УДК 539.2:548.4:548.73

### А.О.Окунев, В.А.Ткаль, Л.Н.Данильчук

# ИЗОБРАЖЕНИЯ ВИНТОВЫХ ДИСЛОКАЦИЙ, ПЕРПЕНДИКУЛЯРНЫХ ПОВЕРХНОСТИ МОНОКРИСТАЛЛА 6H-SiC, В МЕТОДЕ ЛАНГА

Новгородский государственный университет им. Ярослава Мудрого

Features of screw dislocation images with axes [0001] in SiC monocrystals obtained by means of the Lang projection topography method are considered. The defect identification was conducted by comparison with the images received both by the Lang method, and the method on the basis of the Borrmann effect. It is shown, that on the topograms received by the Lang method, the image of a screw dislocation laying in the reflecting plane ( $\vec{g}\vec{b} = 0$ ), is formed by a relaxation field of deformations near the crystal surface, and from this image it is possible to explicitly determine the Burgers vector sign of dislocation.

#### Введение

Среди методов рентгеновской топографии метод Ланга является одним из самых известных и наиболее распространенным в научных и заводских лабораториях. В этом методе съемка образцов проводится в геометрии Лауэ, т.е. на прохождение, что определяет проекционные возможности метода. Падающий и дифрагированный лучи находятся по разные стороны кристалла (рис.1), поэтому на топограмме в методе Ланга получается наглядная картина распределения дефектов во всем объеме кристалла. Как правило, наиболее сильным является «прямое» или «кинематическое» изображение дефекта, формирующееся при пересечении падающего пучка ON с областью сильных деформаций кристаллической решетки вблизи дефекта и проектирующееся на выходную поверхность кристалла вдоль направления, параллельного OM [1].



Рис.1. Схема съемки топограмм по методу Ланга: С — кристалл, S — шторная щель, P — фотопластинка,  $\vec{g}$  — вектор дифракции, OMN — треугольник Бормана,  $\theta_{B}$  — угол Брэгга

В отличие от теории рассеяния рентгеновских лучей в совершенных кристаллах теория контраста от дефектов не развита в полной мере. Это обусловливает необходимость исследования экспериментального контраста и механизмов его формирования. Нам неизвестны работы, в которых описывались бы изображения в методе Ланга винтовых дислокаций, перпендикулярных поверхности кристалла. Этот вопрос исследуется в данной статье на примере кристаллов 6H-SiC. Выявление дислокаций, перпендикулярных поверхности, играет важную роль, так как такие дислокации наследуются эпитаксиальными слоями.

### Методика эксперимента

Для дифракционных экспериментов отобраны высокосовершенные кристаллы SiC политипа 6Н, выращенные методом Лели. Кристаллы были легированы азотом, имели *п*-тип проводимости и концентрацию нескомпенсированных доноров  $N_D - N_A = 8 \cdot 10^{17} \div 3 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-3}$ . Образцы для исследований вырезались в виде пластинок, параллельных базисной плоскости (0001). Съемки проводились на лабораторных источниках рентгеновского излучения (трубки БСВ-10 и БСВ-22). Использовались симметричные отражения от плотно упакованных плоскостей  $\{11\overline{2}0\}$ . Толщина образцов 450-500 мкм обеспечивала при использовании МоК<sub> $\alpha$ </sub>-излучения значение параметра  $\mu t$  в пределах 0,7-0,8 ( $\mu$  — коэффициент фотоэлектрического поглощения, t — толщина кристалла), т.е. выполнялось условие «тонкого» кристалла, необходимое для топографии по методу Ланга. В случае применения СиК<sub>а</sub>-излучения при той же толщине кристалла обеспечивались условия эффекта Бормана, или аномального прохождения рентгеновских лучей ( $\mu t \approx 6,7$ ). Метод рентгеновской топографии на основе эффекта Бормана (РТБ) обладает большими аналитическими возможностями [2], и был использован в данной работе для идентификации дефектов. Расшифровка дислокационной структуры образцов была также подтверждена методом поляризационно-оптического анализа (ПОА) [3]. Образцы содержали краевые и смешанные дислокации системы скольжения  $\{1\,\overline{1}\,00\} < 11\overline{2}0 > c$  плотностью  $10^1 \cdot 10^2$  см<sup>-2</sup>, а также винтовые дислокации с осью [0001] (плотность 1-7 см<sup>-2</sup>).

Изображения дефектов оцифровывались непосредственно с негатива с использованием микроскопа МИН-8 и цифрового фотоаппарата Olympus C-5060. Топограммы приводятся так, как они видны со стороны падающего на кристалл рентгеновского пучка. Контраст на рисунках соответствует зафиксированному на фотопластинке, т.е. области с повышенной интенсивностью рентгеновского излучения имеют черный контраст, с пониженной — белый.

## Экспериментальные изображения винтовых дислокаций

На рис.2 приведена часть топограммы монокристалла 6H-SiC, полученной методом Ланга. Помимо многочисленных изображений дислокаций с вектором Бюргерса  $a/3 < 11\overline{20} >$ , перпендикулярных и наклонных к поверхности (0001) образца, на топограмме также зафиксированы изображения винтовых дислокаций разного знака (левовинтовые и правовинтовые) с осью [0001]. Расшифровка типов дислокаций проводилась сопоставлением с топограммами, полученными методом РТБ [2,4].



Рис.2. Топограмма кристалла SiC с винтовыми дислокациями, полученная методом Ланга



Рис.3. Топограммы правовинтовой дислокации с осью [0001] в 6H-SiC, полученные методами РТБ (а) и Ланга (б), а также их трехмерные графики интенсивности

Увеличенное изображение винтовой дислокации, помеченной цифрой 1 на рис.2,

приведено на рис.3а. На рис.3б показано изображение той же области кристалла, полученное методом РТБ при отражении от того же семейства атомных плоскостей ( $11\overline{2}0$ ), на котором винтовая дислокация формирует двухлепестковую розетку контраста, антисимметричную относительно плоскости рассеяния. Если смотреть вдоль вектора дифракции  $\vec{g}$ , то левый лепесток розетки имеет положительный (черный) контраст, правый — отрицательный (белый). Расчет изображения дислокации по модифицированным уравнениям Инденбома — Чамрова показывает, что такой контраст создает правовинтовая дислокация, перпендикулярная поверхности образца [2,4]. Дислокация лежит в плоскости рассеяния перпендикулярно вектору дифракции. Контраст формируется релаксационным полем деформаций дислокации у поверхности выхода лучей из кристалла, и центр розетки соответствует точке пересечения дислокации с поверхностью. Экспериментальное изображение содержит еще менее яркие лепестки контраста, вытянутые вдоль вектора  $\vec{g}$  [6].

На топограмме, полученной методом Ланга (рис.3а), винтовая дислокация создает изображение исключительно черного контраста более сложной формы, в котором выделяются два круглых лепестка, расположенные со стороны начала вектора дифракции. Из них



Рис.4. Топограммы левовинтовой дислокации с осью [0001] в 6H-SiC, полученные методами Ланга (а) и РТБ (б), а также их трехмерные графики интенсивности

лепесток, расположенный слева, если смотреть вдоль вектора дифракции, имеет большую яркость, а правый почти не заметен. На противоположном конце изображения также можно выделить два лепестка. Из них расположенный справа, если смотреть вдоль вектора дифракции  $\vec{g}$ , имеет большие размеры и интенсивность, чем левый. Среднюю часть изображения составляет отрезок, вытянутый вдоль вектора дифракции. На изображение винтовой дислокации на рис.За накладываются изображения других дислокаций, находящихся в образце.

Трудности расшифровки рентгеновских дифракционных изображений связаны с зернистостью (granularity) топограмм, на фоне которой зачастую трудно выделить полезную информацию. Более надежно особенности экспериментального контраста удается выявить, используя методы цифровой обработки [5]. В качестве примера такой обработки на рис.3 и 4 представлены трехмерные графики интенсивности, построенные в программе Mathcad после линейной фильтрации исходных изображений в программе Photoshop (гауссразмытие с радиусом 20 пикселей). Наличие лепестков и характер изменения их яркости легко определяется построением профилей интенсивности по заданным направлениям.

Аналогичная пара изображений показана на рис.4а, б. Розетка контраста на рис.4б по форме идентична изображению дислокации на рис.3б, но имеет противоположную окраску лепестков. В соответствии с результатами расчета она соответствует винтовой дислокации с противоположным направлением вектора Бюргерса — левовинтовой. Розетки контраста на топограммах, полученных методом РТБ, имеют одинаковые размеры, минимальные из наблюдаемых на топограммах 6H-SiC. Следовательно, дислокации обладают минимальным возможным в кристаллической решетке этого материала вектором Бюргерса, равным высоте элементарной ячейки в направлении оси c (1,51 нм).

Из топограммы, полученной методом Ланга (рис.4а), видно, что расположение и соотношение интенсивностей лепестков контраста для левовинтовой дислокации зеркально симметрично относительно плоскости рассеяния изображению правовинтовой дислокации на рис.3а. В розетке, расположенной со стороны начала вектора дифракции, большую яркость имеет правый, если смотреть вдоль вектора  $\vec{g}$ , лепесток, а левый — значительно меньшую.

На рис.2 дислокации, отмеченные цифрами 3 и 4 являются правовинтовыми, а отмеченная цифрой 5 — левовинтовой, что подтверждается их изображениями, полученными методом РТБ (в данной работе не приводятся).

#### Обсуждение результатов

Сопоставление экспериментальных изображений винтовых дислокаций различного вращения позволяет сформулировать правило определения знака винтовой дислокации по топограмме, полученной методом Ланга. Если из двух лепестков, расположенных на изображении со стороны начала вектора дифракции, большую интенсивность имеет левый лепесток (если смотреть вдоль вектора  $\vec{g}$ ), то дислокация правовинтовая, а если правый — то левовинтовая.

Механизм формирования контраста от винтовой дислокации в методе Ланга может быть объяснен при сопоставлении с изображениями дислокаций на секционных топограммах, описанными в работе [6]. Если прямой пучок пересекает ось винтовой дислокации вблизи выходной для рентгеновских лучей поверхности кристалла (около точки N на рис.1), то на секционной топограмме формируется двухлепестковая розетка с плоскостью нулевого контраста, соответствующей плоскости рассеяния. Оба лепестка розетки имеют положительный (черный) контраст, но различную яркость. Интенсивности лепестков соотносятся так же, как в описанных выше розетках контраста в методе Ланга, расположенных на изображении винтовой дислокации со стороны начала вектора  $\vec{g}$ . Другая двухлепестковая розетка контраста формируется, если дислокация пересекает вблизи поверхности дифрагированный пучок (около точки M на рис.1). Обе эти розетки контраста сформированы полем

деформаций, образующимся вследствие релаксации напряжений, связанных с дислокацией, на свободной поверхности кристалла (на поверхности выхода рентгеновских лучей). При переходе от секционных топограмм к проекционным, т.е. при сканирования кристалла и фотопластинки, происходит сложение контраста и формируется интегральное изображение. Общая длина изображения винтовой дислокации на проекционной топограмме должна соответствовать длине основания *MN* треугольника Бормана *OMN*.

Поскольку контраст формируется дальнодействующими полями деформаций, то в методе Ланга, как и в методе РТБ, размер розеток контраста должен определяться мощностью дислокаций. Выявлению деталей на изображениях винтовых дислокаций в данной работе способствует относительно большая величина их вектора Бюргерса (1,51 нм). В кристаллах Si модуль вектора Бюргерса винтовых дислокаций с осью  $\langle 110 \rangle$  равен 0,384 нм, создаваемые ими поля деформаций на поверхности кристалла имеют меньшую мощность и, соответственно, меньший размер имеют изображения розеток. Однако выявленные в данной статье особенности контраста должны наблюдаться для любых кристаллических материалов. Как размеры розеток контраста на обоих концах изображения, так и длина изображения в целом должны увеличиваться с увеличением модуля вектора дифракции. Это наглядно видно для приведенного в работе [7] изображения  $30\overline{30}$ .

Сравнение приведенных в данной работе топограмм свидетельствует о большей простоте метода РТБ при идентификации дефектов, формирующих изображения розеточного типа, по сравнению с методом Ланга, но им регистрируются только дефекты, лежащие в слое, прилегающем к выходной поверхности кристалла, толщина которого называется «глубиной видения». Для образцов 6H-SiC эта толщина составляет ~ 400 мкм. Таким образом, на рис. Зб практически не видны изображения дислокаций, расположенных вблизи входной поверхности кристалла и зарегистрированных на рис. За. В методе РТБ изображения дефектов имеют большие размеры, что обусловливает его меньшую разрешающую способность по сравнению с методом Ланга. При большой плотности дислокаций (~10<sup>3</sup> см<sup>-2</sup>) их изображения на топограммах, полученных методом РТБ, накладываются, и расшифровка экспериментального контраста затруднена. В этих условиях метод Ланга позволяет разрешить отдельные дислокации и, как показывает эта работа, идентифицировать винтовые дислокации и определить их знак.

### Выводы

В методе Ланга изображения винтовых дислокаций, перпендикулярных поверхности кристалла, имеют характерную форму, позволяющую идентифицировать эти дислокации на топограммах. По соотношению яркости лепестков, расположенных на изображении дислокации со стороны начала вектора дифракции, можно однозначно определить знак вектора Бюргерса дислокации. Применение цифровой обработки изображений облегчает расшифровку экспериментального контраста и идентификацию дефектов.

<sup>1.</sup> Тихонов Л.В. // Укр. физ. ж. 1971. Т. 16. № 1. С.137-150.

Данильчук Л.Н., Дроздов Ю.А., Окунев А.О., Ткаль В.А., Шульпина И.Л. // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2002. Т. 68. № 11. С.24-33.

<sup>3.</sup> Дроздов Ю.А., Окунев А.О., Ткаль В.А., Шульпина И.Л. // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. Т. 69. № 1. 2003. С.24-29.

Данильчук Л.Н., Окунев А.О., Удальцов В.Е., Потапов Е.Н., Ткаль В.А. // Сб. докл. Нац. конф. по применению рентгеновского, синхротронного излучений, нейтронов и электронов для исследования материалов. Москва-Дубна, 1997. Т. 3. С.177-182.

Данильчук Л.Н., Ткаль В.А., Окунев А.О., Дроздов Ю.А. Цифровая обработка рентгенотопографических и поляризационно-оптических изображений дефектов структуры монокристаллов. В.Новгород: НовГУ, 2004. 227 с.

<sup>6.</sup> Окунев А.О., Данильчук Л.Н., Ткаль В.А., Дроздов Ю.А. // Вестник НовГУ. Сер.: Техн. науки. 2004.

<sup>№28.</sup> С.143-149. Окунев А.О., Ткаль В.А., Дроздов Ю.А., Данильчук Л.Н. // Поверхность. 2004. № 9. С.58-63. 7.