

ДИФРАКЦИЯ И РАССЕЯНИЕ ИОНИЗИРУЮЩИХ ИЗЛУЧЕНИЙ

УДК 548.73

ИССЛЕДОВАНИЕ МАКРОДЕФЕКТА В МОНОКРИСТАЛЛЕ КАРБИДА КРЕМНИЯ МЕТОДОМ РЕНТГЕНОВСКОГО ФАЗОВОГО КОНТРАСТА

© 2016 г. Т. С. Аргунова, В. Г. Кон¹, Дж.-Х. Лим², Дж. Х. Дже³

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

¹ *Национальный исследовательский центр “Курчатовский институт”, Москва, Россия*

² *Источник синхротронного излучения Pohang Light Source, Поханг, Республика Корея*

³ *Факультет материаловедения, Университет науки и технологии, Поханг, Республика Корея*

E-mail: argunova2002@mail.ru

Поступила в редакцию 24.09.2015 г.

Исследована морфология макродефекта в объеме монокристалла карбида кремния в форме пластины методом компьютерного моделирования экспериментально полученного рентгеновского фазово-контрастного изображения. В качестве макродефекта рассмотрена микротрубка, т.е. длинная полость в монокристалле с малым поперечным сечением, в общем случае эллиптической формы. Изображение микротрубки измерялось в дальнем поле с использованием синхротронного излучения без монохроматора. На основе одной проекции определены параметры эллиптического сечения микротрубки в двух направлениях: параллельно и перпендикулярно направлению распространения рентгеновского излучения при сканировании вдоль ее оси. Полученные результаты демонстрируют эффективность метода исследования таких макродефектов методом фазового контраста с использованием компьютерного моделирования в случае, когда положение дефекта в объеме образца заранее неизвестно.

DOI: 10.7868/S0023476116040020

ВВЕДЕНИЕ

Синхротронное излучение (СИ) с энергией фотонов 10 кэВ и выше позволяет получать изображения крупных дефектов в виде пустот в монокристалле с минимальным размером от долей до нескольких микрон за счет изменения фазы рентгеновской волны, поскольку сдвиг фазы на единицу длины пути луча в объекте изменяет волновое поле в 100 и более раз быстрее, чем поглощение. Фазовый контраст, как и контраст поглощения, можно измерить, используя простую экспериментальную схему на просвет [1, 2], путем регистрации излучения на некотором расстоянии от объекта.

Для крупных объектов с размерами несколько десятков микрон и более, которые эффективно отклоняют рентгеновские лучи на границах за счет преломления, изображение объекта методом фазового контраста можно получить даже на малых расстояниях от объекта, т.е. в ближнем поле, и в условиях низкой временной когерентности [3]. Более того, относительно широкий спектр СИ используют для изучения внутренней структуры с помощью методов томографии [4] и фазовой радиографии [5, 6]. Следует отметить, что в томографии 3D-изображения получают с помощью прямого метода, без использования теории дифракции, что часто не вполне корректно.

С другой стороны, изображения микрообъектов с размером поперечного сечения около одного микрона можно наблюдать только на больших расстояниях от детектора (т.е. в дальнем поле), потому что и контраст, и размер изображения на малых расстояниях столь малы, что находятся ниже порога разрешения детектора. С увеличением расстояния малый объект формирует дифракционную картину, контраст и размер изображения которой увеличиваются, но в этом случае для определения реальных размеров микрообъекта необходимо решение обратной задачи методом компьютерного моделирования, например [7], экспериментального изображения.

В настоящей работе изучались микротрубки, т.е. полости в монокристалле карбида кремния в виде трубок с эллиптическим сечением, которые являются такими объектами. Количественное изучение их морфологии, т.е. определение их ориентации, а также формы и размеров их поперечного сечения, представляет значительный интерес. Существенное упрощение обратной задачи в этом случае достигается за счет того, что в расчете изменением плотности объекта вдоль оси микротрубки можно пренебречь.

Известно, что радиус первой зоны Френеля $r = (\lambda z)^{1/2}$, где z – расстояние от объекта до детек-

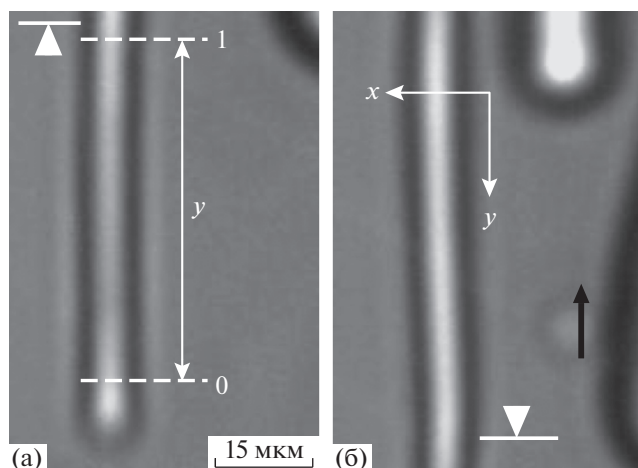


Рис. 1. Фазово-контрастные изображения одной и той же микротрубки в объеме кристалла $4H\text{-SiC}$: а – в начале трубки; б – в направлении ее роста. Фрагменты совмещаются по уровню, отмеченному белой стрелкой. Уровни 0 и 1 ограничивают интервал моделирования изображения $y = 51.8$ мкм. Направление роста кристалла показано черной стрелкой. Расстояние $z = 45$ см.

тора и λ – длина волны. Если r значительно меньше поперечных размеров объекта, то детали его поперечного сечения можно восстановить из серии 2D-проекций, измеренных в процессе вращения образца (томография). Однако положение микротрубки в объеме кристалла пластинчатой формы заранее неизвестно, поэтому использовать метод томографии невозможно.

В данном случае изменение поперечного сечения вдоль оси микротрубки происходит на расстояниях много больших, чем r , поэтому объект можно считать однородным вдоль оси трубки в каждом сечении, и для решения обратной задачи достаточно использовать только распределение интенсивности поперек микротрубки на одной проекции. В этом случае компьютерное моделирование экспериментального распределения интенсивности в конкретном месте на оси трубки позволяет определить два параметра эллиптического сечения микротрубки в данном сечении. Двигаясь вдоль оси микротрубки, можно также определить изменение этих параметров на основе одной 2D-проекции.

В настоящей работе впервые четко показано, что микротрубка в монокристалле карбида кремния не только может иметь эллиптическое сечение, как это было установлено еще в [8, 9], но это эллиптическое сечение может вращаться в процессе роста кристалла, т.е. при движении вдоль оси трубки, без существенного изменения площади ее поперечного сечения. Этот факт на основе одной 2D-проекции можно установить только с помощью компьютерного моделирования экс-

периментальных данных. Следует также отметить, что, как показано в [7], определяемые из расчета диаметры одного сечения в направлениях, перпендикулярном и параллельном направлению распространения пучка, нельзя однозначно сопоставить с реальными диаметрами эллиптического сечения микротрубки. Однако когда эллиптическое сечение микротрубки вращается, эти диаметры определяются однозначно как минимальный и максимальный диаметры из всего набора данных. Соответственно, можно определить и угол вращения.

ЭКСПЕРИМЕНТ И КОМПЬЮТЕРНОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ

Экспериментальные изображения микротрубок были получены на источнике СИ средней яркости Pohang Light Source (Южная Корея) без использования монохроматора. На станции 6D (X-ray micro-imaging) использовалось излучение от поворотного магнита, расположенного на расстоянии 32 м от образца, и вертикальный размер источника был равен 60 мкм. Благодаря малому угловому размеру источника (2×10^{-6} рад) длина пространственной когерентности в области засветки объекта равна 42 мкм, что значительно больше размеров сечения микротрубок в кристалле.

Изображения получали в дальнем поле при помощи высокоразрешающего детектора, чувствительного к видимому свету. Рентгеновское излучение, пройдя сквозь образец, возбуждало флуоресценцию кристалла-сцинтиллятора CdWO_4 . Затем оптический объектив $20\times$ фокусировал изображение на матрицу детектора с разрешением 1600×1200 пикселей, эффективно уменьшая размер пикселя от 7.4 до 0.37 мкм.

Образцы в форме пластин были вырезаны вдоль направления роста були $4H\text{-SiC}$ и тщательно отполированы с обеих сторон. Микротрубки – это дефекты кристаллической структуры, которые формируются в процессе роста кристаллов SiC [10]. Обычно они параллельны направлению роста [0001]. Оси микротрубок, параллельные поверхности образцов, были ориентированы перпендикулярно направлению распространения пучка и расположены горизонтально, чтобы использовать наименьший (вертикальный) размер источника. Фазово-контрастное изображение (рис. 1) получено с использованием пучка, параллельного оси z . Оно повернуто на угол 90° для того, чтобы микротрубка, параллельная оси y , приняла вертикальное положение. Экспериментальные профили интенсивности измеряли поперек оси микротрубки (вдоль оси x) с помощью программы ImageJ [11].

Численное моделирование выполнено с помощью программы FIMTİM, подробно описанной в [7–9, 12–15]. Предполагалось, что сечение микротрубки пучком имеет эллиптическую форму. Поперечный D и продольный D_1 диаметры сечения расположены перпендикулярно и параллельно пучку соответственно. Программа вычисляет теоретические профили интенсивности, автоматически изменяя параметры D и D_1 , и сравнивает их с экспериментальным профилем интенсивности. Широкий спектр излучения учитывался в расчете путем суммирования изображений для монохроматических гармоник с весом, соответствующим реальному спектру СИ, измеряемому детектором. Программа сама рассчитывает спектр излучения с учетом всех поглотителей на пути пучка, включая образец.

В процессе расчета программа автоматически ищет ближайший минимум суммы квадратов отклонений $\chi^2(D, D_1)$ теоретического профиля от экспериментальных точек, начиная с начальных значений на квадратной сетке значений параметров D и D_1 , постепенно уменьшая шаги сетки. Для оценки точности полученных диаметров сечения микротрубки в точке минимума $\chi^2(D, D_1)$ программа вычисляет двумерную карту функции $\chi^2(D, D_1) - \chi^2_{\min}$ вблизи этой точки. Чем круче минимум в каком-либо направлении, тем точнее определяется диаметр сечения.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 1 приведены два изображения одной микротрубки: в ее начале и далее по направлению роста. В нижней части изображения на рис. 1а контраст яркий в центре и темный по краям, в средней части центр изображения микротрубки темнеет, а в верхней – снова светлеет. Выше уровня, отмеченного белой стрелкой на рис. 1б, ось микротрубки отклоняется от направления роста кристалла сначала в левую, а затем в правую сторону. Подобные отклонения наблюдались для многих других микротрубок в кристаллах SiC политипов 4H и 6H, выращенных методом сублимации.

Кроме того, поперечные размеры микротрубок изменялись вдоль их осей. Можно предположить, что изменение цвета контраста на рис. 1а вызвано изменениями либо площади, либо формы сечения, либо обоих параметров сразу. При использовании одномерной модели структура изображения не должна изменяться на расстояниях меньше $2r$ вдоль оси микротрубки, где r – радиус первой зоны Френеля. То есть одномерная модель применима лишь в том случае, когда изменения вдоль оси происходят достаточно медленно. Это условие в данном случае выполнялось.

Экспериментальные профили интенсивности были измерены с мелким шагом в пределах отрез-

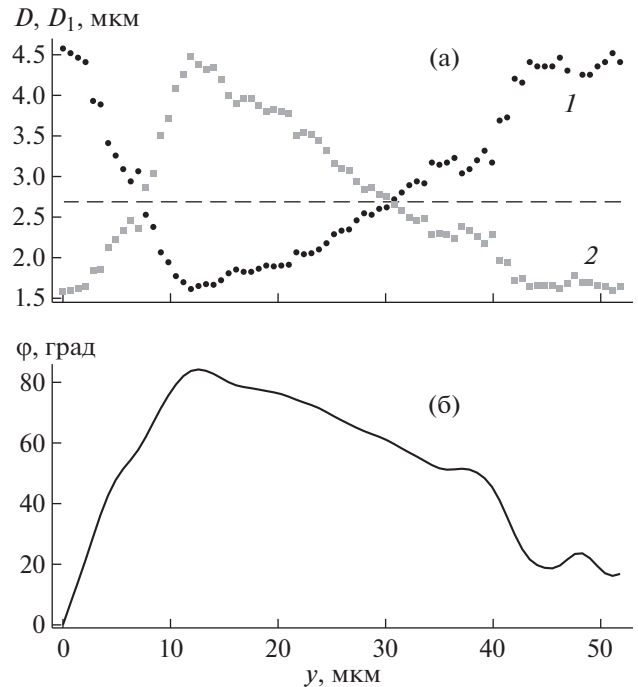


Рис. 2. Зависимость поперечного $D(y)$ (1) и продольного $D_1(y)$ (2) диаметров сечения микротрубки от расстояния y вдоль ее оси (а). Площадь сечения микротрубки σ представлена величиной $(DD_1)^{1/2}$ и показана прямой пунктирной линией. Зависимость угла поворота φ эллиптического сечения от расстояния y (б).

ка длиной $y = 51.8$ мкм (рис. 1), который значительно больше радиуса первой зоны Френеля $r = 5.9$ мкм, на расстоянии $z = 45$ см от образца. По результатам компьютерного моделирования сечений между уровнями 0 и 1 площадь сечения σ изменилась незначительно, однако диаметры D и D_1 заметно изменились. Логично предположить, что сечение повернулось вокруг оси микротрубки. Чтобы определить угол вращения, было исключено небольшое изменение площади путем деления D на отношение σ/σ_1 , где σ_1 и σ – площади сечения в начале и текущей точке рассмотренного интервала. В результате получена зависимость угла поворота диаметров от расстояния вдоль оси микротрубки. На рис. 2а кривые $D(y)$ и $D_1(y)$ представлены черным и серым цветом соответственно. Поведение кривых подтверждает, что микротрубка дважды повернулась вокруг своей оси на 90° . Вращение микротрубки сопровождается очень малым изменением ее сечения σ . Интересно, что первый поворот, имевший место недалеко от места зарождения, более быстрый, чем второй.

Допустим, что угол поворота φ равен нулю на уровне 1. Тогда $d = D$, $d_1 = D_1$. В других точках имеем:

$$D = [(d \cos \varphi)^2 + (d_1 \sin \varphi)^2]^{1/2}, \quad D_1 = dd_1/D. \quad (1)$$

Это уравнение позволяет определить зависимость угла поворота φ от расстояния u в направлении от D к D_1 , по формуле

$$\sin \varphi = \left[(1 - S^2/d^2)/(1 - d_1^2/d^2) \right]^{1/2}, \quad (2)$$

полагая сначала $S = D$, а затем $S = dd_1/D_1$. Зависимость $\varphi(u)$ показана на рис. 2б. Кривая имеет асимметричную форму, которая наглядно свидетельствует о том, что поворот эллиптического сечения происходит дважды (от 0° до 90° и от 90° до 0°) с разной скоростью.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Компьютерное моделирование экспериментальных распределений интенсивности в направлении, перпендикулярном направлению распространения пучка и поперек оси микротрубки на основе одной 2D-проекции, позволило определить размер и форму сечения микротрубки в объеме монокристалла SiC и выявить изменение этих параметров в процессе роста кристалла. Широкий спектр СИ и простая схема эксперимента на просвет обеспечили высокую интенсивность, но не позволили наблюдать дифракционную картину нигде, кроме центральной части изображения микротрубки. Тем не менее даже профили интенсивности простой формы можно использовать для моделирования. В результате были получены параметры, характеризующие сечение в направлениях, параллельном и перпендикулярном направлению распространения пучка, при движении вдоль оси микротрубки. Отметим, что угол поворота φ сечения невозможно определить пря-

мым методом, поскольку положение микротрубки в образце заранее неизвестно.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Snigirev A., Snigireva I., Kohn V. et al.* // Rev. Sci. Instrum. 1995. V. 66. P. 5486.
2. *Hwu Y., Hsieh H.H., Lu M.J. et al.* // J. Appl. Phys. 1999. V. 86. P. 4613.
3. *Hwu Y., Tsai W.-L., Groso A. et al.* // J. Phys. D: Appl. Phys. 2002. V. 35. P. R105.
4. *Jung H., Kim H.J., Hong S. et al.* // IEEE Transac. Nucl. Sci. 2002. V. 49. P. 2262.
5. *Rack A., Zabler S., Müller B.R. et al.* // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A. 2008. V. 586. P. 327.
6. *Weon B.M., Je J.H., Hwu Y. et al.* // Phys. Rev. Lett. 2008. V.100. P. 217403.
7. *Kohn V.G., Argunova T.S., Je J.H.* // AIP Advances. 2013. V. 3. P. 122109.
8. *Gutkin M.Yu., Sheinerman A.G., Smirnov M.A. et al.* // Appl. Phys. Lett. 2008. V. 93. P. 151905.
9. *Аргунова Т.С., Кон В.Г., Же Ж.Н.* // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтр. исслед. 2008. № 12. С. 48.
10. *Heindl J., Strunk H.P., Heydemann V.D. et al.* // Phys. Status. Solidi. A. 1997. V. 162. P. 251.
11. <http://imagej.nih.gov/ij/download.html>
12. *Kohn V.G., Argunova T.S., Je J.H.* // Appl. Phys. Lett. 2007. V. 91. P. 171901.
13. *Argunova T., Kohn V., Jung J.-W. et al.* // Phys. Status. Solidi. A. 2009. V. 206. P. 1833.
14. *Kohn V.G., Argunova T.S., Je J.H.* // J. Phys. D: Appl. Phys. 2010. V. 43. P. 442002.
15. *Кон В.Г., Аргунова Т.С., Же Ж.Н.* // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтр. исслед. 2012. № 10. С. 60.