

## РЕНТГЕНОВСКАЯ ДИФРАКЦИОННАЯ ТОПОГРАФИЯ В ФИЗИЧЕСКОМ МАТЕРИАЛОВЕДЕНИИ

© 2012 г. И. Л. Шульпина, И. А. Прохоров\*

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург

\*Филиал Института кристаллографии РАН

Научно-исследовательский центр “Космическое материаловедение”, Калуга

E-mail: igor.prokhorov@mail.ru

Поступила в редакцию 23.01.2012 г.

В связи со 100-летием открытия дифракции рентгеновских лучей, отмечаемым в 2012 г., в статье определяется роль и значение рентгеновской дифракционной топографии в физическом материаловедении. Кратко изложены принципы, методы и история развития рентгеновской топографии. Обобщается опыт практического применения рентгеновской топографии для изучения закономерностей формирования реальной структуры объемных монокристаллов и тонких пленок. Представлены примеры использования топографических методов в изучении и оптимизации технологии создания ряда практически важных материалов и приборов микроэлектроники.

### ВВЕДЕНИЕ

Открытие дифракции рентгеновских лучей положило начало широкомасштабным исследованиям структурных характеристик материалов, среди которых важнейшее значение приобрели вопросы дефектообразования в кристаллах при их выращивании. В числе методов, основанных на явлениях дифракции рентгеновских лучей и применяемых для исследования кристаллов, особое место занимает рентгеновская топография (РТ). Рентгеновская дифракционная топография является в настоящее время стандартным методом исследования реальной структуры высокосовременных кристаллов и в современном представлении ассоциируется с известными работами Ланга [1, 2]. В действительности ее истоки следует отнести к 30-м гг. прошлого века, т.е. ко временам, не слишком отдаленным от даты открытия дифракции рентгеновских лучей. Тогда исследователи пытались применить ее к природным кристаллам типа каменной соли, кальцита и кварца, поскольку искусственно выращенные кристаллы не обладали совершенной структурой.

С началом выращивания монокристаллов полупроводников появился мощный импульс для развития РТ. Особенно много работ было выполнено на кремнии. РТ оказалась максимально адаптированной именно к исследованию этого материала, который вскоре стал одним из основных материалов микроэлектроники. Развитие РТ и совершенствование сначала технологии выращивания, а затем и приборной технологии на основе кремния шли параллельно при взаимном обогащении идеями и достижениями. Затем применение РТ расширилось и распространилось на

другие материалы, в частности на полупроводниковые соединения типа  $A^3B^5$ ,  $A^2B^6$  и другие. В соответствии с требованиями времени и в связи с накопленным опытом исследований название РТ последовательно изменялось от рентгеновской дифракционной микроскопии и микрорентгенографии к топографии и теперь к *diffraction imaging*. Название “рентгеновская топография” ввел Рамачандран, затем Реннинггер [3]. Это название сохранилось как наиболее удобное до сих пор. Сохранилась и аббревиатура “X-TOP” в названии регулярно проводившихся европейских симпозиумов, а теперь конференций, хорошо отражающих пути развития РТ, которым в 2012 г. исполняется 20 лет.

Постепенно от РТ отделялись новые направления. Сначала это была рентгеновская интерферометрия, затем с использованием синхротронного излучения (СИ) появились абсорбционная топография (радиография), фазово-контрастная топография (интроскопия), томография и топо-томография [4]. В настоящее время РТ широко используется в физическом материаловедении. Она способствует развитию новых технологий в микро-, опто- и акустоэлектронике, являясь необходимым звеном научно-технического прогресса.

В настоящей работе обобщается опыт авторов по практическому применению методов рентгеновской топографии для изучения реальной структуры кристаллов, приведены примеры оптимизации технологии изготовления ряда практически важных материалов и приборов микроэлектроники.

## ОСНОВНЫЕ ПРИНЦИПЫ РЕНТГЕНОВСКОЙ ТОПОГРАФИИ. КОНТРАСТ. МЕТОДЫ

Рентгеновская топография – это группа методов для получения изображения вариаций интенсивности, дифрагируемой различными точками поверхности или объема кристалла [3]. Ее физической основой является динамическая теория рассеяния рентгеновских лучей. Интерпретация получаемых изображений проводится на основе динамической и кинематической теорий дифракционного изображения, являющихся частным случаем теории рассеяния рентгеновских лучей кристаллами с дефектами. Несмотря на сложность механизма формирования дифракционного изображения дефектов, они достаточно наглядны и позволяют получать о дефектах разную информацию качественного, а иногда и количественного характера. К настоящему времени рассчитаны изображения основных типов дефектов в кристаллах.

Рентгеновская топография относится к прямым методам исследования реальной структуры кристаллов. Она объединяет группу дифракционных методов, в которых информация о дефектах извлекается из картин их дифракционного изображения – топограмм. Природа чувствительности РТ к дефектам в кристаллах деформационная. Это означает, что РТ чувствительна к таким дефектам, которые нарушают периодическое строение кристаллической решетки, смещая ее узлы из своего правильного положения: дислокациям, включениям и преципитатам, двойникам, дефектам упаковки, таким концентрационным неоднородностям, как полосы роста и “эффект грани”. Высокая чувствительность к малым ( $10^{-3}$ – $10^{-7}$ ) деформациям обуславливает большую ширину изображения дефектов (от нескольких единиц до нескольких десятков микрон). Это ограничивает круг кристаллов для исследования методами РТ по плотности дислокаций ( $N_D < 10^5 \text{ см}^{-2}$ ). Геометрическое разрешение методов РТ составляет от одного до нескольких микрометров [5, 6].

В основе формирования дифракционного изображения дефектов лежит динамическое взаимодействие рентгеновского излучения с кристаллом, представляемое в виде распространения волнового поля. Для него характерны и имеют большое значение по крайней мере два эффекта: маятниковый эффект (или *pendellösung*), выражающийся в периодическом изменении интенсивности по толщине кристалла, и эффект поглощения, включающий в себя аномальное прохождение рентгеновских лучей (или эффект Бормана). Оба эффекта играют важную роль в формировании контраста изображений дефектов.

Существуют несколько типов контраста: экстинкционный, аномального прохождения рент-

геновских лучей, ориентационный и контраст, связанный с изменением структурного фактора. Наиболее важны первые два. Они проявляются в виде усиления или ослабления интенсивности изображения дефектов относительно фона и характерны для конкретного метода РТ. На топограммах отражаются не сами дефекты, а дальнедействующее поле напряжений на расстоянии нескольких микрон от их ядра. Основой экстинкционного контраста является так называемое прямое изображение, формируемое самой нарушенной частью кристалла вблизи ядра дефекта, где разориентация решетки превышает ширину кривой отражения в 1.5–2 раза. Распространяющееся волновое поле не успевает приспособиться к деформированной решетке, и изображение по своей природе является кинематическим. Его характеризует повышенная интенсивность относительно фона, а также резкость при ширине в несколько микрон. Прямое изображение может сопровождать динамическое, обусловленное ослаблением волнового поля в связи с выталкиванием его из области сильных искажений и рождением новых волновых полей. Обычно оно выглядит как широкая тень ослабленной относительно фона интенсивности. Возможно и промежуточное (или межветвевое или межзонное [7]) изображение дефекта, возникающее в результате межзонного рассеяния в сильно искаженной области кристаллической решетки. В изображении дислокаций оно проявляется в виде интерференционных полос между прямым и динамическим изображениями.

Термины прямого, динамического и промежуточного изображения были введены Отье [3]. При увеличении расходимости падающего на кристалл пучка рентгеновских лучей происходит усреднение изображения дефектов вдоль направления сканирования образца и фотопленки. Большинство тонких деталей исчезает, и изображение более соответствует геометрической конфигурации дефекта в объеме образца. Контраст упрощается, хотя механизм его образования усложняется. В общем случае контраст дефекта сильно зависит от поглощения рентгеновских лучей и, следовательно, от толщины кристалла. Различают два случая: тонкого кристалла, когда  $\mu t < 1$  ( $\mu$  – линейный коэффициент фотоэлектрического поглощения,  $t$  – толщина кристалла вдоль хода лучей) и контраст обусловлен интерференцией двух типов блоховских волн в волновом поле, и толстого ( $\mu t \gg 1$ ) кристалла, когда контраст определяется эффектом аномального прохождения рентгеновских лучей. В первом случае контраст называется экстинкционным, во втором теньвым или бормановским [8].

К настоящему времени разработаны и широко используются ряд однокристалльных (метод Ланга, аномального прохождения рентгеновских лу-

чей (АПРЛ), секционная топография, Берга–Барретта–Ньюкирка, метод углового сканирования и т.д.) и различные варианты многокристалльных топографических методов, условия применения которых рассмотрены, например, в [9–11]. Методы различаются по геометрии дифракции (трансмиссионные методы и методы отражения) и имеют свою специфику, определяемую поглощением рентгеновских лучей, расходимостью падающего пучка и конкретной задачей исследования. Для слабопоглощающих кристаллов (Si, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SiC, алмаз и др.) и при исследовании дефектов в объеме кристаллов преимущественно используются трансмиссионные методы (Ланга, АПРЛ, секционный). 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.

Возможности рентгеновской топографии существенно возросли при использовании СИ. Оно позволяет использовать очень слабые отражения, выявлять предельно малые деформации, изучать рост кристаллов *in-situ*, зарождение и миграцию дефектов в кристаллах и тонких пленках, динамику доменов и фазовых переходов и т.п. [6]. В последнее время оно успешно используется при исследовании биообъектов. В частности, топографические исследования с использованием СИ показали, что дислокации, наблюдаемые в неорганических кристаллах, могут вводиться не только в органические кристаллы с малыми молекулами, но и в кристаллы белков [12]. Это позволяет более детально изучать особенности роста и дефекты в сложных белковых кристаллах.

#### РЕНТГЕНОВСКАЯ ТОПОГРАФИЯ В МАТЕРИАЛОВЕДЕНИИ КРЕМНИЯ И ПРИБОРНЫХ СТРУКТУР НА ЕГО ОСНОВЕ

В настоящее время можно утверждать, что РТ не только сыграла заметную роль в становлении и развитии материаловедения кремния, а также технологии создания приборов на его основе, но будет востребована и в будущем, поскольку может быть адаптирована к решению новых задач, а кремний остается одним из основных материалов микроэлектроники.

Монокристаллический кремний удобен для исследования методами РТ, так как обладает низким поглощением рентгеновских лучей. При условии  $\mu t < 1$  он может эффективно исследоваться трансмиссионным методом Ланга, а при  $\mu t \gg 1$  методом АПРЛ. При этом интервал исследуемых толщин составляет 0.015–1 мм в первом случае и 1–2 мм и более во втором. Методом отражения могут быть исследованы поверхностные слои и пленки кремния толщиной 0.001–0.05 мм.

С помощью РТ были достигнуты успехи в определении важных характеристик отдельных дислокаций в кремнии и параметров дислокационных конфигураций, а также в изучении кинетических свойств дислокаций [13]. Большую роль в этих исследованиях сыграли динамические эксперименты, в которых применялась телевизионная визуализация топографических изображений [14]. Методами РТ исследованы дефекты упаковки, поры, включения и выделения примесей, двойники и другие дефекты в кремнии [15]. Много внимания было уделено изучению полос роста, границ разного типа, микродефектов. Ростовые микродефекты (кластеры точечных дефектов, мелкие дислокационные петли и их скопления) в кристаллах чистого кремния, получаемых бестигельной зонной плавкой, обычно не выявляются традиционными методами РТ без предварительного декорирования примесями или проявления ими дислокационной активности, поскольку характеризуются слабыми короткодействующими напряжениями кристаллической решетки. Однако с помощью плосковолновой топографии микродефекты А-типа и наиболее крупные дефекты В-типа могут быть выявлены и исследованы. В сочетании с моделированием и расчетом дифракционных изображений этим методом определены размеры, природа и избыточный объем дефектов А-типа [16–18]. Эти и другие исследования привели к изменению сертификации кремния, получаемого промышленными способами в отношении содержания микродефектов.

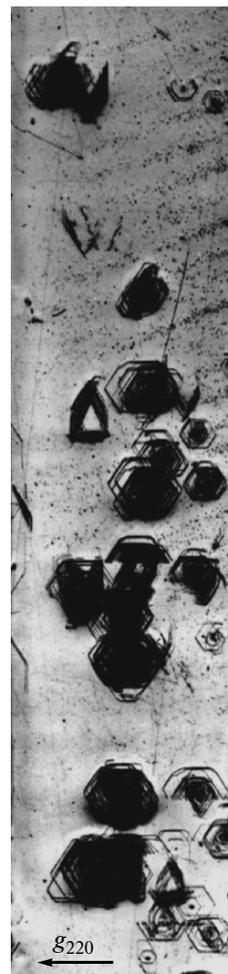
Рентгеновская топография использовалась для изучения многих процессов создания приборных структур на основе кремния, начиная с резки и обработки поверхности, окисления, геттерирования, диффузии и имплантации примесей до финишных стадий создания готовых приборов. На основе РТ изучены напряжения, вносимые при создании масок из SiO<sub>2</sub>, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> [9], а также металлизации и образования контактов. С помощью РТ во многих приборных структурах определялись строение и механизмы образования сеток дислокаций несоответствия. Множество работ посвящено исследованию процесса распада пересыщенных твердых растворов примесей, в том числе главных ростовых примесей в кремнии — кислорода и углерода [19]. В связи с неразрушающим характером топографических исследований возможно постадийное изучение формирования дефектов и контроль технологического процесса. Можно различать ростовые и технологические дефекты в кремниевых пластинах, изучать взаимодействие между ними на разных этапах создания приборов и таким образом совершенствовать технологический процесс.

На рис. 1 показано, как отдельные микродефекты, сконцентрированные в полосах роста кремния, выращенного по методу Чохральского,

генерируют дислокационные петли под действием деформации сжатия. Этот процесс может привести к тому, что исходно бездислокационный кремний станет сильнодислокационным.

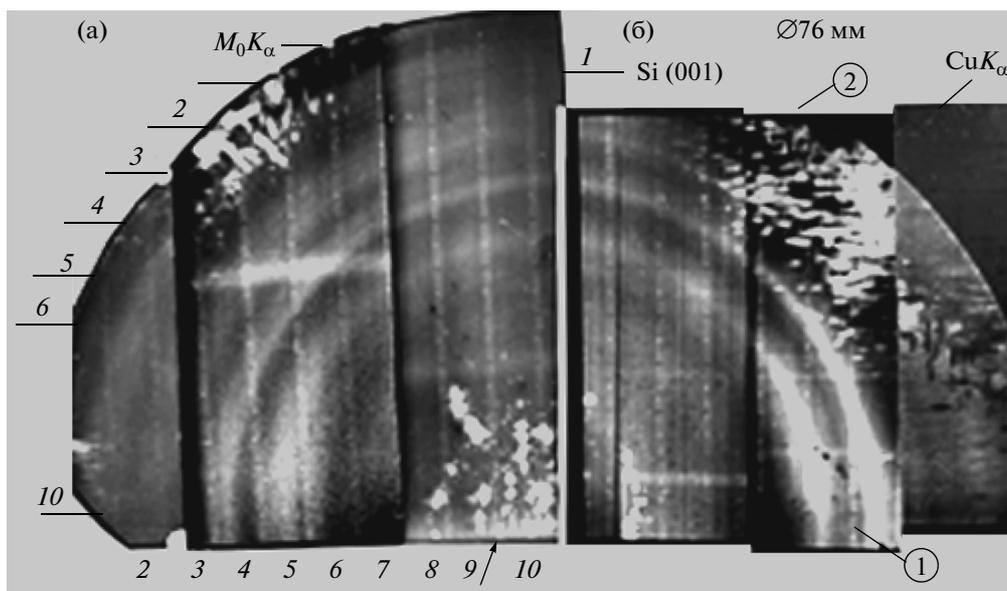
Наиболее успешным было применение РТ на этапах, когда технология еще не достигла субмикронного размера элементов приборных структур. При этом особое значение приобрели работы, в которых изучалась корреляция структурных и иных дефектов со свойствами приборов. На рис. 2 показана серия топограмм, полученных от полупластины кремния диаметром 76 мм с изготовленными на ней диффузионными фотодиодами размером  $3.5 \times 3.5$  мм<sup>2</sup>. Характеристики фотодиодов (величину обратного тока и фототока) можно было сравнить с распределением дефектов в пластине в пределах каждого фотодиода с помощью наложения сетки измерений, выполненной в масштабе топограмм. Пластина характеризовалась ростовой концентрационной неоднородностью в виде колец и скоплениями дислокационных петель. Топограммы получили методом ограниченных проекций [20], поскольку на обратной (нерабочей) стороне пластины находился геттер, мешающий получить изображение дефектов в объеме образца. Метод позволил отсечь нежелательное изображение слоя кристалла с геттером, повысить разрешение и определить, что скопления дислокаций представляли собой дислокационные петли, распространяющиеся из единичных центров в четырех пересекающихся плоскостях скольжения  $\langle 111 \rangle$ . Эти скопления распределены локально и попадают лишь в отдельные фотодиоды. Сравнивая значения обратного тока и фототока в этих диодах с остальными, удалось выяснить влияние структурных дефектов пластины на электрические параметры фотодиодов [21].

Для исследования кремния, в том числе для оценки качества кристаллов в процессе технологических обработок, очень эффективным оказался секционный метод Ланга [1, 2]. Этот метод, осуществляющийся в условиях коллимации падающего пучка в приближении сферической волны в случае слабопоглощающего кристалла, позволяет получать на топограммах изображение системы интерференционных полос, которые чрезвычайно чувствительны к слабым напряжениям кристаллической решетки. По оценкам [22] секционный метод Ланга по отношению к некоторым дефектам чувствительнее проекционного метода в 22 раза. Интерференционные полосы наблюдаются в совершенных кристаллах, в которых деформация решетки не превышает  $10^{-6}$  [4]. С одной стороны, это позволяет обнаруживать в кристаллах кремния дефекты, не образующие прямого (кинематического) изображения из-за очень слабых нарушений решетки [22], а с другой — получить универсальный тест на совершенство структуры кристаллов. Это свойство секционного



**Рис. 1.** Генерация дислокационных петель микродефектами, сосредоточенными в полосах роста кремния, выращенного по методу Чохральского, в результате одноосной деформации сжатия в направлении роста  $[111]$ . Деформация проводилась при температуре 700°С. Топограмма по методу Ланга,  $MoK_{\alpha 1}$ -излучение, 220 отражение. Ширина пластинки кремния 3 мм.

метода Ланга может эффективно использоваться при оценке нарушений, вносимых в кремний при технологической обработке в процессе создания приборов микроэлектроники [23, 24]. Для тех же целей может использоваться и секционный метод в геометрии отражения [25]. С появлением технологий приборных структур с субмикронными размерами элементов возникли трудности в применении традиционных методов РТ, это потребовало разработки методов повышенного разрешения и чувствительности. К таким методам относятся двухкристальные методы и особенно метод плосковолновой топографии [9–11] и его аналоги [26]. С применением СИ эти методы могут быть многокристальными [27]. В последнее время указанные выше методы приобретают главным обра-



**Рис. 2.** Монтаж топограмм полупластины кремния с сеткой диффузионных фотодиодов в виде квадратов со стороной 3.5 мм. На фоне сетки фотодиодов видна концентрационная неоднородность пластины и крупные скопления дислокаций (обозначены цифрами в кружках). Цифрами без кружков обозначены номера фотодиодов. Топограммы получены методом ограниченных проекций Ланга в  $MoK_{\alpha 1}$ -излучении (а) и методом АПРЛ в  $CuK_{\alpha 1}$ -излучении (б), отражение 220.

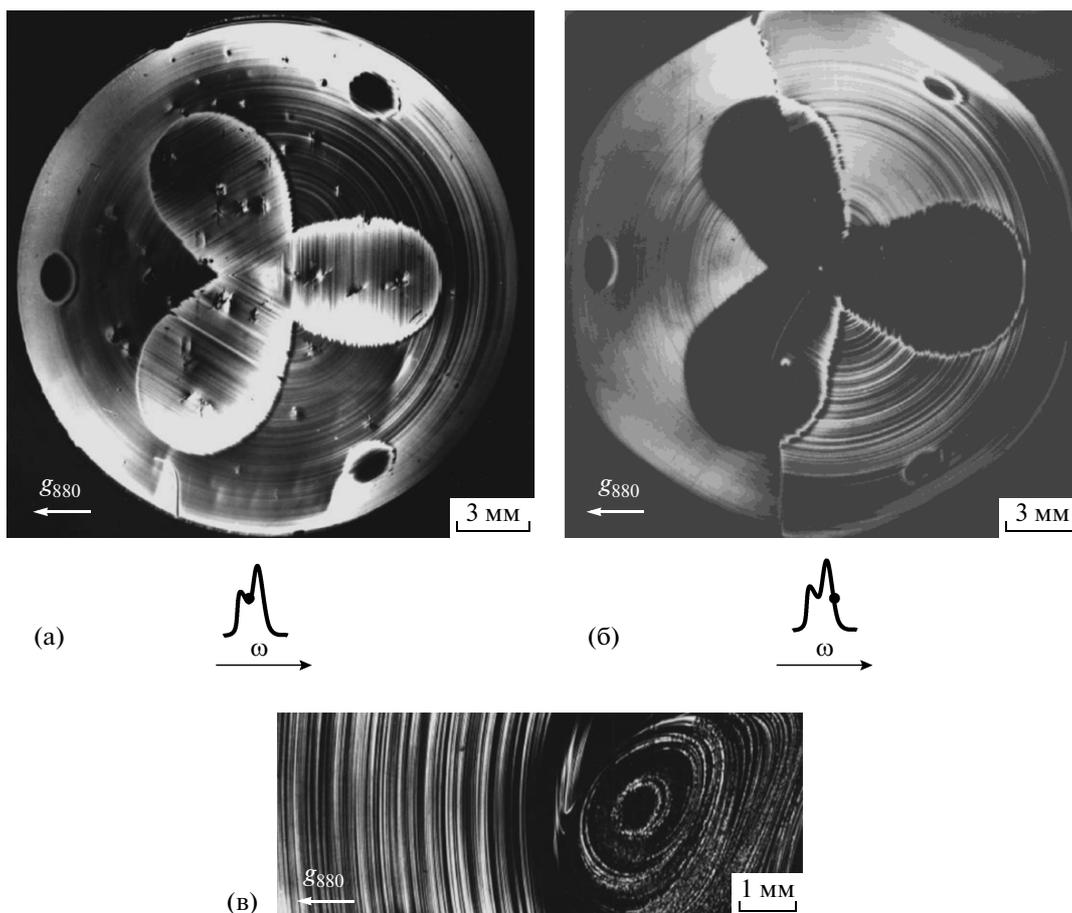
зом аналитическое значение и используются для получения количественных характеристик отдельных дефектов и реальной структуры кристаллов в целом. Разработанные для исследования кремния они впоследствии пригодились при исследовании полупроводниковых соединений и решении специальных задач.

### ОСОБЕННОСТИ РЕНТГЕНОТОПОГРАФИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ ПОЛУПРОВОДНИКОВЫХ СОЕДИНЕНИЙ И ДИЭЛЕКТРИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ

В современной микроэлектронике и полупроводниковой промышленности широко используются полупроводниковые соединения II–VI (CdTe, CdHgTe...), III–V (GaAs, InAs, GaSb...), IV–IV (SiC), диэлектрические (сапфир, гранаты...) и другие кристаллические материалы. По сравнению с элементарными полупроводниками Ge и Si эти материалы, как правило, характеризуются сильным поглощением рентгеновского излучения [28] и являются более несовершенными по структуре. Поэтому для контроля дефектов в таких кристаллах предпочтительными являются методы РТ в геометрии отражения. Наиболее эффективна двухкристальная топография в брэгговской геометрии дифракции, особенно в плоско-волновом варианте, когда расходимость падающего пучка много меньше полуширины кривой качания. В этом случае может быть достигнута

крайне высокая чувствительность к малым ( $<10^{-7}$ ) деформациям решетки.

В качестве примера на рис. 3а представлена двухкристальная топограмма монокристалла  $Gd_3Ga_5O_{12}$ , выращенного из шихты с 5%-ным избытком  $Ga_2O_3$  на этапе отработки технологии роста. Отчетливо выявляются полосы роста, выделения второй фазы и макронеоднородность распределения состава, обусловленная проявлением “эффекта грани”. В процессе роста на фронте кристаллизации появляются макроскопические грани  $\{211\}$  и  $\{110\}$ , с развитием которых связано формирование центральной трехлепестковой части и округлых пятен на периферии соответственно. С увеличением содержания Gd в кристалле плотность выделений второй фазы уменьшается, однако возрастает несоответствие периодов кристаллических решеток между ограниченными участками и остальной частью кристалла [29]. Это приводит к росту макронапряжений и растрескиванию кристаллов (рис. 3б). Анализ изображения полос роста позволяет выявить морфологические особенности фронта кристаллизации на начальном этапе зарождения граней (рис. 3в) и определить режимы роста, при которых огранения кристалла на фронте кристаллизации не происходит. Оптимизация состава и технологии выращивания кристаллов на основе рентгено топографических данных обеспечили получение высокосоввершенных бездислокационных кристаллов гадолиний-галлиевого граната



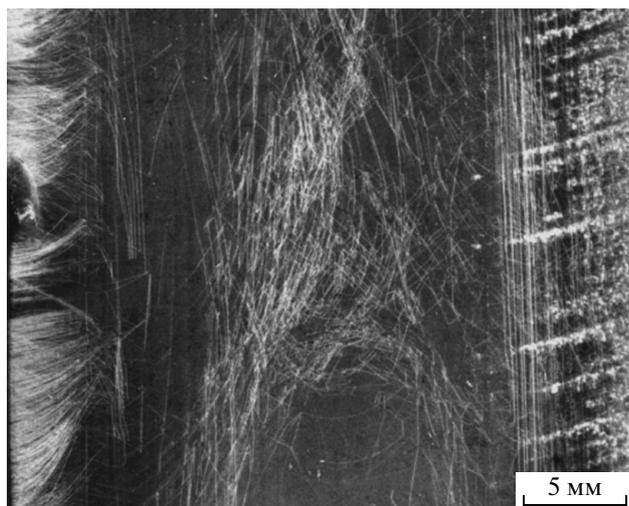
**Рис. 3.** Двухкристальные рентгеновские топограммы монокристалла гадолиний-галлиевого граната, выращенного из шихты с 5%-ным избытком  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  (а), с 3%-ным избытком  $\text{Gd}_2\text{O}_3$  (б) и в окрестности области зарождения грани  $\{110\}$  (в).  $\text{CuK}\alpha_1$ -излучение, отражение 880,  $\omega_{\text{В}}$ -геометрия дифракции, ориентация пластин  $(111)$ . Точкой отмечено угловое положение образца в процессе экспозиции.

и сложно-замещенных гранатов на его основе для лазерных и других применений [30].

Подложки из сапфира ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) благодаря комплексу уникальных характеристик этого материала (высокая температура плавления, химическая и радиационная стойкость, высокая твердость и прозрачность) находят широкое применение в микроэлектронике. Они используются, в частности, для получения эпитаксиальных слоев КНС (кремний на сапфире), GaN, InN, AlN, GaP, для производства интегральных схем, высокоинтенсивных светодиодов (зеленого, синего и белого свечения), лазерных диодов и СВЧ-транзисторов. При использовании таких сложных многокомпонентных кристаллов, когда стоимость материала высока, особенно необходимы неразрушающие методы контроля качества. Использование плосковолновой РТ в геометрии отражения в сочетании с методами атомно-силовой микроскопии и рентгеновского рассеяния [31] дает наиболее полную информацию о состоянии поверхности, что

позволяет оптимизировать технологию подготовки подложек под эпитаксию.

В результате рентгенотопографических исследований установлены причина и механизм образования блочной структуры в базисноограненных лентах сапфира, выращенных способом Степанова [32]. Поверхность этих лент представляет собой зеркально-гладкую базисную грань и не требует дополнительной обработки. Однако они очень чувствительны к тепловым условиям выращивания, и для них в отличие от лент других ориентаций характерна блочная структура. Было выяснено, что образование блоков в базисноограненных лентах происходит за счет взаимодействия дислокаций, принадлежащих пересекающимся призматическим системам скольжения. Установлена роль газовых включений как концентраторов напряжений и источников дислокаций, а также показано, что дислокации базисной системы легкого скольжения участвуют в развитии малоугловых границ и их преобразовании в границы блоков. Оптимизация теплового узла ростовой установки



**Рис. 4.** Типичная структура базисноограниченных безблочных лент сапфира, выращенных по способу Степанова. Плотность дислокаций не достигает критического значения для образования малоугловых границ и блоков. Топограмма получена методом обратного отражения Брэгга в  $\text{CuK}_{\alpha 1}$ -излучении, отражение 0006. Ширина ленты 30 мм.

с целью снижения уровня термических напряжений и уменьшения плотности дислокаций ниже критического для образования малоугловых границ значения ( $10^5 \text{ см}^{-2}$ ) позволила получить безблочные базисноограниченные ленты сапфира (рис. 4).

Важность задачи получения кристаллов с высокой однородностью свойств инициировала интенсивные исследования процессов, ответственных за формирование в кристаллах концентрационных и структурных неоднородностей. Они стали центральной частью экспериментов по выращиванию кристаллов в условиях микрогравитации, а также по физическому моделированию условий теплопереноса, характерных для малой гравитации, на Земле. Эти исследования служат основой совершенствования технологий получения кристаллов с заданными структурой и свойствами.

Известно, что флуктуации скорости роста, обусловленные главным образом нестационарной конвекцией в расплаве, приводят к неравномерному захвату примеси и формированию в кристаллах концентрационных микрон неоднородностей с амплитудой вариации состава до двух порядков величины [33]. Такие неоднородности отражают особенности теплопереноса вблизи фронта кристаллизации и являются в настоящее время основным источником информации о возмущениях процесса кристаллизации. Поэтому получение количественной информации об амплитуде и пространственных характеристиках флуктуации состава важно не только для разра-

ботки эффективных методов повышения однородности кристаллов, но и для анализа сложных процессов кристаллизации, в частности в условиях микрогравитации на борту космических аппаратов.

Вариации состава приводят к соответствующим изменениям периода кристаллической решетки, которые могут быть зарегистрированы рентгенотопографическими методами, обладающими высокими чувствительностью и пространственным разрешением, что позволяет получать комплексную информацию о взаимосвязи структурных и концентрационных неоднородностей в кристаллах. В [34–38] на примере кристаллов Ge и GaSb детально проанализированы возможности применения методов РТ для характеристики микросегрегации в кристаллах. Использование метода Ланга и АПРЛ в сочетании с цифровой обработкой РТ изображений позволяет получать частотные характеристики распределения примеси, а применение двухкристальной плосковолновой рентгеновской топографии [18, 37, 39] – в отдельных случаях проводить количественные оценки малых (до  $\sim 10^{-7}$ ) деформаций кристаллической решетки и соответственно слабых вариаций состава кристаллов. Это дает возможность регистрировать незначительные изменения режимов роста и проводить анализ существующих возмущений процесса кристаллизации по структурному отклику кристалла [35, 37]. Кроме того, особенности зависимости контраста рентгенотопографического изображения полос роста от направления вектора дифракции могут служить индикатором изменения структурного состояния примеси в кристалле [35].

Сочетание прецизионных рентгенотопографических методов характеристики реальной структуры кристаллов с численным моделированием процессов теплопереноса в расплаве [40, 41] позволяет углубить понимание закономерностей формирования концентрационных неоднородностей в кристаллах и использовать это понимание для совершенствования технологий получения кристаллов с лучшей структурой и/или с заданными свойствами.

#### РЕНТГЕНОТОПОГРАФИЧЕСКАЯ ХАРАКТЕРИЗАЦИЯ ЭПИТАКСИАЛЬНЫХ СТРУКТУР

Эпитаксиальные структуры являются важнейшим компонентом приборов микроэлектроники. Деформации и напряжения, возникающие в эпитаксиальных системах главным образом из-за несоответствия периодов кристаллических решеток сопрягаемых материалов, непосредственно влияют на рост, структуру, основные электрофизические параметры эпитаксиальных пленок и в значительной степени определяют деградационные

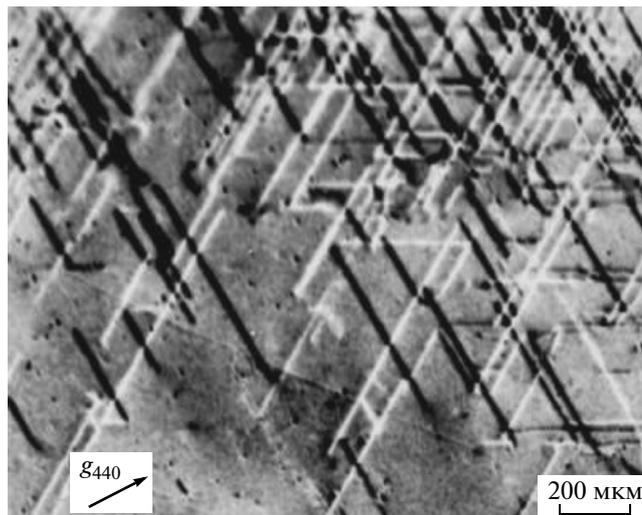
процессы в полупроводниковых приборах. Это определяет интерес к изучению механизмов формирования и взаимодействия дефектов в эпитаксиальных пленках.

Релаксация упругих напряжений в эпитаксиальных структурах посредством пластической деформации начинается при толщинах пленок, превышающих критические [42], и сопровождается образованием вблизи межфазной границы (в нейтральных системах) дислокаций несоответствия (рис. 5). Это приводит к значительному повышению плотности дислокаций в пленках, а при определенных условиях к формированию деформационных микродвойников и дефектов упаковки [43].

При исследовании эпитаксиальных структур РТ существенно дополняет электронную микроскопию, поскольку позволяет изучать начальные стадии пластической релаксации напряженных слоев, близких к критическим толщинам, когда плотность дислокаций несоответствия еще достаточно мала.

В [44, 45] на примере автоэпитаксиальных структур Ge(B)/Ge с использованием метода АПРЛ показан характер изменения дислокационной структуры на различных этапах роста пленки. При толщинах пленок, меньших критического значения (в области псевдоморфизма), дислокационная структура определяется дислокациями, прорастающими из подложки. Выше критической толщины  $t_c^I$  [42] начинается пластическая деформация посредством активации скольжения дислокационного сегмента в пленке с образованием дислокаций несоответствия вблизи межфазной границы. При превышении пленкой второй критической толщины  $t_c^{II}$  [44, 46] начинается процесс пластической деформации в подложке в области между межфазной границей и нейтральной системы с формированием характерных дислокационных конфигураций в виде вытянутых полупетель, что согласуется с особенностями распределения макронапряжений в эпитаксиальных структурах [45]. Целенаправленное изменение таких параметров эпитаксиальной структуры, как величина и профиль несоответствия (распределение состава), толщина пленки, толщина и ориентация подложки, позволяет в широких пределах изменять условия образования дислокаций и их расположение относительно металлургической границы.

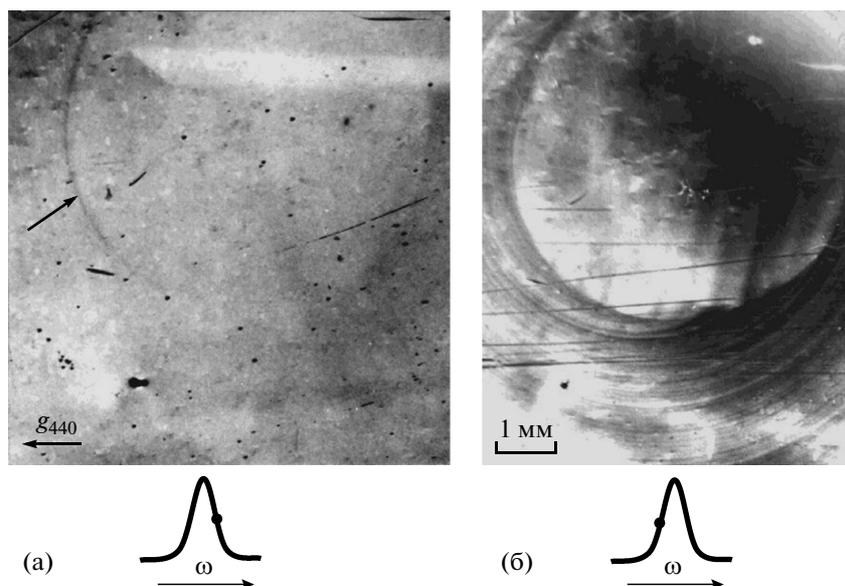
Особые преимущества при исследовании многослойных эпитаксиальных структур имеет двухкристальная топография, так как позволяет получить изображение и исследовать дефекты отдельно в подложке и пленке. В случае автоэпитаксиальных структур с малым несоответствием периодов кристаллических решеток подложки и пленки (и, соответственно, незначитель-



**Рис. 5.** Особенности рентгенографического изображения дислокаций несоответствия (ДН). Двухкристальная рентгеновская топограмма эпитаксиальной структуры Ge(B)/Ge, толщина пленки уменьшена полирующим химическим травлением до ~1 мкм,  $\text{CuK}\alpha_1$ -излучение, отражение 440. Контраст изображения ДН определяется ориентацией векторов Бюргерса ДН относительно вектора дифракции. Показана проекция вектора дифракции на плоскость топограммы.

ным смещением пика отражения от пленки относительно подложки) это может быть достигнуто съемкой на противоположных склонах кривой качания (рис. 6). Неоднородная упругая деформация эпитаксиальной пленки InAs, обусловленная ростом на неоднородную по составу из-за “эффекта грани” подложку InAs(Te), выявляется в виде специфического пограничного контраста (стрелка на рис. 6а). При исследовании гетероэпитаксиальных структур совместное использование двухкристальной топографии и дифрактометрии позволяет получать комплексную информацию о составе слоев (по величине несоответствия), их толщине (по периоду осцилляции интенсивности отражения, *pendellösung*), уровню остаточных макронапряжений (по радиусу кривизны пластин) и структурных дефектах по их топографическому изображению. Однако проведение подобных исследований осложняется значительным изгибом структур с большим несоответствием периодов решеток.

В некоторых типах гетероэпитаксиальных структур (например, Si/пористый Si/Si, гетероструктуры с квантовыми ямами типа Si/Ge<sub>0.2</sub>Si<sub>0.8</sub>/Si и т.п.) при двухкристальных топографических исследованиях возможно проявление пленочного интерферометрического эффекта с чрезвычайно высокой чувствительностью к ничтожным вариациям угла наклона отражающих плоскостей (до 0.002") и к локальной неоднородности толщин



**Рис. 6.** Неоднородная упругая деформация в эпитаксиальной пленке InAs (а), обусловленная “эффектом грани” в подложке InAs(Te) (б). Ориентация подложки (111), толщина пленки 1.5 мкм. Двухкристальные топограммы, полученные при съемке на противоположных склонах кривой качания,  $\text{CuK}_{\alpha 1}$ -излучение, отражение 440. Неоднородная деформация пленки проявляется в виде специфического пограничного контраста (стрелка). Показана проекция вектора дифракции на плоскость топограммы.

слоев (до нескольких ангстремов) [47]. Это позволяет на основе рентгенотопографических данных проводить прецизионные исследования взаимосвязи структурных, электронных и оптических свойств полупроводниковых гетероэпитаксиальных систем.

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Представленные результаты показывают, что рентгеновская топография является эффективным средством изучения тонкой структуры кристаллов и имеет большое значение в современном материаловедении. Ее использование позволяет получать детальную информацию об особенностях релаксационных процессов и структурном состоянии объемных монокристаллов и эпитаксиальных систем, в частности о механизмах генерации и распределения дислокаций, микродефектов и других дефектов.

Без использования рентгеновской топографии практически невозможно решать фундаментальные и прикладные задачи, связанные с ростом кристаллов и созданием приборов на их основе.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Lang A.R. // Acta Metall. 1957. V. 5. № 7. P. 358.
2. Lang A.R. // J. Appl. Phys. 1959. V. 30. № 11. P. 1748.
3. Authier A. // Dynamical theory of X-ray diffraction. Oxford: University press, 2003. P. 513.
4. Золотов Д.А., Бузмаков В.А., Асадчиков В.Е. и др. // Кристаллография. 2011. Т. 56. № 3. С. 426.
5. Tanner B.K. X-ray diffraction topography. Oxford: Pergamon Press, 1976. 174 p.
6. Bowen D.K., Tanner B.K. High resolution X-ray diffractometry and topography. London: Taylor and Francis, 1998. 74 p.
7. Суворов Э.В. Физические основы современных методов исследования реальной структуры кристаллов. Черноголовка, 1999. 231 с.
8. Данильчук Л.Н., Дроздов Ю.А., Окунев А.О. и др. // Завод. лаб. Диагностика материалов. 2002. Т. 68. № 11. С. 24.
9. Шульпина И.Л. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2000. № 4. С. 3.
10. Шульпина И.Л. // Завод. лаб. Диагностика материалов. 2000. Т. 66. № 2. С. 25.
11. Varuchel J., Hartwig J. // Basic courses of 6th Biennial Conference on High Resolution X-ray Diffraction and Imaging (X-TOP 2002). Grenoble, Aussois (France), 2002. P. 5.
12. Koishy M., Ohya N., Koizumi H. et al. // Cryst. Growth Des. 2007. V. 7. № 11. P. 2181.
13. Sumino K. // Nuovo Cimento. A. 1997. V. 19D. P. 137.
14. Суворов Э.В. // Электронная пром-сть. 1979. Вып. 6. С. 49.
15. Шульпина И.Л. // Материалы электр. техники. 1998. № 4. С. 61.
16. Крылова Н.О., Мелинг В., Шейхет Э.Г., Шульпина И.Л. // ФТТ. 1986. Т. 28. № 2. С. 40.
17. Каганер В.М., Инденбом В.Л. // Кристаллография. 1987. Т. 32. Вып. 2. С. 297.

18. Волошин А.Э., Смольский И.Л. // Кристаллография. 1993. Т. 38. Вып. 4. С. 12.
19. Пузанов Н.И., Эйдензон А.М. // Кристаллография. 1996. Т. 41. Вып. 1. С. 143.
20. Lang A.R. *Brit.* // J. Appl. Phys. 1963. V. 14. P. 904.
21. Shul'pina I.L., Sokolov V.I. // Inst. Phys. Conf. Ser. № 160. Papers presented at DRIP-97. 1998. P. 309.
22. Мильвидский М.Г., Осипьян Ю.А., Смирнова И.А., Суворов Э.В. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2001. № 6. С. 5.
23. Кютт Р.Н., Шульпина И.Л. // Письма в ЖТФ. 2006. Т. 32. № 24. С. 79.
24. Шульпина И.Л., Рувимов С.С., Кютт Р.Н. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2010. № 1. С. 38.
25. Шульпина И.Л. // Завод. лаб. Диагностика материалов. 2007. № 5. Т. 73. С. 1.
26. Barrett R., Varuchel J., Haertwig J., Zontone F. // J. Phys. D: Appl. Phys. 1995. V. 28. № 4. P. 250.
27. Ishikawa T. // J. Phys. D: Appl. Phys. 1995. V. 28. № 4. P. 256.
28. Shul'pina I.L., Argunova T.S. // J. Phys. D: Appl. Phys. 1995. V. 28. № 4. P. A47.
29. Прохоров И.А., Захаров Б.Г. // Электрон. Техника. Сер. Материалы. 1977. Вып. 6. С. 43.
30. Осико В.В., Сигачёв В.Б., Стрелов В.И., Тимошечкин М.И. // Квантовая электрон. 1991. Т. 18. № 2. С. 179.
31. Прохоров И.А., Захаров Б.Г., Асадчиков В.Е. и др. // Кристаллография. 2011. Т. 56. № 3. С. 515.
32. Шульпина И.Л., Бахолдин С.И., Крымов В.М., Антонов П.И. // Изв. РАН. Сер. физ. 2009. Т. 73. № 10. С. 1445.
33. Carlson D.J., Witt A.F. // J. Cryst. Growth. 1991. V. 108. P. 508.
34. Прохоров И.А., Безбах И.Ж., Захаров Б.Г., Шульпина И.Л. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2007. № 5. С. 42.
35. Прохоров И.А., Серебряков Ю.А., Безбах И.Ж. и др. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2009. № 12. С. 43.
36. Prokhorov I.A., Shul'pina I.L., Strelov V.I. et al. // Phys. Status Solidi. С. 2005. V. 2. P. 1902.
37. Прохоров И.А., Захаров Б.Г., Сидоров В.С., Стрелов В.И. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2009. № 2. С. 11.
38. Prokhorov I.A., Serebryakov Yu.A., Zakharov B.G. et al. // J. Cryst. Growth. 2008. V. 310. P. 5477.
39. Maekawa I., Kudo Y., Kojima S. et al. // Appl. Phys. Lett. 1993. V. 62. № 23. P. 2980.
40. Serebryakov Yu.A., Prokhorov I.A., Vlasov V.N. et al. // J. Cryst. Growth. 2007. V. 304. P. 11.
41. Prokhorov I.A., Zakharov B.G., Senchenkov A.S. et al. // J. Cryst. Growth. 2008. V. 310. P. 4701.
42. Matthews J.W., Mader S., Light T.B. // J. Appl. Phys. 1970. V. 41. P. 3800.
43. Stenin S.I. // Phys. Status Solidi. A. 1979. V. 55. P. 519.
44. Прохоров И.А., Захаров Б.Г., Кунакина О.Н., Акимов Г.Г. // Поверхность. Физика, химия, механика. 1983. Т. 5. С. 23.
45. Prokhorov I.A., Zakharov B.G., Man'shin V.S., Shul'pina I.L. // J. Phys. D: Appl. Phys. 1993. V. 26. P. A76.
46. Trukhanov E.M., Stenin S.I. // Phys. Status Solidi. A. 1981. V. 66. P. 125.
47. Kolesnikov A.V., Vasilenko A.P., Trukhanov E.M. et al. // Appl. Surf. Sci. 2000. V. 166. P. 82.