

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

СЕКЦИОННЫЕ ТОПОГРАММЫ ДИСЛОКАЦИЙ В 6H-SiC

Section topographs of edge and screw dislocations with lines along a [0001] direction in SiC single crystals are received and interpreted. Features of contrast are experimentally investigated at a various positions of dislocations within the Borrmann fan. It is shown, that character of the edge dislocation image dramatically varies if a direction of a diffraction vector is changed to the opposite one. The contribution of a long-range deformation field to section images of edge and screw dislocations, perpendicular to crystal surfaces is revealed.

Введение

Цель рентгеновской топографии — установить распределение и природу несовершенств кристалла, таких, как дислокационные линии, дефекты упаковки, выделения второй фазы, дальнотействующие деформации, границы двойников, сегнетоэлектрические или ферромагнитные доменные стенки и т. д. [1]. Поля деформаций, связанные с дефектами, приводят к изменению условий дифракции рентгеновских лучей в кристалле и, как следствие, к появлению контраста интенсивности на фотопластинке, расположенной на пути распространения дифрагированных лучей. Рентгенотопографический контраст многообразен и зависит от геометрии съемки, угловой расходимости рентгеновского пучка и величины μt (μ — линейный коэффициент поглощения лучей, t — толщина кристалла) [2]. Методы рентгеновской топографии позволяют определять не только тип, геометрию пространственного расположения дефектов, но и характер упругого поля искажений решетки. Однако очень часто эта важная информация не может быть прочитана с рентгеновских топограмм из-за отсутствия достаточно эффективных методов анализа изображения [3]. Для разработки количественных методик топографии требуется исследование экспериментального контраста от индивидуальных дефектов, предполагающее проведение специальных дифракционных экспериментов на образцах с известной дефектной структурой. Большие аналитические возможности имеет метод секционной топографии Ланга в геометрии прохождения (СТП) [4]. Этот метод чаще всего применялся для исследования различных дефектов в кристаллах кремния [2]. Данная статья представляет первый опыт изучения секционного контраста от индивидуальных дислокаций в монокристаллах SiC.

Методика эксперимента

Для дифракционных экспериментов были отобраны высокосовершенные кристаллы SiC политапа 6H, выращенные методом Лели. Кристаллы были легированы азотом, имели n -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 плоскопараллельных пластинок, параллельных базисной плоскости (0001). Толщина образцов 450-500 мкм обеспечивала при использовании MoK_α -излучения значение параметра μt в пределах 0,7-0,8, т.е. выполнялось так называемое в рентгеновской кристаллооптике условие «тонкого» кристалла, необходимое для секционной топографии. Образцы были предварительно исследованы методами фотоупругости [5] и рентгеновской топографии на основе эффекта Бормана (РТБ) [6] и содержали краевые и смешанные дислокации системы скольжения $\{1\bar{1}00\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ с плотностью 10^1 - 10^2 см^{-2} , а также винтовые дислокации с осью [0001] (плотность 1-6 см^{-2}). Исследованию методом СТП были подвергнуты прямолинейные

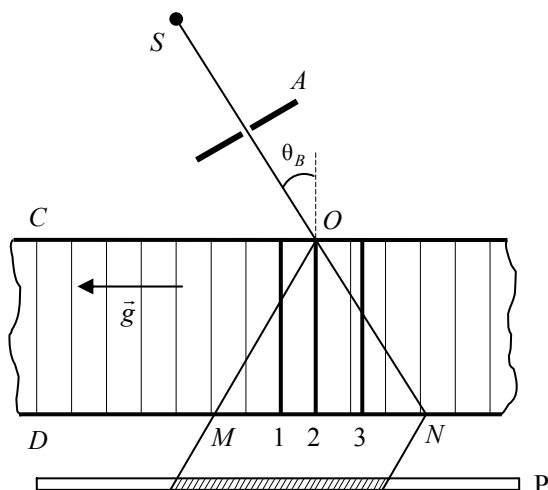


Рис. 1. Схема получения секционных топограмм. S — источник рентгеновских лучей, A — шельф, P — фотопластинка, CD — след отражающей плоскости, ON и OM — направления падающего и дифрагированного пучка рентгеновских лучей, θ_B — угол Брэгга, $\vec{g}$ — дифракционный вектор, цифрами 1, 2 и 3 обозначены различные положения дислокации в треугольнике Бормана OMN

обеспечивающие разрешение ~ 300 лин/мм. Время съемки одной топограммы составляло при этом ~ 17 часов. Изображения дефектов оцифровывались непосредственно с негатива с использованием микроскопа МИН-8 и фотоаппарата Olympus C-5060. Контраст на приводимых фрагментах топограмм соответствует зафиксированному на фотопластинке, т.е. области с повышенной интенсивностью рентгеновского излучения имеют черный контраст.

Экспериментальные изображения дислокаций, перпендикулярных поверхности образца

На рис.2а показана секционная топограмма области кристалла 6H-SiC, полученная при использовании отражения второго порядка от плоскостей типа $(11\bar{2}0)$. Топограмма того же места кристалла, полученная методом РТБ, представлена на рис.2б, взаимное расположение краевых дислокаций показано на рис.2в. Топограммы содержат изображения (сверху вниз): двух отрицательных краевых дислокаций, помеченных цифрами 1 и 2, группы из трех смешанных дислокаций с плоскостью скольжения $(10\bar{1}0)$ и вектором Бюргерса $\vec{b} = \frac{a}{3}[\bar{1}2\bar{1}0]$, наклонных к поверхности кристалла, и положительной краевой дислокации (отмечена цифрой 3). Краевые дислокации перпендикулярны поверхностям кристалла и вектору дифракции $\vec{g}$. Положительные и отрицательные дислокации имеют одинаковые плоскости скольжения $(\bar{1}100)$ и отличаются направлением вектора Бюргерса: у положительной дислокации 3 экстраполуплоскость подходит к плоскости скольжения сверху, и вектор Бюргерса $\vec{b} = \frac{a}{3}[\bar{1}\bar{1}20]$ направлен влево; у отрицательных — экстраполуплоскость расположена ниже плоскости скольжения, и вектор Бюргерса $\vec{b} = \frac{a}{3}[11\bar{2}0]$ направлен вправо.

дислокации, перпендикулярные поверхности образцов и пронизывающие их от одной поверхности кристалла до другой. При использовании симметричной съемки такие дислокации лежат в плоскости рассеяния перпендикулярно вектору дифракции. Схема дифракционного эксперимента показана на рис.1. В пределах области OMN (треугольник Бормана) распространяются, интерферируя между собой, волны как исходного волнового поля, возникающего при входе излучения в кристалл, так и новых волновых полей, порождаемых областью сильных искажений решетки вблизи ядра дефекта [7]. Для секционной топографии использовалась рентгеновская трубка БСВ-22, толщина щели перед образцом составляла 20 мкм, расстояние между фокусом рентгеновской трубки и образцом ~ 120 см. Для регистрации топограмм применялись ядерные фотопластинки с эмульсией типа МР,

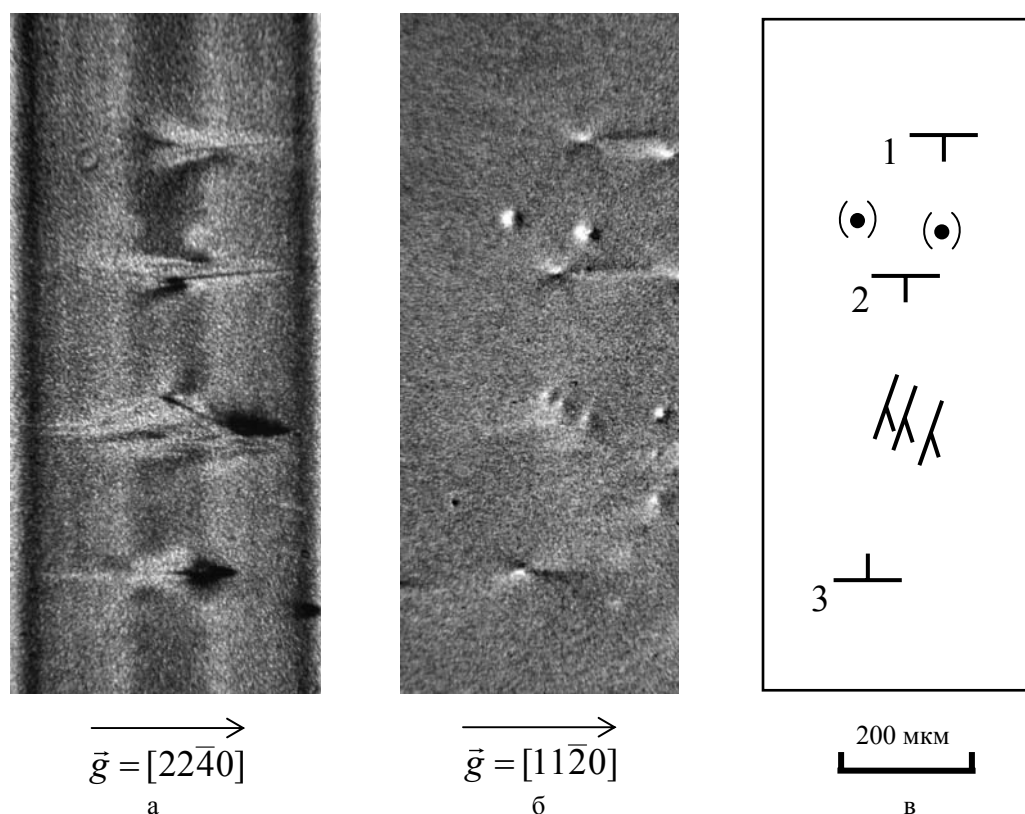


Рис.2. Топограммы кристалла 6H-SiC, полученные методом СТП (а), методом РТБ (б) и схема расположения дефектов в кристалле (в)

На топограмме 2б краевые дислокации формируют характерные черно-белые розетки контраста, антисимметричные относительно плоскости скольжения дислокации. Основную зону контраста этих розеток составляют четыре лепестка — два черных, расположенных со стороны экстраполуплоскости, и два белых — по другую сторону плоскости скольжения. Соответственно положительные и отрицательные дислокации на рис.2б имеют противоположную окраску лепестков розетки. Кроме того, розетки от краевых дислокаций имеют еще по два длинных лепестка, вытянутых вдоль вектора дифракции. Описанные изображения характерны для краевых дислокаций, когда вектор дифракции коллинеарен вектору Бюргерса [6]. В данном случае выполняется равенство $\vec{g} \cdot \vec{b} = \pm 2$.

Как показывает сопоставление рис.2а и рис.2б, дислокация 2 расположена в центре палатки Бормана, дислокация 1 смещена в сторону дифрагированного пучка рентгеновских лучей, а дислокация 3 смещена в сторону падающего пучка. Обращает на себя внимание принципиальное отличие изображений дислокаций 1 и 2 от изображения дислокации 3. Первые два представляют собой сложные асимметричные розетки контраста, в которых выделяются два черных лепестка разного размера, расположенные вблизи ядра дислокации со стороны экстраполуплоскости, тогда как изображение дислокации 3 симметрично относительно плоскости скольжения дислокации. Дополнительные эксперименты, проведенные на различных образцах, показали, что изображения дислокаций, показанные на рис.2, являются типичными для краевых дислокаций с осью [0001] в 6H-SiC, и подтвердили отмеченную зависимость вида изображения от взаимного направления векторов $\vec{g}$ и $\vec{b}$.

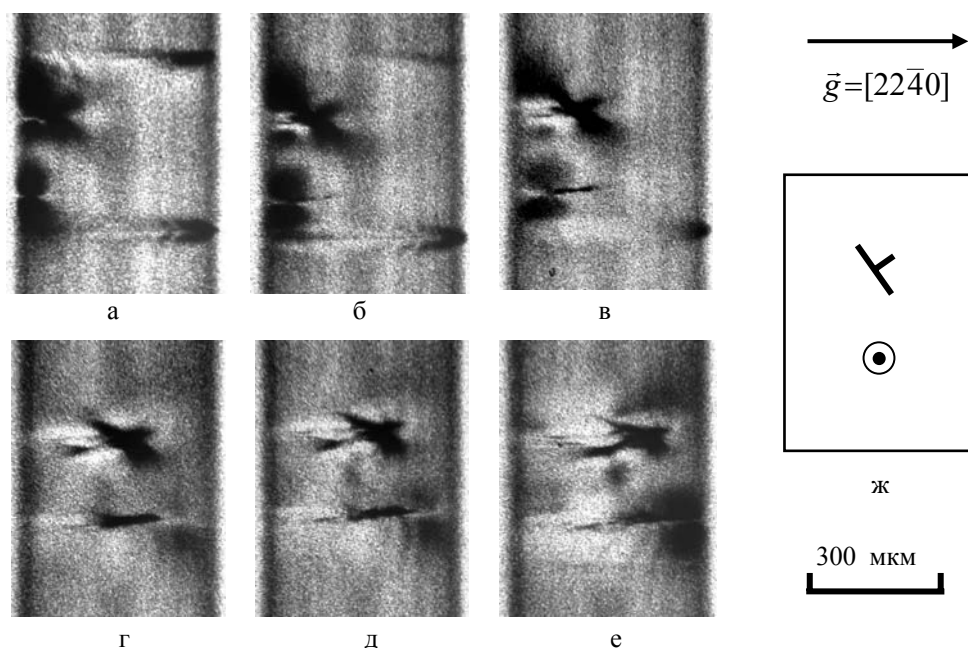


Рис.3. Секционные изображения группы краевых дислокаций и винтовой дислокации, перпендикулярных поверхности образца 6H-SiC (а-е), и схема их расположения в кристалле (ж)

На рис.3 приведены секционные топограммы другого кристалла SiC с левовинтовой дислокацией и группой краевых дислокаций, которые перпендикулярны поверхности образца. Взаимное положение дефектов показано на рис.3ж. Определение типов и знаков дислокаций было проведено методом РТБ. Группа краевых дислокаций состоит примерно из семи близко расположенных дислокаций с плоскостью скольжения $(01\bar{1}0)$ и векторами Бюргерса вдоль оси $[\bar{2}110]$, отдельные изображения дислокаций не разрешаются. Угол между плоскостью скольжения этих дислокаций и вектором дифракции составляет 60° . Винтовая дислокация имеет минимально возможное для кристаллов 6H-SiC значение вектора Бюргерса $|\vec{b}| = 1,51$ нм. Рис.3а-е демонстрируют изменение контраста при перемещении этих дефектов в пределах треугольника Бормана. Изображение группы краевых дислокаций в основном описывается четырехлепестковой розеткой положительного (черного) контраста. Винтовая дислокация формирует изображение в виде двух кругов черного контраста в том случае, когда пересекает прямой или дифрагированный пучок. Форма таких экспериментальных изображений нами была сопоставлена с расчетными розетками эффективной разориентации отражающих плоскостей.

Теоретический расчет розеток эффективной разориентации

Эффективная или результирующая разориентация отражающих плоскостей $hkil$ определяется выражением [8]:

$$\beta_{hkil} = \frac{dU_g}{dz} + \frac{dU_g}{dx_g} \cdot \operatorname{tg}\theta_B,$$

где $\vec{U}$ — вектор смещения. Первое слагаемое учитывает кривизну отражающих плоскостей вблизи дефекта, второе — изменение межплоскостного расстояния.

Рассчитаем розетку эффективной разориентации отражающих плоскостей вокруг краевой дислокации в SiC, расположенной так же, как краевые дислокации на рис.3. Поле

смещений дислокации, параллельной оси шестого порядка гексагонального анизотропного кристалла, описывается, согласно работе [9], выражениями для изотропного случая. Вычислив по данным [10] тензор упругой деформации и выполнив его преобразование при повороте системы координат на угол ψ , получим выражение для эффективной деформации отражающих плоскостей, параллельных $Y'OZ$ (рис.4а):

$$\beta_{hkil} = \frac{b}{4\pi(1-\nu)} \left[\frac{(2\nu-1)y}{x^2+y^2} - \frac{2x^2y}{(x^2+y^2)^2} \cos 2\psi - \frac{x(y^2-x^2)}{(x^2+y^2)^2} \sin 2\psi \right] \operatorname{tg} \theta_B,$$

где b — модуль вектора Бюргерса; ν — коэффициент Пуассона.

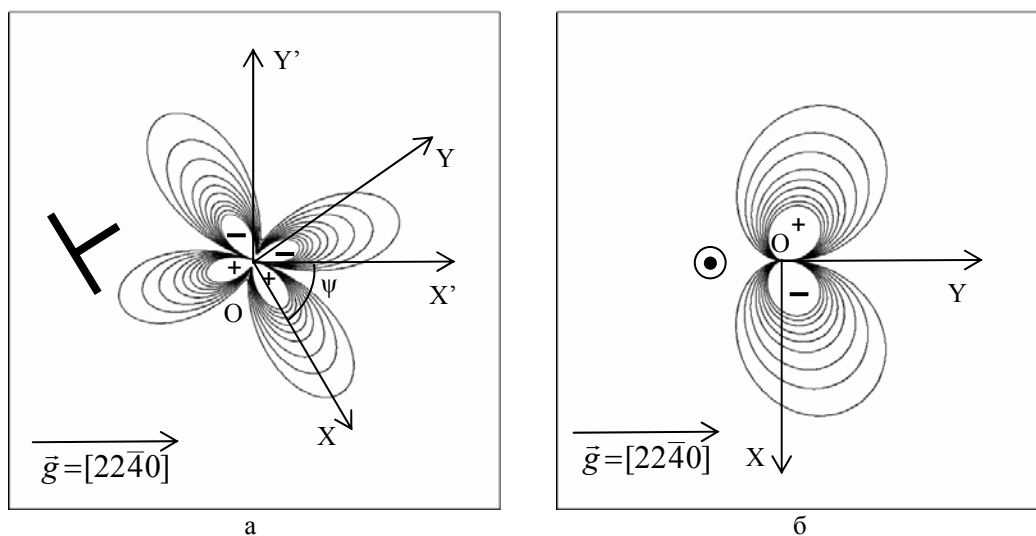


Рис.4. Розетки эффективной разориентации отражающих плоскостей вокруг краевой (а) и левовинтовой (б) дислокаций в 6H-SiC. Знаками «+» и «-» указаны области положительных и отрицательных значений β_{hkil} .

Рассчитаем розетку эффективной разориентации вокруг винтовой дислокации, лежащей в отражающей плоскости $hkil$ и перпендикулярной поверхности кристалла SiC. Формулы из работы [11] позволяют заключить, что эффективная разориентация отражающих плоскостей $hkil$ в объеме кристалла равна нулю и собственное поле дислокации не должно формировать контраста интенсивности. Вследствие релаксации напряжений на свободной поверхности кристалла вблизи точки выхода дислокации на поверхность появляются дополнительные компоненты поля смещений. Применяя для расчета данные о релаксационном поле смещений из работы [9], получим формулу для эффективной разориентации:

$$\beta_{hkil} = \frac{b}{2\pi\nu_3} \cdot \frac{xy}{r_3(r_3+z_3)^2} \operatorname{tg} \theta_B + \frac{b}{2\pi} \cdot \frac{x}{r_3(r_3+z_3)},$$

где $\nu_3 = \left(\frac{c_{66}}{c_{44}} \right)^{\frac{1}{2}}$; $r_3^2 = r^2 + z_3^2$; $z_3 = \nu_3 z$; $r^2 = x^2 + y^2$; c_{ij} — стандартные упругие постоянные SiC. Построенная по этой формуле розетка эффективной разориентации отражающих плоскостей $(11\bar{2}0)$, обусловленной наличием в кристалле 6H-SiC винтовой дислокации, изображена на рис.4б. Она имеет два круглых лепестка, соответствующих областям различных знаков разориентации решетки, разделенных линией нулевых значений β_{hkil} , парал-

лельной вектору $\vec{g}$.

Обсуждение результатов

На топограмме рис.2б дислокация, отмеченная цифрой 2, расположена практически вдоль биссектрисы треугольника рассеяния, и яркие лепестки в центре изображения находятся вблизи проекции линии дислокации на поверхность кристалла. В работе [12] подобные изображения были получены на секционных топограммах 60-градусных дислокаций, перпендикулярных поверхности кристалла Si. В соответствии с результатами моделирования по уравнениям Такаги яркое ядро изображения было объяснено в [12] концентрацией волнового поля в сильно искаженной области дефекта. В этом случае имеет место дифракционный эффект каналирования волнового поля в упругом ближнем поле дислокации.

Как следует из проведенных нами исследований, контраст принципиально меняется при изменении направления вектора $\vec{g}$ на противоположное. Яркое пятно на изображении дислокации 3 (рис.2а) является прямым изображением, формирующимся в области пересечения оси дислокации с падающим пучком и проектирующимся на выходную поверхность кристалла вдоль направления дифрагированного пучка OM (рис.1). Обнаруженная зависимость секционного изображения торчковой краевой дислокации от параллельности или антипараллельности вектора Бюргерса дислокации и вектора дифракции, по-видимому, должна наблюдаться для любых кристаллических материалов, в том числе для кремния. При таких условиях дифракции по единичной секционной топограмме однозначно определяется направление и знак вектора Бюргерса.

Для группы краевых дислокаций контраст может быть интерпретирован в рамках геометрической оптики. Черно-белая окраска четырех основных лепестков розеток от краевых дислокаций в методе РТБ (рис.2б) объясняется образованием волноводов для блоховских волн разных типов в областях с различными знаками функции локальных разориентаций и поглощением волн нормального типа [3]. Очевидно, в случае «тонкого» кристалла волновые поля обоих типов достигают выходной для рентгеновских лучей поверхности кристалла, и повышенная интенсивность будет наблюдаться в областях как с пониженным, так и с повышенным значением β_{hkil} . Соответствие экспериментальных изображений розеткам эффективной разориентации решетки свидетельствует о большом вкладе в изображение дальнего поля деформаций вокруг дефекта, так как для межзонного рассеяния, происходящего в ближнем поле, характер деформации несущественен [3,7].

На рис.2б, помимо контраста от дислокаций, выше розетки от дислокации 2 видны изображения двух микродефектов типа внедрения, которые по геометрическому критерию должны быть отнесены к микродефектам А-типа [13]. В соответствии с результатами моделирования контраста методом РТБ [6] они имеют вид двухлепестковой розетки, черный лепесток которой расположен со стороны конца вектора дифракции $\vec{g}$. Линия нулевого контраста розетки параллельна отражающим плоскостям. На секционной топограмме (рис.2а), полученной с использованием отражения второго порядка от того же семейства отражающих плоскостей, изображения этих микродефектов имеют вид светлых кругов примерно такого же размера без видимых деталей. Это свидетельствует о большей по сравнению с методом СТП выявляющей способности метода РТБ при исследовании выделений второй фазы в SiC.

Хотя в секционной топографии требуются значительные экспозиции, и за одну съемку исследуется небольшая площадь образца, преимуществом СТП является возможность прямого моделирования распространения волновых полей в кристалле и результирующего изображения по уравнениям Такаги — Топена. Полученные при этом данные могут быть полезны при исследовании механизмов формирования изображения не только в методе СТП, но и в методе РТБ.

Выводы

Впервые получены экспериментальные секционные топограммы краевых и винтовых

дислокаций, перпендикулярных поверхности образцов 6H-SiC. Для краевых дислокаций в случае коллинеарности векторов $\vec{g}$ и $\vec{b}$ контраст определяется взаимным направлением этих векторов. Показано, что контраст интенсивности от перпендикулярных поверхности дислокаций в методе СТП в значительной степени определяется формой поля деформаций вокруг этих дислокаций, и большой вклад в изображение дает область слабых искажений решетки вокруг дефекта.

1. Лэнг А.Р. // Дифракционные и микроскопические методы в материаловедении. М.: Металлургия, 1984. С.364-446.
2. Authier A. Dynamical theory of X-ray diffraction. Oxford: University Press, 2004. 674 p.
3. Суворов Э.В. Физические основы современных методов исследования реальной структуры кристаллов. Черноголовка, 1999. 232 с.
4. Lang A.R. // Acta Met. 1957. V.5. №7. P.358.
5. Дроздов Ю.А., Окунев А.О., Ткаль В.А., Шульпина И.Л. // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2003. Т.69. № 1. С.24-29.
6. 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.
7. Indenbom V.L., Nikitenko V.I., Suvorov E.V., Kaganer V.M. // Phys. Stat. Sol. (a). 1978. V.46. №1. P.379-386.
8. Данильчук Л.Н. Автореф. дис. ... доктора физ.-мат. наук. Киев, 1992. 43 с.
9. Белов А.Ю., Чамров В.А. // Металлофизика. 1987. Т.9. №3. С.68-78.
10. Хирт Д., Лоте И. Теория дислокаций. М.: Атомиздат, 1972. 599 с.
11. Фридель Ж. Дислокации. М.: Мир, 1967. 626 с.
12. Суворов Э.В., Смирнова И.А., Шулаков Е.В. // Тез. докл. Второго науч. семинара с междунар. участием «Современные методы анализа дифракционных данных (рентгенотопография, дифрактометрия, электронная микроскопия)». В. Новгород, 2004. С.63-66.
13. 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. Т.3. Дубна, 1997. С.177-188.