*b*) (*1* — пленка, *2* — подложка); участок рентгеновской интерференционной топограммы на отражение гетеросистемы эпитаксиальный Si/пористый Si/Si (001) (асимметричный рефлекс (224), излучение $\text{CuK}\alpha_1$) (*c*) [88].

ния, подвергнутого имплантацией ионами кислорода с последующим отжигом. Для этого была получена серия проекционных топограмм исследуемого образца с использованием симметричных и асимметричных линейно-независимых лауэвских [84] или брэгговских [85] рефлексов.

Эпитаксиальная система ведет себя как рентгеновский пленочный интерферометр. Идеальная структура и близкие параметры решетки должны быть характеристиками кристаллических слоев. В результате их брэгговские пики находятся в близких угловых положениях, которые позволяют дифракции рентгеновских волн наблюдаться одновременно для обоих кристаллов (рис. 8, *a*). Качество структуры недифрагирующего промежуточного слоя не имеет значения, но имеет значение однородность его толщины, поскольку ею определяется интенсивность интерференции РЛ, дифрагированных на блоках *1* и *2* (рис. 8, *a*). При неоднородной толщине промежуточного слоя возникают трансляционные полосы (рис. 8, *b*). Трансляционные полосы экспериментально наблюдались, например, при дифракции РЛ на кремнии, имплантированном высокоэнергетичными α -частицами [86], а также на гетеросистемах: GaAlAs/GaAs [87], эпитаксиальный кремний/пористый кремний/кремний [88] и Si/Ge_xSi_{1-x}/Si [89]. Например, присутствие трансляционных полос на топограмме гетеросистемы „эпитаксиальный Si/пористый Si/Si (001)“, исследованной авторами работы [88], обусловлено изгибом кристаллографических плоскостей пленки из-за локальных изменений толщины пористого слоя (рис. 8, *c*).

На рис. 6, *b* показана проекционная топограмма кристалла кремния, демонстрирующая „переход“ трансляционных полос (правая часть топограммы), возникших из-за образовавшейся в результате имплантации ионами N⁺ линзовидной аморфной области, в полосы муара (левая часть топограммы), возникшие благодаря деформационным полям включения второй фазы [80]. На топограмме вектор дифракции (обозначен стрелкой) перпендикулярен полосам муара, что указывает на дилатационный характер деформации.

В общем случае интерференционная картина при дифракции РЛ на бикристалле может иметь сложную структуру, не всегда поддающуюся быстрой и однозначной расшифровке [90, 91].

3.5. Метод белого пучка синхротронного излучения

Основная схема для этой техники проста. Она похожа на методику, использованную в 1912 году для первого рентгенографического дифракционного эксперимента (метод Лауэ, широко используемый, например, для структурного анализа или ориентации кристалла), но главное отличие в том, что здесь используются непрерывность спектра синхротронного излучения (СИ), большое поперечное сечение пучка с малой угловой расходимостью, что позволяет проводить на синхротроне уникальные исследования структурного совершенства кристаллов, в частности получать своеобразные лауэграммы, каждое пятно которых является топограммой кристалла [92]. Уравнение Брэгга всегда и автоматически выполняется в случае полихроматического („белого“) рентгеновского пучка: независимо от угла, под которым пучок падает на конкретную систему отражающих плоскостей решетки, всегда существует длина волны в спектре СИ, для которой условие Брэгга выполняется именно под этим углом. Поэтому топография с использованием белого пучка является очень простой и быстрой техникой. Таким образом, можно получать одновременно целый набор топограмм, соответствующих отражениям от плоскостей с различными индексами Миллера (*hkl*). Действительно, если дифрагированные РЛ регистрируются на детекторе, каждое дифракционное пятно на результирующей картине Лауэ будет представлять карту рассеивающей способности определенного набора отражающих плоскостей в зависимости от их положения в кристалле. Другими словами, каждое дифракционное пятно будет рентгеновской топограммой (рис. 9).

Множество изображений регистрируется одновременно, что приводит к значительному повышению скорости

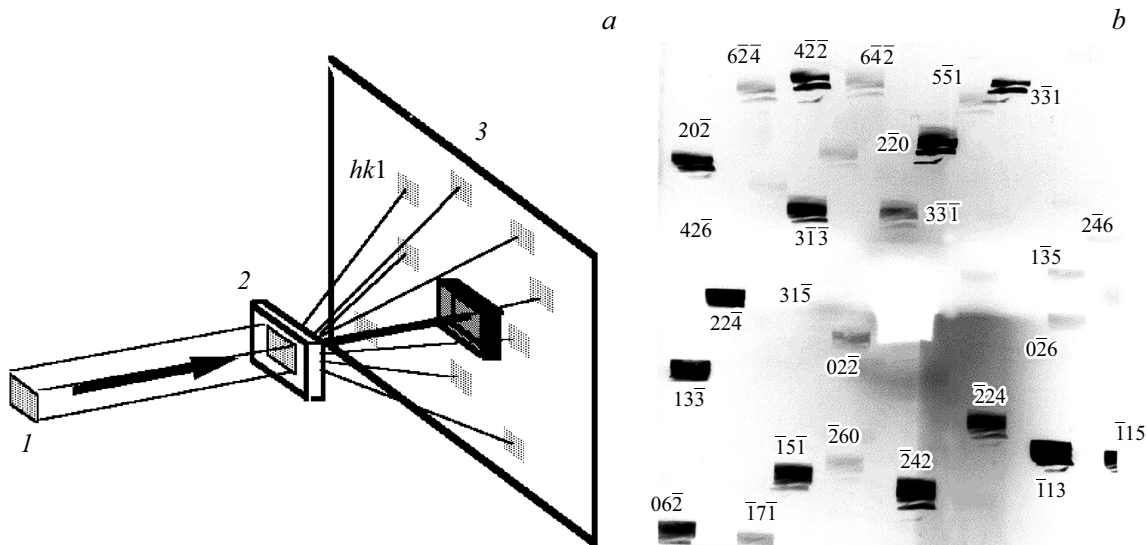


Рис. 9. Схема метода белого пучка СИ: 1 — пучок СИ, 2 — образец, 3 — фотопленка (в ее центре расположена заглушка прямого пучка) (а); пятна Лауэ, полученные от блочного кристалла кремния, проиндексированные с помощью программного обеспечения LauePT [94] (b) [95].

сбора данных. Наличие нескольких изображений также позволяет характеризацию полей деформации, присутствующих в кристалле. Точно так же локальная разориентация решетки образца может быть охарактеризована анализом астеризма нескольких пятен Лауэ. Для тех кристаллов, которые содержат несколько областей с отчетливо различными ориентациями, легко наблюдается ориентационный контраст, благодаря чему эти области кристалла, разделенные границей (например, границей двойника или границей между блоками) порождают дифракционные изображения, смещенные относительно друг друга (рис. 6, b). Анализ направления этих смещений может установить ориентационные отношения между соседними областями кристалла.

Возможность получения хорошего отношения „сигнал/шум“, связанное с высокой интенсивностью СИ, открывает возможность *in situ* топографии. Таким образом, становится возможным проводить действительно динамические, времяразрешающие исследования кристаллов, подвергнутых каким-либо внешним воздействиям [93].

Механизмы формирования контраста, работающие в топографии белого пучка, во многом схожи с теми, которые типичны для топографии Ланга, с некоторыми примечательными тонкими различиями [96]. Было продемонстрировано, что многие из этих различий объясняются большой разницей в расстоянии между образцом и детектором для этих двух методов (десятки сантиметров для топографии в белом пучке СИ и ~ 1 см для метода Ланга [97]). Также некоторые отличия связаны с „загрязнением“ изображений высокими гармониками (наличие нескольких порядков дифракции в одном дифракционном пятне) в топографии белого пучка СИ, потенциально ведущим к ситуации, когда топографическое изображение формирует несколько контрастных

механизмов [1]. Недостатки топографии белого пучка СИ, такие как интенсивный фон флуоресценции, тепловая деформация и радиационные повреждения, можно исключить, фильтруя пучок СИ с помощью осциллирующего идеального кристаллического монохроматора [98]. При этом сохраняется преимущество метода белого пучка, а именно возможность получения изображения кристаллов низкого качества. Контраст изображения даже улучшается благодаря подавлению высоких гармоник.

Синхротронные рентгеновские топограммы в белом пучке СИ, сделанные в режиме обратного отражения (геометрия Брэгга) являются мощным инструментом в исследовании дефектов, лежащих у поверхности кристалла, а также подложек и структур, нанесенных на них [99]. РЛ проникают в кристалл только на ограниченную глубину, различную для разных рефлексов, и для целей неразрушающего послойного анализа структурных дефектов в приповерхностных слоях образца часто используется метод белого пучка СИ в геометрии скользящего падения [100,101].

3.6. Метод стробоскопической топографии

Временная структура синхротронного излучения позволяет отображать распространяющиеся акустические поверхностные волны (ПАВ) в пьезоэлектрических кристаллах, имеющие частоту, кратную частоте синхротрона. Таким образом, одна выбранная фаза синусоидально изменяющегося движения является „замороженным во времени“ изображением деформаций, связанных с распространяющимися волновыми фронтами [103–107]. Поэтому стробоскопическая топография открывает путь для неразрушающей характеристики фоновой взаимо-

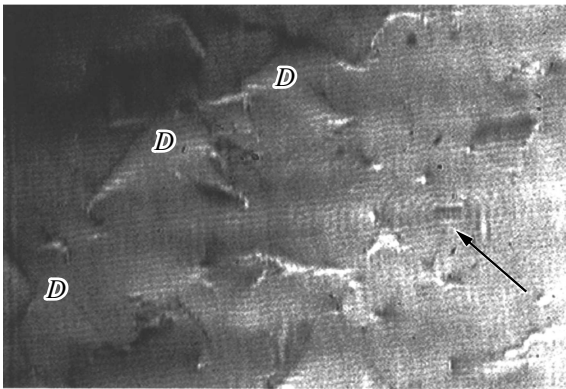


Рис. 10. Рентгеновская топография кристалла LiNbO_3 при возбуждении ПАВ. Фрагмент изображения поверхности кристалла площадью $0.6 \times 0.9 \text{ mm}^2$. Дислокации обозначены буквой D . Стрелкой указано местоположение источника рассеянных сферических волн [107].

действия с протяженными дефектами в непьезоэлектрических и слабо пьезоэлектрических кристаллах.

Рентгеновские стробоскопические топограммы показали слабое искажение волнового фронта ПАВ из-за рассеяния на дислокациях. Вторичные сферические волны наблюдались в результате сильного взаимодействия акустической волны с возмущениями субмикронной плотности (рис. 10) [103,107].

В работе [104] было показано, что большая часть контраста ПАВ обусловлена ориентационным контрастом изогнутых плоскостей. Максимумы интенсивности соответствуют впадинам акустической волны, минимумы — гребням. В то же время выпуклые и вогнутые части рельефа по-разному рассеивают РЛ: вогнутые фокусируют, а выпуклые расфокусируют [105,108]. Разные детали рельефа будут иметь резкое изображение при разных расстояниях фотопластинки от поверхности кристалла как за счет эффекта фокусировки, так и за счет эффекта Тальбота при использовании когерентного излучения СИ [106].

4. Трехмерное изображение дефектной структуры

4.1. Стереоскопическая топография

Прямые наблюдения распределения дефектов по глубине образца с использованием неразрушающих методов являются ценным инструментом в изучении микроскопических свойств напряженно-деформационного состояния кристаллического материала. Глубину залегания дефекта (например, дислокации) ниже поверхности образца можно определить по рентгенотопографическим стереопарам, полученным одним из двух методов: первым, предложенным Лангом [35,36,109], и вторым, предложенным Харутой [110]. Ланг предложил использо-

вать пару топограмм в отражениях (hkl) и $(\bar{h}\bar{k}\bar{l})$, что обеспечивает угол стереобзора 2θ . Используя тот же набор отражающих плоскостей, но обеспечивая угол между топограммами, вращая образец вокруг нормали к отражающим плоскостям, с помощью метода Харуты можно получить пару асимметричных стереопар с регулируемым стереоуглом. Метод Харуты может быть использован как в топографии Ланга, так и в методе Бормана [111,112].

В работе [113] показано, что большое количество рентгеновских топограмм, полученных методом белого пучка СИ, образуют стереопары. Метод применим в геометрии отражения и в геометрии прохождения, причем нет необходимости во вращении образца. Авторы работы считают, что этот мульти-стереоскопический метод визуализации является новой перспективной техникой изучения распределения дефектов в объеме кристалла.

4.2. Топо-томография

В последнее время широкое развитие получила так называемая топо-томография. Метод отличается достаточно высоким пространственным разрешением, что позволяет проводить анализ структуры даже индивидуальных дислокаций внутри слабо поглощающих монокристаллов [114–117].

В процессе эксперимента ось вращения исследуемого кристаллического образца должна быть строго параллельной выбранному вектору дифракции \mathbf{g} одной из отражающих плоскостей (рис. 11). При пошаговом вращении кристаллического образца 2 на детекторе 3 фиксируются соответствующие брэгговские отражения (топограммы). Подобно известным томографическим методам пространственное расположение дефектов внутри кристалла восстанавливается по набору двумерных проекционных изображений, сформированных дифракционными отражениями в геометрии Лауэ при разных углах поворота образца, для которых можно применить те же алгоритмы реконструкции, что и в случае традиционной томографии [118–120].

Топо-томографические методы в основном применяются на синхротронных источниках. Между тем с

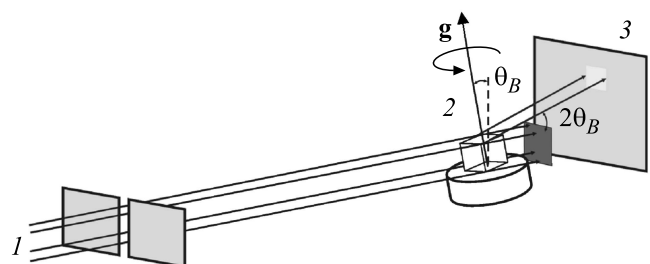


Рис. 11. Схема экспериментальной топо-томографической установки: 1 — рентгеновский пучок, 2 — исследуемый образец, 3 — двухкоординатный детектор, θ_B — угол Брэгга, \mathbf{g} — вектор дифракции.

практической точки зрения весьма важным является их адаптация для лабораторных источников рентгеновского излучения. Авторы работ [121,122] доказали возможность определения пространственного расположения дислокаций методом топтомографии на лабораторной установке (рис. 11).

4.3. Пошаговая секционная топография

Еще одна возможность трехмерной реконструкции распределения дефектов в кристалле — секционная топография пошагового сканирования, в которой осуществляется сбор полной „стопки“ секционных топограмм, охватывающих весь объем кристалла. Техника позволяет получать трехмерные изображения, но не включает вращение образца вокруг вектора дифракции, требующее автоматической коррекции угла Брэгга; вместо этого используется перемещение образца через узкий падающий пучок в направлении, близком к вектору дифракции с шагом, равным ширине пучка [123]. Перемещение выполняется с использованием одного и того же брэгговского отражения, в результате чего получается стек секционных топограмм, содержащий трехмерную информацию.

Реконструкция сложенных топографических срезов на основе прямых изображений выявляет трехмерные конфигурации дефектов. Трехмерные изображения реконструируются с использованием доступного программного обеспечения для обработки изображений (например, [124,125]).

5. Пространственное разрешение

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

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

1) Дифракционное уширение описывается динамической теорией рассеяния РЛ и для проекционной топографии пропорционально экстинкционной длине [126]. Таким образом, сильные отражения низкого дифракционного порядка и жесткое рентгеновское излучение особенно хорошо подходят для топографической визуализации. Они позволяют получать узкие, хорошо разрешенные изображения дефектов. В более неблагоприятных случаях (слабые отражения высокого порядка, более низкие энергии фотонов) изображения становятся широкими, диффузными и при высокой плотности дефектов перекрываются.

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

быть записано как

$$R = SD/L, \quad (7)$$

где: S — размер источника РЛ в направлении, перпендикулярном к плоскости дифракции, L — расстояние от источника до образца.

Так как пространственное разрешение пропорционально расстоянию между кристаллом и детектором, это расстояние должно быть сведено к минимуму. Расстояние между образцом и фотопленкой обычно выбирается таким, чтобы получить пространственное разрешение, которое лимитируется размером зерна фотоэмульсии ($\sim 1 \mu\text{m}$). Только на синхротроне, с его малым S и (очень) большим расстоянием L , наконец-то можно было получить более высокие значения R , что обеспечило гораздо большую гибкость в топографических экспериментах.

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

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

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

Главный недостаток фотографических методов регистрации рентгеновского изображения — это, с одной стороны, длительное время эксперимента, а с другой — сложный и длительный процесс обработки фотоэмульсии [127]. Кроме этого, в случае, когда зернистость „забивает“ контраст, вызванный микродефектами, размер которых сопоставим или меньше размера зерна, или

искажает контраст, возникающий от других типов дефектов, требуется цифровая обработка топограммы [128]. Более того, для уменьшения размытия изображения дефектов фотопластинку с толстым эмульсионным слоем следует устанавливать нормально к дифрагированному пучку РЛ, что может войти в противоречие с рекомендацией минимизировать расстояние „образец–фотопластинка“.

Одним из вариантов преодоления перечисленных ограничений является использование цифровых детекторов высокого разрешения, которые условно можно разделить на прямые и непрямые (косвенные). В прямом методе формирования изображения чувствительная к рентгеновскому излучению трубка видикона непосредственно преобразует рентгеновскую топографию в зарядовую электронную модель, которая считывается сканирующим электронным лучом и отображается в виде видимого изображения на телевизионном мониторе. Чикава и др. [129,130] разработали технику „живой“ топографии, которая использовалась для исследования быстро протекающих процессов [131]. Как правило, прямые детекторы предлагают более высокую эффективность, но имеют худший динамический диапазон и разрешение по сравнению с косвенными системами визуализации.

В косвенном методе визуализации рентгеновское изображение сначала преобразуется в изображение с помощью флуоресцентного экрана, затем это изображение с помощью оптики видимого света передается на ПЗС-камеру [132]. Основные преимущества ПЗС-камеры в том, что она показывает отличную линейность, стабильность и большой динамический диапазон, работает в режиме реального времени и изображения считываются в течение нескольких миллисекунд после экспозиции. Но ПЗС-камеры ограничены малой скоростью считывания. КМОП-детекторы (CMOS) [133] предпочтительнее для приложений, где требуется более быстрое получение изображения, хотя они имеют недостатки, такие как низкая эффективность и более высокий уровень шума. Скорость сбора данных непрямых детекторных систем может быть увеличена до $> 10^4$ изображений/с, когда вместо ПЗС используются камеры КМОП [134].

Одним из основных элементов косвенных детекторов является сцинтиллятор. В зависимости от энергии рентгеновского излучения кристалл сцинтиллятора должен выбираться с максимальным поглощением для минимального времени экспозиции. Требуемое пространственное разрешение определяет максимальную толщину активного слоя тонкого пленочного сцинтиллятора. Для умеренных разрешений $R \geq 5 \mu\text{m}$ в сочетании с оптическим микроскопом часто используются кристаллы CWO (CdWO_4) и LYSO:Ce (легированный Ce $(\text{Lu}, \text{Y})_2\text{SiO}_5$), а также LuAG:Ce (легированный Ce $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$). Для высокого пространственного разрешения (от 2 до $< 5 \mu\text{m}$) подходят кристаллы BGO ($\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$) и CWO, утоненные до толщины $40 \mu\text{m}$ и наклеенные на подложку YAG ($\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$) [135–137].

Разрешение лучше $2 \mu\text{m}$ достигается с помощью тонких кристаллов LuAG:Eu (толщиной 5, 10 и $25 \mu\text{m}$), выращенных на нелегированных подложках YAG в сочетании с оптическим микроскопом [138]. Предварительные эксперименты с новыми кристаллами LSO:Tb (легированный Tb Lu_2SiO_5) показали их уникальную эффективность [139].

Цифровые датчики, безусловно, полезны и даже незаменимы в локальных и динамических наблюдениях. Однако в цифровых датчиках трудно достичь и широкого поля зрения (около 10cm^2), и высокого разрешения при оценке степени совершенства кристалла большого размера. С точки зрения обзора большой площади с высоким разрешением, у нецифровых медиа есть преимущество перед цифровыми датчиками [140].

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

6. Двухкристальная топография

Спектральная и угловая расходимости первичного рентгеновского пучка не позволяют выявлять малые деформационные поля (небольшие искажения кристаллической решетки) в кристаллах. Кроме того, топография в реальном времени невозможна с использованием сканирования образца. Ограничения однокристалльной топографии могут быть преодолены двухкристальной топографией, впервые осуществленной в 1950-х годах прошлого столетия [32].

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

Для большинства двухкристалльных топографических методов необходимо сформировать пучок с фронтом, обеспечивающим освещение РЛ исследуемой площади образца („области интереса“). В идеале образец должен „купаться“ в пучке. Из геометрических соображений ясно, что задача может быть решена, если использовать асимметричный рефлекс монохроматора, так как в геометрии Брэгга размер пучка в плоскости дифракции на

входе S_0 и выходе S_h кристалла связывает соотношение

$$S_h = S_0/b, \quad (8)$$

где b — фактор асимметрии кристалла: $b = \sin(\theta - \varphi)/\sin(\theta + \varphi)$, φ — угол между системой отражающих плоскостей и поверхностью кристалла. Известно [141,142], что при асимметричной дифракции приемный угол кристалла ω_0 и угловая расходимость пучка ω_h на его выходе определяется формулами

$$\omega_h = \omega_0 b = \omega_s b^{1/2}, \quad (9)$$

$$\omega_s = 2C|\chi_{hr}|/\sin 2\theta. \quad (10)$$

Здесь ω_s — ширина кривой качания кристалла для симметричного ($b = 1$) рефлекса.

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

Аналитические свойства двухкристалльной топографии основаны на свойствах кривой качания. Она имеет линейные участки на склонах, в пределах которых изменение интенсивности благодаря присутствию в кристалле дефекта может быть выражено формулой [143]:

$$\Delta I/I = K[(\Delta d/d) \operatorname{tg} \theta \pm \varphi], \quad (11)$$

где K — крутизна склона кривой качания, ограниченная шириной кривой качания на половине ее высоты, φ — горизонтальная компонента угла разворота отражающих плоскостей.

В случае узкой кривой качания ее склоны могут быть очень крутыми, и коэффициент пропорциональности K может иметь значение $\sim 10^6$. Отсюда следует возможность достижения чувствительности данного метода к напряжениям кристаллической решетки $(\Delta d/d) \sim 10^{-7}$ и локальным разориентациям порядка десятых и даже сотых долей arcsec [8]. Например [144], при использовании спектральной линии $\text{MoK}\alpha_1$ и симметричного рефлекса (008) кремния $\omega_s = 0.35$ arcsec. Полагая, что минимальное изменение контраста на топограмме, фиксируемое зрением $(\Delta I/I)_{\min} = 10\%$ получим, что $(\Delta d/d)_{\min} = 2.7 \cdot 10^{-7}$ (!). Поэтому ясно, что плосковолновая топография может быть использована для характеристики реальной структуры почти совершенных кристаллов.

Чувствительность двухкристалльных рентгено топографических методов лимитируется приборной функцией ω_{ap} :

$$\omega_{ap} = [\omega_M^2 + (\delta\lambda/\lambda)^2 (\operatorname{tg} \theta_M - \operatorname{tg} \theta_0)^2]^{1/2}, \quad (12)$$

где λ — длина волны, $\delta\lambda/\lambda$ — относительная спектральная ширина излучения, ω_M — угловая расходимость пучка, сформированного монохроматором, θ_M — брэгговский угол монохроматора, θ_0 — брэгговский угол,

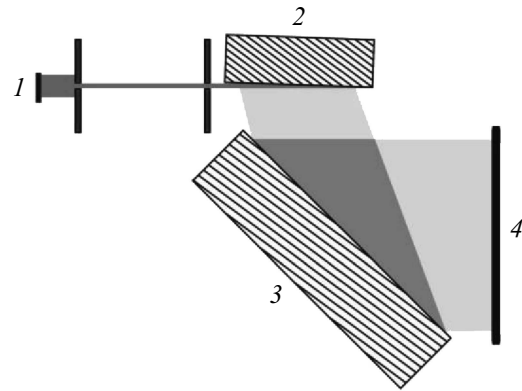


Рис. 12. Схема плосковолновой топографии $(+n, -n)$: 1 — источник излучения, 2 — асимметричный кристалл-монохроматор, 3 — исследуемый кристалл, 4 — фотопластинка.

соответствующий выбранному рефлексу исследуемого образца.

Как следует из (12), для уменьшения приборной функции желательно использовать асимметричный монохроматор и бездисперсионную схему дифракции, при которой $\theta_M = \theta_0$, что соответствует равенству межплоскостных расстояний отражающих плоскостей монохроматора и образца, а также их параллельности. При этом реализуется схема плосковолновой топографии (рис. 12) для обозначения которой принята нотация $(+n, -n)$, где знаки $+$ и $-$ указывают на то, что угол между направлениями первичного пучка и пучка на выходе образца η равен разности брэгговских углов монохроматора и образца ($\eta = 2(\theta_M - \theta_0)$).

6.1. Плосковолновая топография

Условие $\theta_M = \theta_0$ предполагает, что монохроматор изготавливается из того же материала, что и образец. Условие примерного равенства межплоскостных расстояний образца и монохроматора (квази плосковолновая топография), как правило, выполнимо для образцов с большим периодом кристаллической решетки: количество рефлексов у них достаточно большое и велика вероятность подбора хотя бы одного „подходящего“.

Квази плосковолновые топограммы кристалла алмаза на отражение (рис. 13) были получены с использованием рефлексов (111) образца и (220) кремниевого монохроматора, для которых разница в межплоскостных расстояниях составляла 7.3% [145]. На топограмме с рабочей точкой (отражающей положение максимума кривой качания монохроматора относительно кривой качания образца) на малоугловом склоне кривой качания (рис. 13, а) видны несколько дефектов упаковки, выход дислокаций на поверхность и царапины. Поверхностные царапины и выходы дислокаций видны на топограммах при положении рабочей точки на большеугловом склоне кривой качания, но с обращенным контрастом (рис. 13, с).

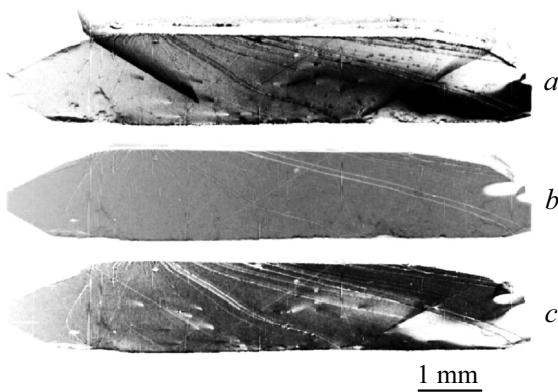


Рис. 13. Квазиплосковолновые топограммы алмаза, полученные в геометрии Брэгга (рефлекс (111), монохроматор Si, рефлекс (220)) при положении рабочей точки на малоугловом (a), большеугловом (c) склонах и в максимуме кривой качания (b) (Вектор дифракции нормален плоскости рисунка. Вертикальная шкала сокращает изображение с коэффициентом ~ 0.32) [145] (см. текст).

Другая возможность выполнения условия квази-плосковолновой топографии заключается в радикальном уменьшении спектральной полосы пропускания монохроматора. На практике для этого, как правило, применяется двухкристальный монохроматор в антипараллельной схеме дифракции [146,147], для которой принята нотация $(+n, +m)$, т.е. кристаллы-монохроматоры расположены таким образом, что угол η между направлениями распространения первичного и сформированного рентгеновскими пучками определяется суммой:

$$\eta = 2(\theta_n + \theta_m) \quad (13)$$

(θ_n и θ_m — углы Брэгга для используемых рефлексов n и m первого (1) и второго (2) монохроматоров соответственно). Тогда спектральная полоса пропускания (δ/λ) рассматриваемой оптической системы дается выражением [146,147]:

$$\delta\lambda/\lambda = (\omega_s b_1^{1/2} + \omega_s b_2^{-1/2})(\text{tg } \theta_1 + \text{tg } \theta_2), \quad (14)$$

а угловая расходимость пучка на выходе системы — формулой:

$$\omega_M = |\omega_s b_2^{1/2} - (\delta\lambda/\lambda) \text{tg } \theta_2|. \quad (15)$$

Для изучения малых деформаций кристаллической решетки авторами работы [147] был создан многокристальный монохроматор в антипараллельной геометрии, использующий излучение $\text{CuK}\alpha_1$, асимметричный рефлекс (311) германия и симметричный рефлекс (333) монокристалла кремния, создающий пучок шириной 15 mm с угловой и спектральной расходимостью 1.85 arcsec и $1.69 \cdot 10^{-5}$ соответственно.

В работе [148] сообщалось о кремниевом монокристаллическом монохроматоре для выделения из белого пучка СИ

длины волны $\lambda = 1.2378 \text{ \AA}$, обеспечивающим полосу пропускания $\Delta\lambda/\lambda = 7 \cdot 10^{-6}$, угловую расходимость пучка на выходе $1.4 \cdot 10^{-6}$, размер пучка $15 \times 15 \text{ mm}^2$. Использовалась комбинация асимметричного рефлекса (333) и симметричного ($\bar{1}31$).

Однако из-за резкого уменьшения спектральной полосы пропускания рентгенооптической системы, использующей антипараллельную схему дифракции, интенсивность пучка на ее выходе может оказаться недостаточной для осуществления запланированного эксперимента. В работе [149] было показано, что при использовании асимметричного рефлекса второго кристалла-монохроматора и непараллельной схемы дифракции $(+n, -m)$, при которой дисперсия пучка становится управляемой, и подбором фактора асимметрии второго кристалла-монохроматора (или длины волны, вырезаемой первым монохроматором из белого пучка СИ) можно сделать дисперсию пучка равной дисперсии образца. Тогда минимальное значение приборной функции $(\omega_{ap})_{\min}$ и соответствующая ей величина межплоскостного расстояния d^* исследуемого кристалла даются формулами [149]:

$$(\omega_{ap})_{\min} = \omega_s b_1^{1/2} b_2, \quad (16)$$

$$d^* = \lambda/2 \sin[\arctg |b_2 \text{tg } \theta_1 + (1 - b_2) \text{tg } \theta_2|]. \quad (17)$$

При этом полоса пропускания двухкристального монохроматора дается выражением

$$\delta\lambda/\lambda = (\omega_1 b_1^{1/2} + \omega_1 b_2^{-1/2})/|\text{tg } \theta_1 - \text{tg } \theta_2|, \quad (18)$$

Из (18) следует, что при малой разнице величин брэгговских углов первого и второго кристаллов-монохроматоров возможно получить достаточно широкую спектральную полосу пропускания оптической системы и, как следствие этого, достаточно высокую интенсивность пучка на ее выходе.

Однако высокая чувствительность плосковолновой топографии к деформации может стать проблемой в случае искаженных образцов. Тогда только для небольшой области образца будет выполнено условие Брэгга. По крайней мере, в случае полупроводниковых образцов имеет место сравнительно однородная кривизна образца. В этом случае деформация может быть компенсирована кристаллом-монохроматором с настраиваемой кривизной [150,151].

6.2. Картографирование деформации

Ясно, что при достаточно сильном градиенте деформации и использовании рефлекса с большими индексами Миллера рентгеновская плосковолновая топограмма может превратиться в узкую линию. Тем не менее, описанная ситуация может быть использована для получения „карты“ изменения деформации по поверхности образца [152]. Метод картографирования макронапряжений был предложен относительно давно [153] и с тех пор

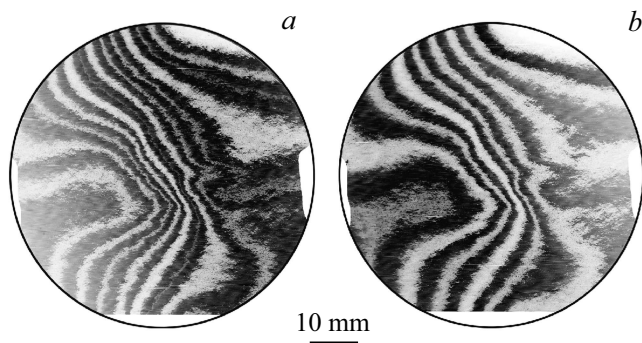


Рис. 14. Синхротронные двухкристальные рентгенотопографические контуры на топограммах коммерческих чипов SiC с вектором дифракции (a) $g = (0008)$ и (b) $g = (0008)$. Интервал сканирования равен 3.6 arcsec [154].

неоднократно использовался для изучения распределения макронапряжений в различных кристаллах и кристаллических системах. Он состоит в последовательной съемке топограмм при перемещении рабочей точки с заданным шагом вдоль кривой качания образца. В деформированном кристалле каждый раз в отражение будет попадать новая область кристалла, характеризующаяся своим значением эффективной разориентации. При наложении топограмм друг на друга (или суперпозиции нескольких топограмм на одну фотопластинку) получается „контурная карта“ эффективной разориентации.

Для того, чтобы разделить два компонента эффективной разориентации — наклон атомных плоскостей (разориентацию) и изменение их межплоскостных расстояний (дилатацию) необходима дополнительная контурная карта, полученная после разворота кристалла вокруг вектора дифракции на 180° (рис. 14). Таким образом, величины этих двух компонентов деформации могут быть количественно оценены для любой области кристалла. Полный набор тензоров деформации можно получить из различных контурных карт с $\pm g$, которые получены вращением образца вокруг различных дифракционных векторов.

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

6.3. Визуализация кривой качания

Визуализация кривой качания (rocking curve imaging — RCI) представляет собой количественную версию двухкристальной топографии, которая предполагает использование двумерного детектора, каждый пиксель которого записывает свою собственную „локальную“ кривую качания. По этим локальным кривым качания с помощью специализированного программного обеспечения (например, [155,156]) можно реконструировать карты особенно важных величин (интегральную интенсивность, угловое положение центра тяжести кривой

качания, ширину кривой качания). Карты интегральной интенсивности предоставляют информацию о совершенстве кристалла, карты углового положения дифракционного пика дают представление о развороте кристаллической решетки, а карты ширины кривой качания — информацию об уровне локального искажения в каждой области кристалла [157]. Кроме того, данные, собранные при различных азимутальных поворотах вокруг нормали к поверхности образца, могут использоваться для разделения карт углового положения пика на карты изменения параметра решетки и разориентации решетки [158,159].

В работе [160] была реализована трехмерная техника визуализации кривой качания, объединяющая с секционной топографией в геометрии прохождения. Эта техника позволяет получать трехмерные изображения дефектов, измерять трехмерные искажения в объеме кристалла.

7. Обработка дифрагированного пучка

7.1. Ретикулография

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

Метод состоит в размещении мелкомасштабной металлической сетки между образцом и детектором. Металлические линии сетки очень хорошо поглощают РЛ, создавая на топограмме светлые линии [161–163]. В то время как при однородной деформации изображение сетки не искажается, сильно искаженные изображения сетки могут возникать в случае неоднородной деформации. Сетка служит для разделения дифрагированного пучка на массив микропучков и отслеживания распространения каждого отдельного микропучка. За счет записи ретикулографических изображений на нескольких расстояниях от образца до детектора и соответствующей обработки данных можно получить локальное распределение разориентации по образцу [164,165].

В работе [164] ретикулография применялась для измерения деформаций, связанных с секториальными границами в естественных и синтетических алмазах. Такие границы являются главной особенностью топограммы, представленной на рис. 15. Здесь внимание сосредоточено на деформации решетки, созданной пучком дислокаций (указанном стрелкой на рис. 15, a).

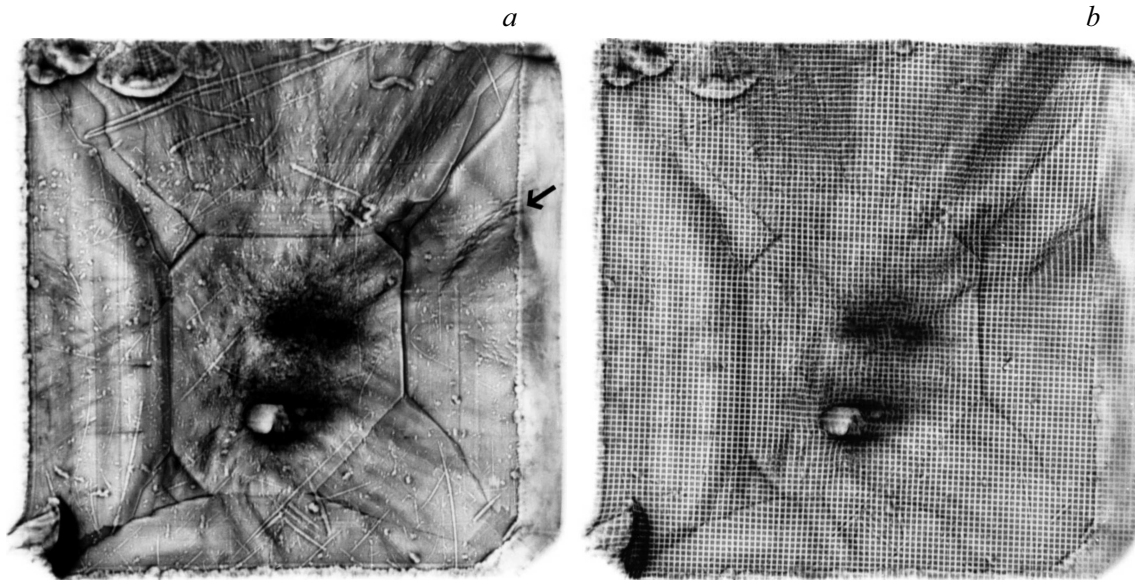


Рис. 15. Сравнение традиционной трансмиссионной топограммы (а) и ретикулографии (b) синтетической алмазной пластинки размером $3.17 \times 3.19 \times 0.76 \text{ mm}^3$. Симметричное отражение (004), $\lambda = 1.65 \text{ \AA}$, период сетки $34 \mu\text{m}$ (проекция вектора дифракции направлена справа налево) [162].

7.2. Трехкристальная топография

В плосковолновой топографии первичный пучок имеет достаточно малую угловую расходимость, но довольно широкую угловую расходимость имеет дифрагированный пучок. Ожидается, что более подробная информация о механизме формирования изображения будет получена при угловом анализе пучка, дифрагированного на образце. Авторами работы [166] была предложена новая топографическая схема, названная плосковолновой топографией с угловым разрешением. В этой схеме $(+n, -n, +n)$ угловое распределение интенсивности в дифрагированном пучке анализируется кристаллом-анализатором (рис. 16).

Легко видеть, что если анализатор фиксирован и сканируется только образец, то уширение кривой качания возникает единственно из-за разориентаций решетки. При регистрации топограммы во время углового сканирования образца на топограмме получается полоса интенсивности, которая соответствует контуру одина-

кового межплоскостного расстояния решетки. Последовательные перемещения анализатора дают возможность построить полные контурные карты дилатации методом многократных экспозиций. Если образец и анализатор качаются одновременно по закону $\alpha - 2\beta$ (α и β — отклонение образца и анализатора от точного положения Брэгга соответственно), то на фотопластинке будут отображены области с одинаковой разориентацией.

Китано с соавторами [167] применил метод трехкристальной топографии для анализа разориентаций и дилатаций вокруг ростовых дислокаций в кристаллах GaAs. Отражения (553) для кремниевых монохроматора и анализатора были выбраны потому, что их межплоскостное расстояние почти такое же, как для отражения (008) образца GaAs. При помощи этой схемы авторам удалось измерить изменения постоянной решетки в областях с различными дислокационными конфигурациями.

8. Исследование структурных дефектов в монокристаллах

8.1. Дислокации

Напомним, что дислокациями называются линейные дефекты, которые могут быть краевого, винтового или смешанного типа. Дислокации образуются за счет механических напряжений, существующих в кристалле, и обусловлены градиентом температуры или большой концентрацией примесных атомов. Мерой искажения служит так называемый вектор Бюргерса **b**. Направление дислокационной линии дается вектором **l**; **b** и **l** перпендикулярны для краевых дислокаций, они параллельны

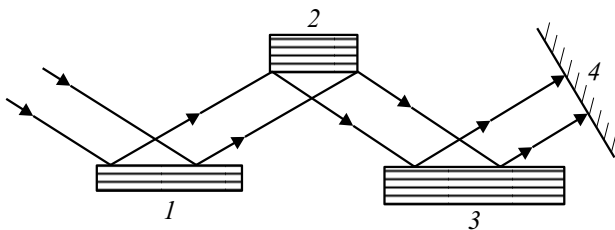


Рис. 16. Схема трехкристальной плосковолновой топографии $(+n, -n, +n)$: 1 — кристалл-монохроматор, 2 — кристаллический образец, 3 — кристалл-анализатор, 4 — фотопластинка.

для винтовых дислокациях, и они находятся под углом в смешанных дислокациях. Генерация дислокаций и их движение приводит к релаксации напряжения при охлаждении кристалла после роста. Наоборот, дислокации и их скопления создают свои собственные поля напряжений. Напряжения убывают обратно пропорционально расстоянию от ядра дислокации. Дальние поля напряжений дислокаций и их скоплений могут привести к появлению заметных макроскопических разориентаций кристаллической решетки. Разориентация особенно высока, если в кристалле образуется структура субзерен, разделенная малоугловыми границами. Сильная локальная концентрация напряжений вблизи дислокационных конфигураций, формирующихся при предшествующей пластической деформации, может стать причиной зарождения трещины.

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

Поле деформации вокруг смешанной дислокации дается выражением [7]:

$$\mathbf{u} = P\mathbf{b} + Q(\mathbf{b} \times \mathbf{l}) + R(\mathbf{l} \times \mathbf{b} \times \mathbf{l}) \quad (19)$$

где \mathbf{b} — вектор Бюргерса дислокации, \mathbf{l} — единичный вектор в направлении линии дислокации.

Выбираются цилиндрические полярные координаты (r, θ, z) , z измеряется вдоль направления \mathbf{l} дислокационной линии, a θ измеряется от плоскости, содержащей \mathbf{b} и \mathbf{l} . $P = \theta/2\pi$; но Q и R — более сложные выражения [7], включающие коэффициент Пуассона материала.

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

Для чисто краевой дислокации \mathbf{b} перпендикулярен \mathbf{l} и поэтому $\mathbf{b} \cdot \mathbf{l} = 0$ и $\mathbf{l} \times \mathbf{b} \times \mathbf{l} = (\mathbf{l} \cdot \mathbf{l})\mathbf{b} - (\mathbf{b} \cdot \mathbf{l})\mathbf{l} = \mathbf{b}$. Следовательно, $\mathbf{u} = (P + R)\mathbf{b} + Q(\mathbf{b} \times \mathbf{l})$ и краевая дислокация будет невидимой, если $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ и $\mathbf{g} \cdot (\mathbf{b} \times \mathbf{l}) = 0$. Смешанная дислокация никогда не бывает полностью невидимой, поскольку \mathbf{g} не может одновременно удовлетворить условиям $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$, $\mathbf{g} \cdot (\mathbf{b} \times \mathbf{l}) = 0$ и $\mathbf{g} \cdot (\mathbf{l} \times \mathbf{b} \times \mathbf{l}) = 0$. Коэффициенты Q и R перед $(\mathbf{b} \times \mathbf{l})$ и $(\mathbf{l} \times \mathbf{b} \times \mathbf{l})$ в выражении (19), как правило, меньше,

чем P перед \mathbf{b} , так что условие погасания изображения $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ в первом приближении справедливо для всех видов дислокаций. Определение параметров вектора Бюргерса нуждается в погасании изображения дислокации в двух рефлексах: $\mathbf{g}_1 \cdot \mathbf{b} = 0$ и $\mathbf{g}_2 \cdot \mathbf{b} = 0$, что определяет плоскость, в которой он должен лежать, а пересечение этих двух плоскостей дает направление \mathbf{b} .

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

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

На топограммах кристалла AlN, полученных методом белого пучка СИ (рис. 17), обращает на себя внимание исчезновение дислокационных сегментов на рис. 17, *b* и их слабый контраст на рис. 17, *c*. Вектор Бюргерса этих дислокаций определен как $(1/3)(\bar{1}\bar{2}10)$.

Теория часто помогает в интерпретации топографических изображений кристаллических дефектов. Точная природа дефекта часто не может быть выведена непосредственно из наблюдаемого изображения. Теоретические расчеты и, в частности, численное моделирование на основе теории, являются ценным инструментом для интерпретации топографических изображений [168].

Первые систематические представления о формировании изображения дислокаций на рентгеновских топограммах были сформулированы А. Отье [18,169]. Механизм формирования динамического контраста изображения дислокации был описан в работах [170,171].

Сопоставление рассчитанных и экспериментальных изображений показало, что моделирование хорошо описывает изображения дислокаций на проекционных топограммах, однако оно мало пригодно для получения количественных характеристик деформационного поля дислокаций из-за усреднения многих важных деталей. Поэтому систематическое изучение механизмов формирования дифракционных изображений дислокаций было выполнено на основе секционных топограмм и в специально созданных для этого условиях. Имеется в виду изучение не ростовых, а специально введенных в кристалл прямолинейных дислокаций, тип и расположение которых контролировались. Были рассчитаны топографические изображения дислокаций разных типов и положений в кристалле [67,172,173].

Наиболее простым и первым по времени стал расчет изображений так называемых торчковых дислокаций, ось которых почти перпендикулярна поверхности кристалла [67]. Для расчета изображений дислокаций, пересекающих плоскость рассеяния, были предложены численные методы. Первыми в этом направлении были работы

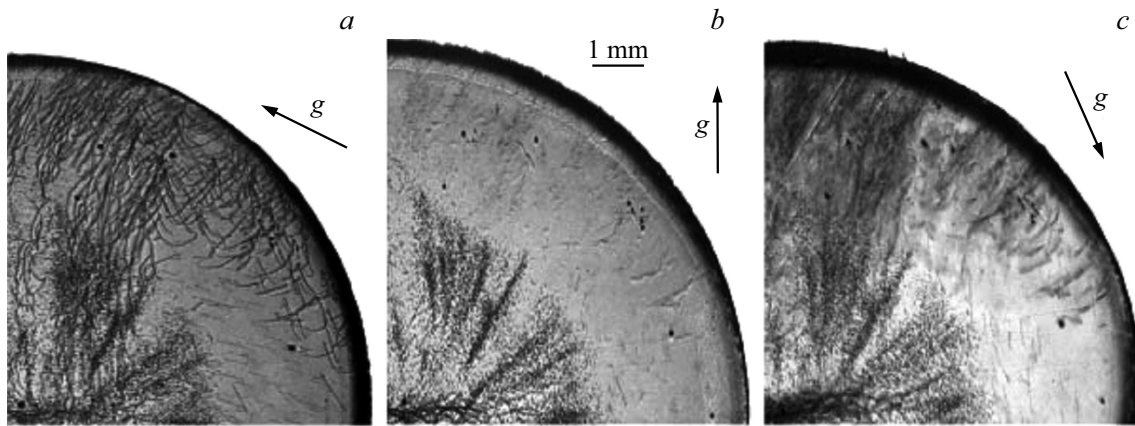


Рис. 17. Трансмиссионные топограммы монокристалла AlN, полученные методом белого пучка СИ: (a) $g = 1\bar{1}01$, $\lambda = 0.58\text{ \AA}$; (b) $g = 10\bar{1}0$, $\lambda = 0.75\text{ \AA}$; (c) $g = \bar{1}01\bar{1}$, $\lambda = 0.68\text{ \AA}$. [1] (см. текст).

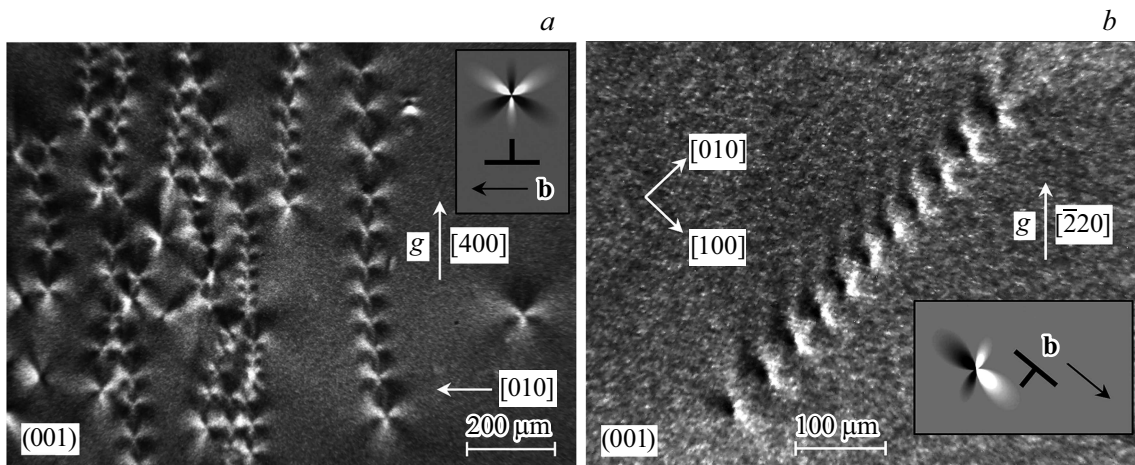


Рис. 18. (a): Дислокационные стенки в кристалле ZnGeP₂, вытянутые вдоль направления [100] (излучение CuK α , рефлекс (400)). На вставке показано смоделированное изображение (контраст розетки с шестью лепестками) краевой дислокации для используемой дифракционной геометрии; (b): Дислокационная стенка в направлении [010], состоящая из краевых дислокаций, расположенных вдоль направления [001], с плоскостью скольжения (010) и вектором Бюргера [100]. Вставка является смоделированным дислокационным изображением для используемой дифракционной геометрии [181].

Такаги и Топэна [174–177]. Предложенная ими система уравнений носит имя авторов и широко используется и в настоящее время [62].

Многие работы были посвящены изучению основных особенностей дислокационных изображений на рентгеновских секционных топограммах и их компьютерному моделированию [18,19,172,178,179], и было продемонстрировано удовлетворительно хорошее согласие между экспериментальными и смоделированными топограммами. Также было изучено влияние положения дислокационной линии в треугольнике Борма на контраст ее изображения [18,180].

Среди топографических методов можно выделить метод рентгеновской топографии на основе эффекта Бормана, который показал хорошие результаты при исследовании малодислокационных материалов. В этом методе контраст, формируемый дефектами структуры монокри-

сталлов, имеет вид розеток интенсивности, форма и количество лепестков которых сильно зависят от типа дефекта и его расположения в объеме монокристалла (рис. 18). Такие розетки образуются, если в условии бормановской дифракции направление преимущественного распространения энергии рентгеновского волнового поля совпадает с направлением дислокационной линии. Техника розетки очень удобна, если дислокации в кристалле расположены вдоль основных кристаллографических направлений [181]. Идентификация дефектов структуры облегчается возможностью моделирования теоретического контраста дефектов структуры, основанного на полуфеноменологической теории контраста [56] и цифровой обработке экспериментального контраста, направленной на повышение его качества и устранение основных зашумляющих факторов, таких как слабая

контрастность, фоновая неоднородность и зернистость фотоэмульсии [128].

Начиная со второй половины 70-х гг. прошлого века были изучены плоскостные и двухкристалльные изображения дислокаций [182,183], постепенно переходя от геометрии Лауэ к геометрии Брэгга [184]. Было показано, что в некоторых случаях определить значение модуля и знак вектора Бюргерса дислокаций по их плоскостному изображению легче, чем по секционному, что обусловлено разными механизмами формирования контраста: в первом случае распределение интенсивности зависит от знака смещения в решетке в силу формы кривой отражения независимо от поглощения, а во втором эта зависимость обусловлена именно различием в поглощении волн, принадлежащих разным ветвям дисперсионной поверхности [62].

Особый класс дислокаций образуют дислокации несоответствия, появление которых сопровождается процессом пластической релаксации напряжений эпитаксиальной гетеросистемы. Подробный отчет о топографическом изображении отдельных дислокаций несоответствия можно найти, например, в работах [185–187]. Было продемонстрировано хорошее согласие между экспериментально наблюдаемыми и рассчитанными изображениями для дислокаций несоответствия с использованием теории динамической дифракции [148,188,189]. Также было показано, что возможен анализ вектора Бюргерса дислокаций несоответствия, используя обычные правила погасания, и что можно получить изображения дислокаций несоответствия, используя отражение подложки [190] — важное обстоятельство при изучении тонких эпитаксиальных слоев.

Относительно широкое изображение дислокации несоответствия в сочетании с отсутствием высокого пространственного разрешения ограничивает максимальную плотность дислокаций несоответствия, изображения которых могут быть успешно разрешены. Теоретическое моделирование [189] показало, что для тонких напряженных слоев, когда расстояние между отдельными дислокациями несоответствия меньше, чем приблизительно $5\ \mu\text{м}$, отдельные дислокации не могут быть разрешены. В плоскостном методе слабого пучка, когда рабочая точка расположена на хвосте кривой качания, средняя отражательная способность кристалла ослаблена, но локальная интенсивность дифракции от ядра дислокации достигает максимального значения [14]. Таким образом возможно получение дислокационных изображений с высоким разрешением. Авторам работы [148] удалось получить изображения дислокаций несоответствия шириной до $1\ \mu\text{м}$, увеличивая локальное угловое отклонение от максимума кривой качания.

8.2. Дефекты упаковки

Дислокации, которые имеют вектор Бюргерса, равный периоду кристаллической решетки, называются полными. Наряду с ними существуют частичные дислокации,

которыми являются дефекты упаковки атомов. Дефект упаковки возникает при расщеплении дислокации на две частичные, у которых вектор Бюргерса не равен периоду трансляции решетки. Дефект упаковки — это отклонение от нормальной для данного кристалла последовательности в расположении атомных слоев. К настоящему времени хорошо известно, что дефект упаковки является одним из наиболее распространенных планарных дефектов кристаллической решетки и его наличие может в значительной степени влиять на процессы пластической деформации, упрочнения, разрушения, рекристаллизацию, характер фазовых превращений.

Большинство рентгеновских исследований дефектов упаковки были сделаны с применением секционной топографии (например, [87,191–193]) и теории сферической волны. Теоретическое описание дифракции плоской волны на дефектах упаковки также содержится в работах [63,191]. В дальнейшем дефекты упаковки изучались, как правило, с применением метода белого пучка СИ [194,195] и монохроматизированного СИ [194,196,197].

Контраст изображения дефекта упаковки возникает из-за фазового сдвига, испытываемого волновыми полями рентгеновского излучения при пересечении плоскости дефекта [198]. Этот сдвиг фазы равен — $2\pi\mathbf{g} \cdot \mathbf{R}$, где \mathbf{g} — вектор дифракции для используемого отражения, а \mathbf{R} — вектор ошибки (вектор сдвига). Ожидается, что контраст дефекта упаковки исчезнет, когда произведение $\mathbf{g} \cdot \mathbf{R}$ равно целому числу (включая ноль), и что он будет очень слабым (почти невидимым), когда $\mathbf{g} \cdot \mathbf{R}$ равно $\pm 1/12$ или $\pm 11/12$. Контраст должен быть слабым, но видимым, когда $\mathbf{g} \cdot \mathbf{R}$ равно $\pm 1/6$ или $\pm 5/6$, и хорошо заметным, когда $\mathbf{g} \cdot \mathbf{R}$ равно $\pm 1/2$, $\pm 1/3$ или $\pm 2/3$ [194,199].

На рис. 19 показаны топограммы, полученные методом белого пучка СИ от одной и той же области кристаллической пластины гексагонального SiC. На отражении $(11\bar{2}0)$ видны только обрамляющие дефекты упаковки частичные дислокации, в то время как дефекты упаковки не дают контраста, как и предсказывалось для дефектов упаковки Шокли. На отражении $(\bar{1}100)$ видны как дефекты упаковки, так и частичные дислокации [195].

8.3. Полосы роста

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

Модулированные профили распределения примесей вызывают соответствующие изменения постоянной решетки, которые могут быть обнаружены с помощью методов рентгеновской топографии. Такие методы, обладая

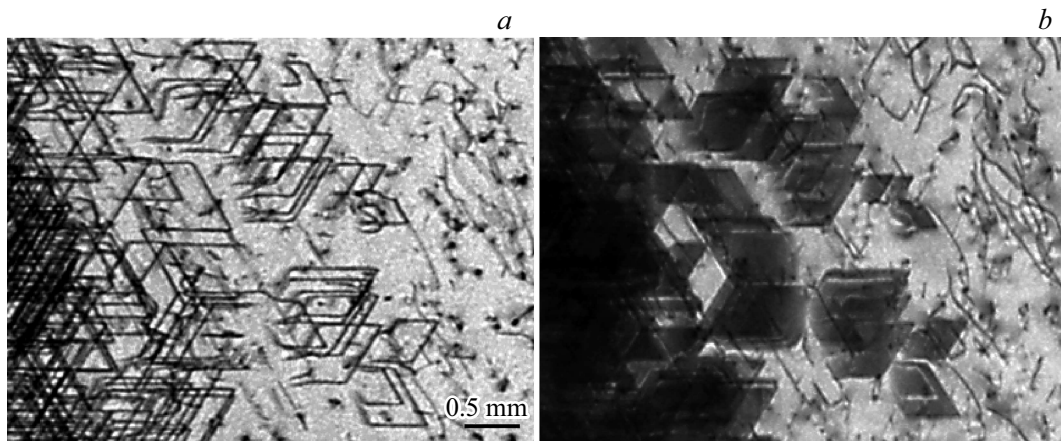


Рис. 19. Трансмиссионные топограммы, полученные от одной и той же области кристалла SiC, показывающие контраст ограничивающих дефекты упаковки частичных дислокаций при $g = (1120)$ (a) и контраст дефектов упаковки при $g = (\bar{1}100)$ (b) [195].

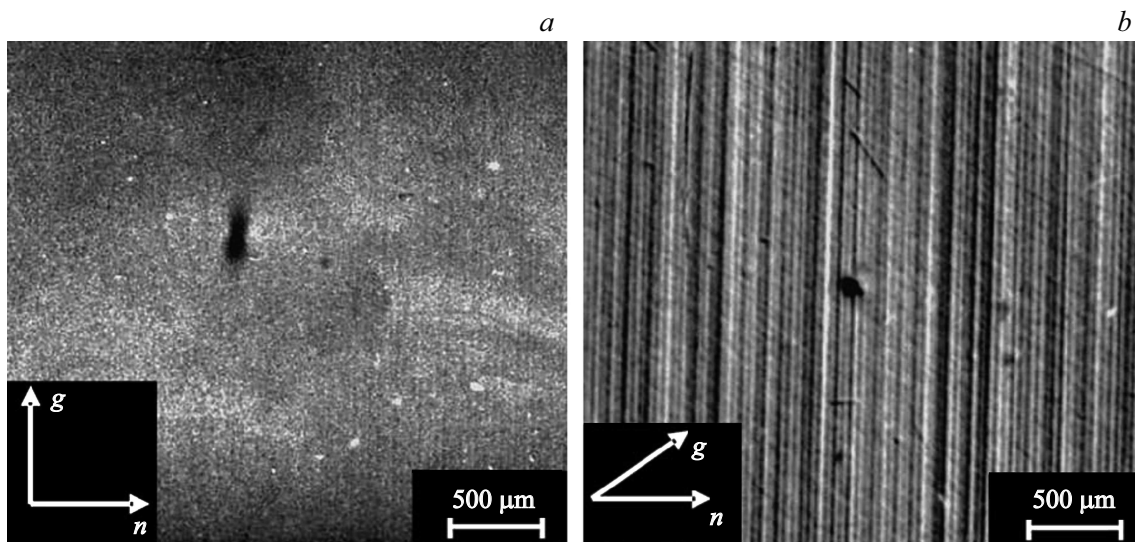


Рис. 20. Зависимость контраста изображения полос роста в монокристалле GaSb (Si) от ориентации дифракционного вектора g (рентгеновские топографические изображения, полученные с использованием метода Бормана, излучение $MoK\alpha$): (a) асимметричное отражение $(02\bar{2})$, $(g \cdot n) = 0$ и (b) симметричное отражение $(2\bar{2}0)$, $(g \cdot n) \neq 0$ [203].

высокой чувствительностью и пространственным разрешением, могут дать исчерпывающие данные о корреляции между структурными и концентрационными неоднородностями в кристаллах. В некоторых случаях использование рентгеновской плоскостной топографии позволяет количественно оценить деформации решетки и амплитуды изменения состава в кристаллах [200–203].

Для кристаллов, обладающих сильным поглощением РЛ, соответствующую диагностику можно провести на основе топографического метода Бормана с использованием правила, описанного, например, в работе [204]. Оно заключается в том, что зависимость контраста изображения полос роста от направления вектора дифракции указывает на отсутствие в них выделений второй фазы и нахождения примеси в состоянии твердого раствора. Именно такая картина наблюдалась авторами

работы [203] в кристалле GaSb, легированном кремнием (рис. 20) с полным погашением изображения полос роста в асимметричном отражении $(02\bar{2})$, для которого направление вектора дифракции g перпендикулярно нормали n к изоконцентрационной поверхности, примерно совпадающей с направлением роста кристалла, т. е. $(g \cdot n) = 0$.

В работе [205] метод рентгеновской топографии Ланга и двухкристальная плоскостная рентгеновская топография были использованы для изучения закономерности образования полос роста при выращивании кристаллов KDP (KH_2PO_4), DKDP (KD_2PO_4) и мочевины $((NH_2)_2CO)$ из раствора. Показано, что образование полос роста в кристаллах может быть вызвано не только изменениями внешних условий роста, но также некоторыми „внутренними“ факторами, такими как изменение

в дислокационной структуре кристалла и модификации распределения ступеней роста на растущей грани.

8.4. Микродефекты

Одним из проявлений трехмерных нарушений в кристаллической решетке являются микродефекты, такие как включения, кластеры точечных дефектов, небольшие дислокационные петли, которые характеризуются короткодействующими деформационными полями: $U \sim r^{-2}$ (U — поле смещения на расстоянии r , превышающем размер дефекта). Например, при росте бездислокационных кристаллов кремния возникают микродефекты (свирлы), которые являются дислокационными петлями внедренного типа. Поскольку микродефекты рассеивают РЛ кинематически, для усиления их контраста необходимо уменьшить сильную динамическую дифракцию от идеальной матрицы [206]. Для этого возможно использовать технику слабого пучка — переместить образец из точной позиции Брэгга за пределы $P = \pm 1$, где P измеряется в единицах полуширины кривой качания [207].

Чувствительность плоскостной топографии к микродефектам зависит от ширины кривой качания кристалла и от величины отклонения от точного положения Брэгга: чем уже ширина кривой качания и больший угол отклонения, тем меньше размеры микродефекта, который можно выявить. Наиболее эффективное положение рабочей точки на кривой качания для визуализации мелких дефектов — 4–6% от максимальной интенсивности, соответствующее $P = 4$. Крупные микродефекты выявляются при 20% ($P = 2$) или даже при 50% ($P = 1$) [207]. В работах [208–210] было показано, что чувствительность плоскостной топографии может быть повышена при использовании асимметричных отражений для образца.

В некоторых случаях хороших результатов можно добиться при использовании квазиплоскостной топографии. На рис. 21 представлена топограмма „на просвет“ образца бездислокационного кремния с ориентацией поверхности (110), содержащего микродефекты [211]. Использовались асимметричные рефлексы (311), но монохроматором являлся кристалл германия; при этом разница в межплоскостном расстоянии образца и монохроматора составляла 4%. На топограмме видны изображения микродефектов, лежащих у выходной (по отношению к падающему на образец пучку) поверхности образца, выявляемые за счет релаксации на ней напряжений, создаваемых микродефектом. Эти изображения имеют круглую форму и черно-белый контраст. Как было показано в [209], использование квазиплоскостной дифракции не ухудшает контраст; более того, оно дает возможность визуализации микродефектов по кометообразным „хвостам“, возникающим в результате заполнения всего треугольника Бормана излучением, рассеянным на дефекте [211]. Поскольку длина хвоста почти равна основанию треугольника Бормана с

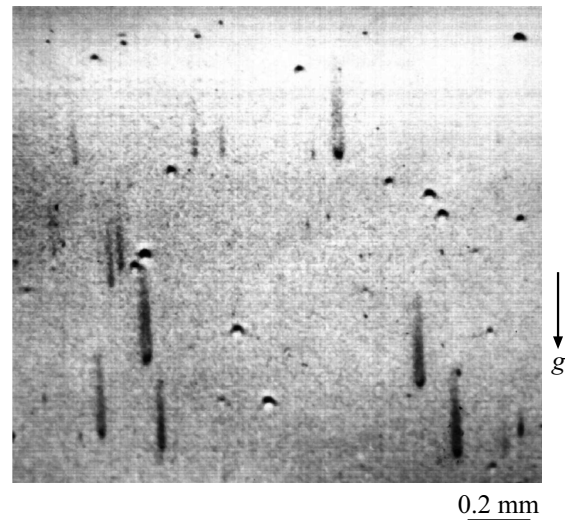


Рис. 21. Рентгенотопографическое изображение микродефектов в бездислокационном кремнии. Асимметричный рефлекс (311), лауэвская дифракция, излучение $MoK\alpha_1$ [211] (см. текст).

вершиной на дефекте, можно определить расстояние последнего от выходной поверхности образца.

Размеры плоско-волновых изображений больше, чем размеры самих дефектов. Компьютерное моделирование, аналитические оценки и экспериментальные результаты показывают, что можно наблюдать поля смещения вблизи микродефектов с размерами за пределами разрешения рентгеновской топографии ($1 \mu m$). Реальный лимит размера детектируемого микродефекта можно оценить как $0.1 \mu m$ и даже меньше [207].

Другой способ уменьшить интенсивность дифракционного фона от идеальной матрицы — перейти на квази-запрещенные отражения. Использование квази-запрещенных рефлексов является одним из немногих методов, позволяющих получить карты распределения валентных электронов в твердых телах. Некоторые структурные дефекты решетки (в том числе микродефекты) могут сильно изменять распределение электронной плотности, что влияет на интенсивность квази-запрещенных отражений [212,213].

9. Заключение

Начиная с первого рентгеновского изображения, полученного Бергом в 1931 г., рентгеновская дифракционная топография эволюционировала в мощный, неразрушающий метод для характеристики монокристаллов широкого спектра состава и физических свойств, таких как полупроводники, оксиды, металлы, квазикристаллы и органические материалы. Она прошла огромный, интересный путь от качественного наблюдения дефектов кристаллической структуры до предельно чувствительных количественных методов измерения очень слабых

локальных деформаций, порождаемых дефектами. Рентгеновская топография сыграла решающую роль в исследовании реальной структуры полупроводниковых материалов и разработке методов выращивания материалов современной микроэлектроники. Методы рентгеновской топографии стали важнейшим инструментом научных исследований в материаловедении, кристаллографии, электронике [15].

Конечно, различные рентгено топографические методы не следует рассматривать как конкурирующие между собой — они дополняют возможности друг друга.

Особенностью современной рентгеновской топографии является активное использование взаимодополняющих рентгеновских методов. Очень ярко это проявилось, когда получила распространение методика визуализации кривой качания. При использовании этой методики сочетание рентгеновской топографии с дифрактометрией стало чрезвычайно эффективным. Также следует отметить успешное соединение рентгеновской топографии с томографией (топотомография) и с многоволновой дифракцией [214].

Несомненной тенденцией в развитии современной рентгеновской топографии является адаптация ее к исследованию новых материалов и решению новых задач физического материаловедения. Большинство этих материалов обладает экстремальными для рентгеновской топографии значениями таких важных характеристик, как поглощение РЛ, рассеивающая способность и плотность, степень структурного несовершенства. Исследование таких материалов с помощью рентгеновской топографии иногда затруднено. Кроме того, активное использование технологии тонких слоев и пленок, многослойных композиций ставит перед рентгеновской топографией новые задачи, заставляет адаптироваться к их решению, а значит, развиваться и совершенствоваться [62]. Это развитие потребует усовершенствования техники топографического эксперимента. Ожидается появление новых видов детекторов с высочайшим пространственным разрешением, в том числе новой ядерной эмульсии [140].

Рентгеновская топография по-прежнему служит и будет служить эффективным средством исследования реальной структуры кристаллических материалов и являться развивающейся областью науки, оставаясь необходимым звеном научно-технического прогресса.

Финансирование работы

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

Конфликт интересов

Автор заявляет об отсутствии конфликта интересов.

Список литературы

- [1] B. Raghathamachar, G. Dhanaraj, J. Bai, M. Dudley. *Microsc. Res. Tech.* **69**, 343 (2006).
- [2] U.K. Bonse, M. Hart, J.B. Newkirk. *Adv. X-Ray Anal.* **10**, 1 (1967).
- [3] G. Champier, B. Baudelet. *Rev. Phys. Appl. (Paris)*. **3**, 311 (1968).
- [4] M. Kuriyama, W.J. Boettinger, G.G. Cohen. *Ann. Rev. Mater. Sci.* **12**, 23 (1982).
- [5] A.R. Lang. *J. Phys. D* **26**, A1 (1993).
- [6] K. Wieteska. *Acta Phys. Pol. A* **86**, 545 (1994).
- [7] M. Moore. *Radiat. Phys. Chem.* **45**, 427 (1995).
- [8] И.Л. Шульпина. *Завод. лаб. Диагностика материалов* **66**, 25 (2000).
- [9] T. Tuomi. *J. Synchrotron Rad.* **9**, 174 (2002).
- [10] J. Baruchel, J. Härtwig, P. Pernot-Rejmánková. *J. Synchrotron Rad.* **9**, 107 (2002).
- [11] I. Baker. *Microsc Res Tech.* **62**, 70 (2003).
- [12] И.Л. Шульпина, И.А. Прохоров. *Кристаллография* **57**, 745 (2012) [I.L. Shul'pina, I.A. Prokhorov *Crystallogr. Rep.* **57**, 661 (2012)].
- [13] Э.В. Суворов, И.А. Смирнова. *УФН* **185**, 897 (2015) [E.V. Suvorov, I.A. Smirnova. *Phys. Usp.* **58**, 833 (2015)].
- [14] И.Л. Шульпина, И.А. Прохоров, Ю.А. Сербряков, И.З. Безбах. *IUCrJ.* **3**, 200 (2016).
- [15] Э.В. Суворов. *Поверхность. Рентген., синхротрон. и нейтрон. исслед.* **9**, 3 (2018).
- [16] B. Tanner *X-ray diffraction topography*. Pergamon Press, N.Y. (1976).
- [17] Д.К. Боуэн, Б.К. Таннер. *Высокоразрешающая рентгеновская дифрактометрия и топография*. Наука, СПб (2002). 273 с. [D.K. Bowen, B.K. Tanner. *High Resolution X-Ray Diffractometry and Topography*. CRC Press (1998)].
- [18] A. Authier. *Adv. X-Ray Anal.* **10**, 9 (1967).
- [19] A. Authier, F. Balibar, Y. Epelboin. *Phys. Status Solidi* **41**, 225 (1970).
- [20] М.Г. Мильвидский, Ю.А. Осипьян, И.А. Смирнова, Э.В. Суворов, Е.В. Шулаков. *Поверхность. Рентген., синхротрон. и нейтрон. исслед.* **6**, 5 (2001).
- [21] Э.В. Суворов, И.А. Смирнова. *ФТТ* **52**, 2325 (2010) [E.V. Suvorov, I.A. Smirnova. *Phys. Solid State* **52**, 2485 (2010)].
- [22] F. Balibar, F.N. Chukhovskii, C. Malgrange. *Acta Cryst. A* **39**, 387 (1983).
- [23] P. Penning, A.H. Goemans. *Phil. Mag.* **18**, 297 (1968).
- [24] B.K. Tanner. *Phys. Status Solidi A* **10**, 381 (1972).
- [25] W.F. Berg. *Naturwissenschaften B* **19**, 391 (1931).
- [26] W. Berg. *Z. Krist.* **89**, 286 (1934).
- [27] C.S. Barrett. *AIME Transact.* **161**, 15 (1945).
- [28] G.N. Ramachandran. *Proc. Ind. Acad. Sci.* **19**, 280 (1944).
- [29] L.G. Schulz. *J. Met.* **6**, 1082 (1954).
- [30] J.B. Newkirk. *Phys. Rev.* **110**, 1465 (1958).
- [31] T. Fujiwara. *Memo. Defense Acad.* **2**, 127 (1963).
- [32] U. Bonse. *Z. Physik.* **153**, 278 (1958).
- [33] J. Auleytner. *Acta Phys. Pol. A* **17**, 111 (1958).
- [34] A.R. Lang. *Acta Cryst.* **10**, 839 (1957).
- [35] A.R. Lang. *J. Appl. Phys.* **29**, 597 (1958).
- [36] A.R. Lang. *Acta Cryst.* **12**, 249 (1959).
- [37] A.P.L. Turner, T.Jr. Vreeland, D.P. Pope. *Acta Cryst. A* **24**, 452 (1968).
- [38] N. Nagata, T., Jr. Vreeland. *Phil. Mag.* **25**, 1137 (1972).

- [39] I.L. Shul'pina, T.S. Argunova. *J. Phys. D* **28**, A47 (1995).
- [40] И.Л. Шульпина, В. В. Ратников, В.А. Козлов, Ф.Ю. Солдатенков, В.Е. Войтович. *ЖТФ* **84**, 149 (2014).
- [41] И.Л. Шульпина, В.А. Козлов. *Материалы электрон. техн. Mater.* **2**, 23 (2016).
- [42] H. Matsuhata, H. Yamaguchi, T. Yamashita, T. Tanaka, B. Chen, T. Sekiguchi. *Phil. Mag.* **94**, 1674 (2014).
- [43] H. Matsuhata, H. Yamaguchi, T. Sekiguchi. *Electr. Eng. Jpn* **197**, 3 (2016).
- [44] A.M. Afanas'ev, M.K. Melkonyan. *Acta Cryst. A* **39**, 207 (1983).
- [45] A.M. Afanasev, P.A. Aleksandrov, R.M. Imamov, E.M. Pashaev, I.V. Polovinkina. *Phys. Status Solidi A* **90**, 419 (1985).
- [46] Z. Swiatek, I. Fodchuk, R. Zaplitnyy. *J. Appl. Cryst.* **50**, 727 (2017).
- [47] М.А. Блохин. *Физика рентгеновских лучей*. 2 изд. ГИТТЛ, М. 1 (1957). 518 с.
- [48] Z. Swiatek, I.M. Fodchuk. *Arch. Met. Mater.* **61**, 1931 (2016).
- [49] И.М. Фодчук, Р.А. Заплитный, Ю.Т. Роман, В.Б. Молодкин, Т.П. Владимирова, З. Святёк. *Металлофиз. нов. технол.* **40**, 561 (2018).
- [50] A. Lindegaard-Andersen, B. Ribe. *J. Phys. E* **9**, 659 (1976).
- [51] M. Lefeld-Sosnowska, J. Gronkowski, G. Kowalski. *J. Phys. D* **28**, A42 (1995).
- [52] M.S. Goorsky, P. Feichtinger, H. Fukuto, G. U'Ren. *Phil. Trans. R. Soc. London. A* **357**, 2777 (1999).
- [53] Л.М. Сорокин, А.С. Трегубова, М.П. Щеглов, А.А. Лебедев, Н.С. Савкина. *ФТТ* **42**, 1384 (2000) [L.M. Sorokin, A.S. Tregubova, M.P. Shcheglov, A.A. Lebedev, N.S. Savkina. *Phys. Solid State* **42**, 1422 (2000)].
- [54] G. Borrmann. *Physik Z.* **42**, 157 (1941).
- [55] I.A. Prokhorov, Yu.A. Serebryakov, B.G. Zakharov, I.Zh. Bezbak, V.V. Ratnikov, I.L. Shulpina. *J. Cryst. Growth.* **310**, 5477 (2008).
- [56] A.O. Okunev, G.A. Verozubova. *J. Appl. Cryst.* **48**, 1228 (2015).
- [57] Z. Lei, A. Kolesnikov, A. Vasilenko. *J. Appl. Cryst.* **51**, 1043 (2018).
- [58] A.R. Lang. *Br. J. Appl. Phys.* **14**, 904 (1963).
- [59] M. González-Mañas, B. Vallejo. *J. Appl. Cryst.* **51**, 1684 (2018).
- [60] A.R. Lang. *Acta Met.* **5**, 358 (1957).
- [61] S. Mardix, A.R. Lang. *Rev. Sci. Instrum.* **50**, 510 (1979).
- [62] И.Л. Шульпина. *Поверхность. Рентген., синхротрон. и нейтрон. исслед.* **4**, 3 (2000).
- [63] A. Authier. *Phys. Status Solidi* **27**, 77 (1968).
- [64] E. Pernot, P. Pernot-Rejmánková, M. Anikin, B. Pelissier, C. Moulin, R. Madar. *J. Phys. D* **34**, A136 (2001).
- [65] A. Authier. *Dynamical Theory of X-ray Diffraction*. Science Publ., Oxford (2001).
- [66] N. Kato. *J. Phys. Soc. Jpn* **19**, 971 (1964).
- [67] В.Л. Инденбом, Ф.Н. Чуховский. *УФН* **107**, 229 (1972) [V.L. Indenbom, F.N. Chukhovskii. *Sov. Phys. Usp.* **15**, 298 (1972)].
- [68] Y. Ando, N. Kato. *J. Phys. Soc. Jpn* **21**, 964 (1966).
- [69] M. Hart. *Z. Physik.* **189**, 269 (1966).
- [70] Y. Epelboin, A. Authier. *Acta Cryst. A* **39**, 767 (1983).
- [71] P. Zaumseil. *Krist. Techn.* **13**, 983 (1978).
- [72] T. Uragami. *J. Phys. Soc. Jpn* **32**, 1141 (1971).
- [73] A.R. Lang, M. Zhen-Hong. *Proc. R. Soc. Lond A* **368**, 313 (1979).
- [74] F. Chukhovski, P.V. Petrashen. *Acta Cryst. A* **44**, 8 (1988).
- [75] J. Chikawa. *Appl. Phys. Lett.* **7**, 193 (1965).
- [76] A.R. Lang, V.F. Miuscov. *Appl. Phys. Lett.* **7**, 214 (1965).
- [77] M. Stecher. *Am. J. Phys.* **32**, 247 (1964).
- [78] J. Yoshimura. *Acta Cryst. A* **71**, 368 (2015).
- [79] З.Г. Пинскер. *Современные представления о природе дифракционного муара*. В сб.: *Проблемы современной кристаллографии*. Наука. М. (1975). С. 172.
- [80] U. Bonse, M. Hart, G.H. Schwuttke. *Phys. Status Solidi* **33**, 361 (1969).
- [81] A.R. Lang. *Nature* **220**, 652 (1968).
- [82] J. Bradler, A.R. Lang. *Acta Cryst. A* **24**, 246 (1968).
- [83] G.H. Schwuttke, K. Brack. *Z. Naturforsch.* **28a**, 654 (1973).
- [84] M. Ohler, E. Prieur, J. Härtwig. *J. Appl. Cryst.* **29**, 568 (1996).
- [85] M. Ohler, S. Kohler, J. Hartwig. *Acta Cryst. A* **55**, 423 (1999).
- [86] K. Wieteska, W.K. Wierzchowski. *Phys. Status Solidi A* **147**, 55 (1995).
- [87] X. Chu, B.K. Tanner. *Mater. Lett.* **5**, 153 (1987).
- [88] A.V. Kolesnikov, A.P. Vasilenko, E.M. Trukhanov, L.V. Sokolov, A.A. Fedorov. *Appl. Surf. Sci.* **166**, 82 (2000).
- [89] A.A. Fedorov, E.M. Trukhanov, A.P. Vasilenko, A.V. Kolesnikov, M.A. Revenko. *J. Phys. D* **36**, A44 (2003).
- [90] M. Ohler, J. Härtwig, E. Prieur. *Acta Cryst. A* **53**, 199 (1997).
- [91] К.Б. Фрицлер, Е.М. Труханов, В.В. Калинин и др. В сб.: *Актуальные вопросы современного естествознания* **2**, (2004). С. 33.
- [92] M. Moore. *Cryst. Rev.* **18**, 207 (2012).
- [93] B.K. Tanner, M. Safa, D. Midgley. *J. Appl. Cryst.* **10**, 91 (1977).
- [94] X.R. Huang. *J. Appl. Crystallogr.* **43**, 926 (2010).
- [95] D. Oriwol, E.-R. Carl, A.N. Danilewsky, L. Sylla, W. Seifert, M. Kittler, H.S. Leipner. *Acta Mater.* **61**, 6903 (2013).
- [96] M. Hart. *J. Appl. Crystallogr.* **8**, 436 (1975).
- [97] X.R. Huang, M. Dudley, J.Y. Zhao, B. Raghathamachar. *Phil. Trans. R. Soc. Ser. A* **357**, 2659 (1999).
- [98] W. Graeff, K. Wieteska. *J. Xray Sci. Technol.* **3**, 152 (1992).
- [99] W.M. Vetter. *Defects Diffusion Forum* **230**, 1 (2004).
- [100] G.-D. Yao, M. Dudley, J. Wu. *J. Xray Sci. Technol.* **2**, 195 (1990).
- [101] Y. Yang, J. Guo, O.Y. Goue, J.G. Kim, B. Raghathamachar, M. Dudley. *J. Electron. Mater.* **47**, 1218 (2018).
- [102] J. Wu, M. Dudley. *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.* **307**, 231 (1993).
- [103] R.W. Whatmore, P.A. Goddard, B.K. Tanner, G.F. Clark. *Nature* **299**, 44 (1982).
- [104] H. Cerva, W. Graeff. *Phys. Status Solidi A* **82**, 35 (1984).
- [105] I. Matsouli, E. Pernot, J. Baruchel, V. Kvardakov, L. Chabert, S.B. Palmer. *J. Phys. D* **32**, A104 (1999).
- [106] D. Roshchupkin, L. Ortega, A. Snigirev, I. Snigireva. *Appl. Phys. Lett.* **103**, 154101 (2013).
- [107] E. Zolotoyabko, D. Shilo, W. Sauer. *Rev. Sci. Instrum.* **70**, 3341 (1999).
- [108] I. Matsouli, V. Kvardakov, J. Espeso, L. Chabert, J. Baruchel. *J. Phys. D* **31**, 1478 (1998).
- [109] A.R. Lang. *J. Appl. Phys.* **30**, 1748 (1959).
- [110] K. Haruta. *J. Appl. Phys.* **36**, 1789 (1965).
- [111] T. Vreeland. *J. Appl. Cryst.* **9**, 34 (1976).

- [112] G.P. Hamill, T. Vreeland. *J. Appl. Cryst.* **12**, 346 (1979).
- [113] T. Tuomi, V. Kelhä, K. Naukarinen, M. Blomberg. *Z. Naturforsch.* **37a**, 607 (1982).
- [114] W. Ludwig, P. Cloetens, J. Härtwig, J. Baruchel, B. Hamelin, P. Bastie. *J. Appl. Cryst.* **34**, 602 (2001).
- [115] S. Kawado, T. Taishi, S. Iida, Y. Suzuki, Y. Chikaura, K. Kajiwara. *J. Synchrotron Rad.* **11**, 304 (2004).
- [116] S. Kawado, T. Taishi, S. Iida, Y. Suzuki, Y. Chikaura, K. Kajiwara. *J. Phys. D* **38**, A17 (2005).
- [117] K. Mizuno, T. Kobayashi, K. Morikawa, H. Okamoto, T. Asahi. *J. Cryst. Growth.* **292**, 538 (2006).
- [118] L.A. Feldkamp, L.C. Davis, J.W. Kress. *J. Opt. Soc. Am. A* **1**, 612 (1984).
- [119] A.C. Kak, M. Slaney. *Principles of Computerized Tomographic Imaging*. IEEE Press (1988).
- [120] W. van Aarle, W.J. Palenstijn, J. Cant, E. Janssens, F. Bleichrodt, A. Dabrovolski, J. De Beenhouwer, K.J. Batenburg, J. Sijbers. *Opt. Exp.* **24**, 25129 (2016).
- [121] V. Asadchikov, A. Buzmakov, F. Chukhovskii, I. Dyachkova, D. Zolotov, A. Danilevsky, T. Baumbach, S. Bode, S. Haaga, D. Hänschke, M. Kabukcuoglu, M. Balzer, M. Caselle, E. Suvorov. *J. Appl. Cryst.* **51**, 1616 (2018).
- [122] Д.А. Золотов, В.Е. Асадчиков, А.В. Бузмаков, И.Г. Дьячкова, Ю.С. Кривонос, Ф.Н. Чуховский, Э.В. Суворов. *Автометрия* **55**, 28 (2019).
- [123] V.V. Kvardakov, K.M. Podurets, S.A. Schetinkin, J. Baruchel, J. Hartwig, M. Schlenker. *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A* **575**, 140 (2007).
- [124] AMIRA. Version 3.1. TGS, San Diego, USA.
- [125] M.D. Abramoff, P.J. Magalhaes, S.J. Ram. *Biophoton. Int.* **11**, 36 (2004).
- [126] A.R. Lang, M. Polcarova. *Proc. Rov. Soc. A* **285**, 297 (1965).
- [127] Y. Epelboin, A. Jeanne-Michaud, A. Zarka. *J. Appl. Crystallogr.* **12**, 201 (1979).
- [128] И.А. Жуковская, В.А. Бушуев, В.А. Ткаль. *Поверхность. Рентген-, синхротрон. и нейтрон. исслед.* **2**, 76 (2016) [I.A. Zhukovskaya, V.A. Bushuev, V.A. Tkal. *J. Synch. Investig.* **10**, 231 (2016)].
- [129] J.-I. Chikawa, I. Fujimoto. *Appl. Phys. Lett.* **13**, 387 (1968).
- [130] J.-I. Chikawa. *J. Cryst. Growth.* **24/25**, 61 (1974).
- [131] J.-I. Chikawa. *Proc. Jpn. Acad. B* **80**, 317 (2004).
- [132] U. Bonse, F. Busch. *Prog. Biophys. Molec. Biol.* **65**, 133 (1996).
- [133] J.G. Rocha, N.F. Ramos, S. Lanceros-Mendez, R.F. Wolfenbuttel, J.H. Correia. *Sens. Actuators A* **110**, 119 (2004).
- [134] A. Rack, F. Garcia-Moreno, T. Baumbach, J. Banhart. *J. Synchrotron Rad.* **16**, 432 (2009).
- [135] L. Nagornaya, G. Onyshchenko, E. Pirogov, N. Starzhinskiy, I. Tupitsyna, V. Ryzhikov, Y. Galich. *Nucl. Instr. Meth. A* **537**, 163 (2005).
- [136] I.G. Valais, I.S. Kandarakis, A. Konstantinidis, D.N. Nikolopoulos, I. Sianoudis, D.A. Cavouras, N. Dimitropoulos, C.D. Nomicos, G.S. Panayiotakis. *Nucl. Instr. Meth. A* **569**, 201 (2006).
- [137] P.-A. Douissard, T. Martin, F. Riva. *IEEE Trans. Nucl. Sci.* **63**, 1726 (2016).
- [138] A. Koch, F. Peyrin, P. Heurtier, B. Chamboz, B. Ferrand, W. Ludwig. *Proc. SPIE* **3659**, 170 (1999).
- [139] Y. Zorenko, M. Nikl, V. Gorbenko, V. Savchyn, T. Voznyak, R. Kucerkova, O. Sidletskiy, B. Grynyov, A. Fedorov. *Opt. Mater.* **33**, 846 (2011).
- [140] S. Yamaguchi, N. Naganawa, M. Nakamura. *Jpn. J. Appl. Phys.* **58**, 060901 (2019).
- [141] S. Kikuta, K. Kohra. *J. Phys. Soc. Jpn.* **29**, 1322 (1970).
- [142] K. Kohra, M. Ando. *Nucl. Instrum. Meth.* **177**, 117 (1980).
- [143] [U. Bonse. *Direct Observation of Imperfections in Crystals*. N.Y. Wiley, N.Y. (1962). P. 431.] У. Бонзе. В кн.: *Прямые методы исследования дефектов в кристаллах*. Мир, М. (1965). С. 184.
- [144] M. Hart. *J. Cryst. Growth.* **55**, 409 (1981).
- [145] K. Tamasaku, T. Ueda, D. Miwa, T. Ishikawa. *J. Phys. D* **38**, A61 (2005).
- [146] K. Nakayama, H. Hashizume, A. Miyoshi, K. Kikuta, K.Z. Kohra. *Z. Naturforschung.* **28a**, 632 (1973).
- [147] H. Hashizume, A. Iida, K. Kohra. *Jpn. J. Appl. Phys.* **14**, 1433 (1975).
- [148] J.F. Petroff, M. Sauvage, P. Riglet, H. Hashizume. *Phil. Mag. A* **42**, 319 (1980).
- [149] V.V. Lider. *Nucl. Instrum. Meth. A* **308**, 407 (1991).
- [150] B. Jenichen, R. Köhler, W. Möhling. *Phys. Status Solidi A* **89**, 79 (1985).
- [151] Y. Kudo, K.-Y. Liu, S. Kojima, S. Kawado, T. Ishikawa. *J. Appl. Phys.* **90**, 670 (2001).
- [152] J. Yoshimura, T. Miyazaki, T. Wada, K. Kohra, M. Hosaka, T. Ogawa, S. Taki. *J. Cryst. Growth.* **46**, 691 (1979).
- [153] S. Kikuta, K. Kohra, Y. Sugita. *Jpn. J. Appl. Phys.* **5**, 1047 (1966).
- [154] J. Guo, Y. Yang, B. Raghathamachar, M. Dudley, S. Stoupin. *J. Electron. Mater.* **47**, 903 (2018).
- [155] D. Lübbert, T. Baumbach. *J. Appl. Cryst.* **40**, 595 (2007).
- [156] S. Stoupin. *DTXRD — Software for Evaluation of Single Crystals Using X-ray Diffraction* (2015). <https://www.aps.anl.gov/Science/Scientific-Software/DTXRD>.
- [157] M.G. Tsoutsouva, V.A. Oliveira, J. Baruchel, D. Camel, B. Marie, T.A. Lafford. *J. Appl. Cryst.* **48**, 645 (2015).
- [158] P. Mikulik, D. Lübbert, D. Korytar, P. Pernot, T. Baumbach. *J. Phys. D* **36**, A74 (2003).
- [159] J. Kim, O. Seo, C. Song, S. Hiroi, Y. Chen, Y. Irokawa, T. Nabatame, Y. Koide, O. Sakata. *Appl. Phys. Exp.* **11**, 081002 (2018).
- [160] A. Philip, J. Meyssonier, R.T. Kluender, J. Baruchel. *J. Appl. Crystallogr.* **46**, 842 (2013).
- [161] A.R. Lang, A.P.W. Makepeace. *J. Synchrotron Rad.* **3**, 313 (1996).
- [162] A.R. Lang, A.P.W. Makepeace. *J. Phys. D* **32**, A97 (1999).
- [163] R.G.C. Arridge, A.R. Lang, A.P.W. Makepeace. *Proc. R. Soc. Lond. A* **458**, 2623 (2002).
- [164] A.R. Lang, A.P.W. Makepeace, W.B. Alexander, T. McCormick, P.E. Pehrsson, J.E. Butler. *J. Cryst. Growth.* **200**, 446 (1999).
- [165] Y. Chen, G. Dhanaraj, M. Dudley, E.K. Sanchez, M.F. Mac Millan. *Appl. Phys. Lett.* **91**, 071917 (2007).
- [166] T. Ishikawa, S. Kikuta, K. Kohra. *Jpn. J. Appl. Phys.* **24**, L559 (1985).
- [167] T. Kitano, T. Ishikawa, J. Matsui. *Phil. Mag. A* **63**, 95 (1991).
- [168] Y. Epelboin. *Mater. Sci. Eng.* **73**, 1 (1985).
- [169] A. Authier. *J. Phys. Colloques* **35**, C7-121 (1974).
- [170] E.V. Suvorov, V.I. Polovinkina, V.I. Nikitenko, V.L. Indenbom. *Phys. Status Solidi* **26**, 385 (1974).
- [171] И.Л. Шульпина, Э.В. Суворов. *Изв. РАН. Сер. физ.* **74**, 1547 (2010) [I.L. Shulпина, E.V. Suvorov. *Bull. Russ. Acad. Sci. Phys.* **74**, 1488 (2010)].
- [172] F. Balibar, A. Authier. *Phys. Status Solidi* **21**, 413 (1967).

- [173] E.V. Suvorov, V.L. Indenbom, O.C. Gorelik, I.A. Rusakova, V.A. Chamrov. *Phys. Status Solidi A* **60**, 27 (1980).
- [174] S. Takagi. *Acta Cryst.* **15**, 1311 (1962).
- [175] S. Takagi. *Phys. Soc. Jpn* **26**, 1239 (1969).
- [176] D. Taupin. *Bull. Soc. Franc. Miner. Crist.* **87**, 469 (1964).
- [177] D. Taupin. *Acta Cryst.* **23**, 25 (1967).
- [178] A. Authier, J.R. Patel. *Phys. Staus Solidi A* **27**, 213 (1975).
- [179] G. Kowalski, J. Gronkowski. *Phys. Status Solid A* **71**, 611 (1982).
- [180] A. Authier, M. Lefeld-Sosnowska, Y. Epelboin, A. Soyer. *J. Appl. Cryst.* **18**, 93 (1985).
- [181] Z. Lei, A. Okunev, C. Zhu, G. Verozubova, C. Yang. *J. Appl. Cryst.* **51**, 361 (2018).
- [182] H. Ishida, N. Ninomia, K. Kohra. *J. Appl. Cryst.* **9**, 240 (1976).
- [183] V.L. Indenbom, V.M. Kaganer, W. Mohling, E.V. Suvorov. *Phys. Status Solidi A* **83**, 195 (1984).
- [184] V.M. Kaganer, W. Mohling. *Phys. Status Solidi A* **123**, 379 (1991).
- [185] J.F. Petroff, M. Sauvage. *J. Cryst. Growth.* **43**, 628 (1978).
- [186] S.J. Barnett, C.R. Whitehouse, A.M. Keir, G.F. Clark, B. Usher, B.K. Tanner, M.T. Emeny, A.D. Johnson. *J. Phys. D* **26**, A45 (1993).
- [187] W. Wierzchowski, K. Wieteska, W. Graeff. *Nuovo Cimento D* **19**, 227 (1997).
- [188] P. Riglet, M. Sauvage, J.P. Petroff, Y. Epelboin. *Phil. Mag. A* **42**, 339 (1980).
- [189] S. Cottrell, W. Spirkl, B.K. Tanner. *J. Phys. D* **26**, A126 (1993).
- [190] G.S. Green, B.K. Tanner, A.G. Turnbull, S.J. Barnett, M.T. Emeny, C.R. Whitehouse. *Phil. Mag. Lett.* **62**, 131 (1990).
- [191] N. Kato, K. Usami, T. Katagawa. *Adv. X-ray Anal.* **10**, 46 (1967).
- [192] S.-S. Jiang, A.R. Lang. *Proc. Roy. Soc. Lond. A.* **388**, 249 (1983).
- [193] G. Kowalski, A.R. Lang, A.P.W. Makepeace, M. Moore. *J. Appl. Cryst.* **22**, 410 (1989).
- [194] F.Z. Wu, H.H. Wang, Y. Yang, J.Q. Guo, B. Raghathamachar, M. Dudley, S.G. Mueller, G.Y. Chung, E. Sanchez, D. Hansen, M.J. Loboda, L.H. Zhang, D. Su, K. Kisslinger, E. Stach. *Mater. Sci. Forum.* **821-823**, 85 (2015).
- [195] Y. Yang, J. Guo, O. Goue, B. Raghathamachar, M. Dudley, G. Chung, E. Sanchez, J. Quast, I. Manning, D. Hansen. *J. Elec. Mater.* **45**, 2066 (2016).
- [196] S. Masuya, K. Hanada, T. Moribayashi, H. Sumiya, M. Kasu. *J. Cryst. Growth.* **468**, 439 (2017).
- [197] H. Yamaguchi, A. Kuramata. *J. Appl. Cryst.* **51**, 1372 (2018).
- [198] A. Authier, Y. Epelboin. *Phys. Status Solidi A* **41**, K9 (1977).
- [199] S. Byrappa, F. Wu, H. Wang. *Mater. Sci. Forum.* **717-720**, 347 (2012).
- [200] B. Jenichen, R. Köhler. *Phys. Status Solidi A* **65**, 535 (1981).
- [201] I. Maekawa, Y. Kudo, S. Kojima, S. Kawado. *Appl. Phys. Lett.* **62**, 23 (1993).
- [202] А.Э. Волошин, И.Л. Смольский. *Кристаллография* **38**, 12 (1993).
- [203] I.A. Prokhorov, Yu.A. Serebryakov, B. Zakharov, I.Z. Bezbakh, V. Ratnikov, I.L. Shul'pina. *J. Cryst. Growth.* **310**, 5477 (2008).
- [204] G.H. Schwuttke. *J. Appl. Phys.* **33**, 2760 (1962).
- [205] I.L. Smolsky, A.E. Voloshin, N.P. Zaitseva, E.B. Rudneva, H. Klapper. *Phil. Trans. R. Soc. Lond. A* **357**, 2631 (1999).
- [206] J. Chikawa, Y. Asaeda, I. Fujimoto. *J. Appl. Phys.* **41**, 1922 (1970).
- [207] I.L. Shulpina. *J. Phys. D* **26**, A82 (1993).
- [208] A.E. Voloshin, I.L. Smolskii, V.M. Kaganer, V.L. Indenbom, V.N. Rozhansky. *Phys. Status. Solidi A* **130**, 61 (1992).
- [209] В.В. Лидер. *Кристаллография* **36**, 310 (1991) [V.V. Lider. *Sov. Phys. Solid State* **36**, 309 (1991)].
- [210] R. Köhler, W. Mohling, M. Pasemann. *Phys. Status. Solidi A* **53**, 509 (1979).
- [211] В.В. Лидер. *Завод. лаб. Диагностика материалов* **73**, 25 (2007).
- [212] А.А. Ширяев, Э.Х. Мухамеджанов, А.Э. Волошин, А.Н. Морковин, М.М. Борисов, С.В. Титков. *Письма в ЖЭТФ* **88**, 767 (2008) [A.A. Shiryayev, E.Kh. Mukhammedzhanov, A.E. Voloshin, A.N. Morkovin, M.M. Borisov, S.V. Titkov. *JETP Lett.* **88**, 670 (2008)].
- [213] A.A. Shiryayev, F. Masiello, J. Hartwig, I.N. Kupriyanov, T.A. Lafford, S.V. Titkov, Y.N. Palyanov. *J. Appl. Cryst.* **44**, 65(2011).
- [214] Y. Tsusaka, H. Mizuochi, M. Imanishi, M. Imade, Y. Mori, J. Matsui. *J. Appl. Phys.* **125**, 125105 (2019).

Редактор Ю.Э. Кумаев