

INSTYTUT  
TECHNOLOGII  
MATERIAŁÓW  
ELEKTRONICZNYCH

# PRACE ITME

WOJCIECH WIERZCHOWSKI

**BADANIA REALNEJ STRUKTURY  
MONOKRYSTAŁÓW I WARSTW  
EPITAKSJALNYCH  
Z ZASTOSOWANIEM PROMIENIOWANIA  
SYNCHROTRONOWEGO  
I SYMULACJI OBRAZÓW  
DYFRAKCYJNYCH**

1994

Zeszyt 44



INSTYTUT TECHNOLOGII MATERIAŁÓW ELEKTRONICZNYCH

**WOJCIECH WIERZCHOWSKI**

**BADANIA REALNEJ STRUKTURY  
MONOKRYSTAŁÓW I WARSTW  
EPITAKSJALNYCH  
Z ZASTOSOWANIEM PROMIENIOWANIA  
SYNCHROTRONOWEGO  
I SYMULACJI OBRAZÓW  
DYFRAKCYJNYCH**

Wydanie publikacji dofinansowane przez Komitet Badań Naukowych

WARSZAWA ITME 1994

<http://rcin.org.pl>

## KOLEGIUM REDAKCYJNE:

prof. dr hab. inż. Andrzej JELEŃSKI (redaktor naczelny)

doc. dr hab. inż. Paweł KAMIŃSKI (z-ca redaktora naczelnego)

dr Zygmunt ŁUCZYŃSKI, prof. dr hab. inż. Andrzej JAKUBOWSKI

doc. dr hab. inż. Jan KOWALCZYK, doc. dr Zdzisław LIBRANT

doc. dr hab. inż. Tadeusz ŁUKASIEWICZ, prof. dr hab. inż. Wiesław MARCINIAK

prof. dr hab. inż. Władysław K. WŁOSIŃSKI, mgr Eleonora JABRZEMSKA (sekretarz redakcji)

## Adres Redakcji:

INSTYTUT TECHNOLOGII MATERIAŁÓW ELEKTRONICZNYCH  
ul. Wólczyńska 133, 01-919 Warszawa, e-Mail: itme4@frodo.nask.org.pl

tel.	35 44 16 lub 35 30 41 w. 454	- redaktor naczelny
	35 30 41 w. 164	- z-ca redaktora naczelnego
	35 30 41 w. 129	- sekretarz redakcji

PL ISSN 0209 - 0058

Zeszyt 44 - Prac ITME zawiera rozprawę habilitacyjną dr Wojciecha Wierzchowskiego, pracownika Zakładu Unikalnych Metod Pomiarowych ITME, złożoną w Instytucie Technologii Elektronowej w Warszawie.

Skład i grafika komputerowa - ITME  
mgr inż. Andrzej Karwize

<http://rcin.org.pl>

1. Cel pracy .....	5
2. Wprowadzenie .....	7
2.1. Powstawanie odwzorowań defektów strukturalnych w metodzie topografii dwukrystalicznej .....	7
2.2. Badania krzywych dyfrakcyjnych monokryształów i warstw cienkich .....	9
2.3. Zastosowania spektrometrów dwukrystalicznych do pomiarów stałych sieci i oceny naprężeń .....	11
2.4. Odbiciowa topografia sekcyjna .....	11
2.5. Wcześniejsze zastosowania topografii rentgenowskiej w badaniach rozpatrywanej grupy materiałów .....	12
3. Teoretyczne i eksperymentalne badania odwzorowań defektów i krzywych dyfrakcyjnych .....	14
3.1. Podstawy teoretyczne .....	14
3.2. Metodyka obliczeń numerycznych .....	16
3.3. Obliczenia krzywych dyfrakcyjnych .....	22
3.4. Symulacja odwzorowań dyslokacji i wtrąceń otrzymanywanych metodą topografii dwukrystalicznej w monokryształach .....	27
3.5. Symulacja odwzorowań defektów w warstwach epitaksjalnych .....	36
3.6. Symulacja obrazów dyslokacji w odbiciowej topografii sekcyjnej .....	40
3.7. Badania obrazów błędów ułożenia w przypadku Bragga .....	44
4. Szczegóły badań eksperymentalnych .....	52
4.1. Przygotowanie próbek .....	52
4.2. Badania topograficzne .....	53
4.3. Pomiary stałych sieci .....	55
4.4. Badania stanu odkształceń sieci .....	57
4.5. Badania uzupełniające .....	58
5. Badania realnej struktury monokryształów i warstw epitaksjalnych .....	59
5.1. Badania monokryształów związków $A^{III}B^V$ .....	59
5.2. Badania półprzewodnikowych warstw epitaksjalnych .....	70
5.3. Badania stałej sieci i defektów w monokryształach $YAG$ .....	73

5.4. Badania struktury dyslokacyjnej i różnic parametru sieciowego w monokryształach diamentów syntetycznych .....	76
5.5 Zastosowania nowych modyfikacji metod topografii synchrotronowej w badaniach diamentów .....	87
6. Wnioski .....	92
Bibliografia .....	95
Podziękowania .....	109
Streszczenie .....	110
Abstract .....	110
Содержание.....	111

## 1. CEL PRACY

Rentgenowska topografia dyfrakcyjna i badania krzywych dyfrakcyjnych są ważnymi narzędziami badań monokryształów i cienkich warstw stosowanych w technologii współczesnych przyrządów elektronicznych. Dla możliwości interpretacyjnych odwzorowań topograficznych defektów w kryształach istotne znaczenie ma analiza efektów dyfrakcyjnych i wyciągnięcie wniosków mogących dostarczyć danych ilościowych. W szczególności ważnym narzędziem interpretacji efektów dyfrakcyjnych występujących w odwzorowaniach topograficznych jest metoda symulacji komputerowej, która wymaga jednak odpowiedniego modelowania zjawisk, uwzględniającego parametry fizyczne wpływające na rozkład natężenia ugiętych wiązek rentgenowskich. Są to zagadnienia związane ze stosunkowo mało poznaną optyką rentgenowską realnych kryształów.

W pracy przedstawiono najważniejsze wyniki badań prowadzonych przez autora w Instytucie Technologii Materiałów Elektronicznych *ITME* oraz w Royal Holloway College (połączonych z badaniami synchrotronowymi w Daresbury Laboratory). Badania te dotyczyły zastosowań topografii rentgenowskiej i rentgenowskich spektrometrów dwukrystalicznych do monokryształów i cienkich warstw w dwóch powiązanych ze sobą aspektach. Pierwszy aspekt dotyczył zjawisk dyfrakcyjnych, natomiast drugi zagadnień materiałowych.

Autor postawił sobie za cel głębsze poznanie i wykorzystanie efektów dyfrakcji promieniowania rentgenowskiego związanego z odwzorowaniem defektów sieci monokryształów i warstw epitaksjalnych, a następnie pokazanie w jakiej mierze te wyniki mogą być wykorzystane do identyfikacji defektów i wyciągania wniosków o charakterze materiałowym.

Istotnym elementem pracy było zastosowanie symulacji topograficznych odwzorowań defektów i krzywych dyfrakcyjnych w nowych przypadkach, co może się przyczynić do pokazania nowych możliwości. Dotyczyły one w najwyższym stopniu odbiciowej spektrometrii dwukrystalicznej monokryształów i warstw epitaksjalnych. Opracowano szereg programów z nowymi typami warunków brzegowych i nowymi procedurami obliczania pól deformacji wraz z uwzględnieniem rozbieżności wiązki promieniowania.

Jednym z ważniejszych wyników było uzyskanie po raz pierwszy prążków interferencyjnych w obrazach błędów ułożenia w przypadku Bragga. Przybliżenie teore-

tyczne tych obrazów uzyskano w oparciu o formalizm dynamicznej teorii dyfrakcji fali płaskiej.

W dalszej części pracy przedstawiono wyniki badań o aspekcie materiałowym. Celem ich było znalezienie prawidłowości dotyczących obrazu defektów, parametrów sieciowych i stanu odkształceń w różnych typach materiałów oraz uzyskanie informacji o przyczynach powstawania defektów. Znaczenie takich obserwacji wynika z wpływu realnej struktury na fizyczne właściwości monokryształów oraz sprzężenia doskonalenia technologii z potrzebą precyzyjnej charakterystyki materiałów.

Przedstawione w niniejszej pracy badania dotyczą materiałów mających istotne zastosowania w technologii przyrządów elektronicznych, a mianowicie:

1. monokryształów materiałów półprzewodnikowych (arsenku galu, krzemu oraz innych materiałów typu  $A^{III}B^V$ ),
2. warstw epitaksjalnych i implantowanych (krzemu i związków  $A^{III}B^V$ )
3. monokryształów  $YAG$ ,
4. diamentów sztucznych i naturalnych (badanych przez autora w Wielkiej Brytanii).

Jako przykład rezultatów pracy w aspekcie materiałowym można wymienić: stwierdzenie znaczenia domieszkowania dla powstawania różnej struktury defektowej w  $GaAs$ , porównania struktury komórkowej powstającej w wyniku ruchu dyslokacji w słabo domieszkowanym  $GaAs$  oraz struktury wywołanej wzrostem komórkowym, obserwacje dotyczące "solute trails" w monokryształach  $YAG$  oraz struktury defektowej i roli wtrąceń w diamentach syntetycznych.

W pracy przedstawiono również szereg udoskonaleń techniki eksperymentalnej. W szczególności opracowano oryginalną metodę pomiaru stałej sieci na spektrometrze dwukrystalicznym oraz udoskonalono metodę oceny deformacji sieci warstw epitaksjalnych. Oryginalnymi eksperymentami synchrotronowymi omówionymi w pracy były także badania odwzorowań w wiązce przechodzącej w przypadku Bragga i obserwacja efektu stereoskopowego w transmisyjnej topografii dwukrystalicznej.

Część prezentowanych wyników została omawiana w artykułach oraz w materiałach konferencji międzynarodowych i wydawnictwach *ITME*. Szereg wyników przedstawiano po raz pierwszy.



## 2. WPROWADZENIE

### 2.1. POWSTAWANIE ODWZOROWAŃ DEFEKTÓW STRUKTURALNYCH W METODZIE TOPOGRAFII DWUKRYSTALICZNEJ

W niniejszej pracy największą uwagę poświęcono zastosowaniom spektrometrów dwukrystalicznych, z konwencjonalnymi i synchrotronowymi źródłami promieniowania rentgenowskiego. Podstawowe zastosowania spektrometrów dwukrystalicznych w badaniach realnej struktury kryształów to realizacja wysokoczułej metody topograficznej [1, 2, 3] oraz precyzyjne pomiary krzywych dyfrakcyjnych.

Ważną cechą topografii dwukrystalicznej, jest większa niż w innych metodach topograficznych możliwość ilościowych oszacowań kontrastu. Jedną z możliwości takich oszacowań jest, zaproponowane przez Bonsego [1, 2], przybliżenie kontrastu jako zmiany natężenia  $\Delta I$  wywołanej przesunięciem maksimum dyfrakcyjnego

$$\Delta I = \frac{dP(\Theta)}{d\Theta} \left\{ \frac{\Delta d}{d} \operatorname{tg}\Theta_B + \vec{n}_g \cdot \vec{n}_t \Delta\Theta \right\} \quad (1)$$

Pierwszy człon wyrażenia opisuje zmianę kąta Bragga wywołaną względną zmianą odległości międzypłaszczyznowych, a drugi - składową dezorientacji w płaszczyźnie dyfrakcji. Wektory jednostkowe  $\vec{n}_g$  i  $\vec{n}_t$  są równoległe odpowiednio do wektora dyfrakcji i osi skręcenia  $\Delta\Theta$ . Pochodna krzywej dyfrakcyjnej  $P(\Theta)$  brana jest w punkcie krzywej dyfrakcyjnej, w jakim ustawiony jest spektrometr dla ekspozycji topogramu.

Druga możliwość oszacowań kontrastu dotyczy zastosowanych przez Renningera [3] układów spektrometrów z asymetrycznym odbiciem na monochromatorze. Zgodnie z wnioskami teorii dynamicznej, asymetryczne odbicie znacznie zmniejsza rozbieżność kątową wiązki, przez co możliwe jest przybliżanie zjawisk dyfrakcyjnych przez dyfrakcję fali płaskiej. Rachunki dla fali płaskiej są znacznie prostsze niż rachunki dla fali sferycznej lub rozbieżnej wiązki fal płaskich, koniecznych do opisu zjawisk dyfrakcyjnych w metodach jednokrystalicznych.

Od opublikowania pracy Bonsego i Kapplera [1] obserwuje się duże zainteresowanie problemem obrazów dyslokacji w odbiciowej topografii dwukrystalicznej, które zawierają wiele charakterystycznych szczegółów. Wiele cech obrazu dyslokacji w odbiciowej topografii dwukrystalicznej wyjaśnia prosty model kontrastu, oparty o zastosowanie wzoru (1). Lepsze przybliżenie, uwzględniające obserwowane prążki interferencyjne, uzyskała droga numerycznego całkowania równań Takagi-Taupin T.

Bedyńska [4, 5]. Podobna metoda była wcześniej zastosowana przez Taupin [6] oraz Authier i innych [7] do symulacji obrazu dyslokacji w topografii transmisyjnej.

Ogólniejszy przypadek dyslokacji wychodzącej na swobodną powierzchnię pod dowolnym kątem był rozważany przez J. Gronkowskiego [8]. Symulacja obrazu topograficznego była zastosowana przez Riglet i innych [9] do identyfikacji typu krystalograficznego dyslokacji niedopasowania w warstwach *GaAlAsP* oraz w krzemowych warstwach epitaksjalnych przez autora [10]. Problem ten był również przedmiotem rozprawy doktorskiej autora [11, 12]. Symulacji obrazów dyslokacji niedopasowania w warstwach epitaksjalnych materiałów  $A^{III}B^V$  poświęcono również opublikowaną niedawno pracę Spirkla, Tannera i innych [13].

W świetle dotychczasowych prac nie była jasna odpowiedność obrazów dyslokacji uzyskiwanych w przybliżeniu Bonsego i przez numeryczne całkowanie równań Takagi. Sprawdzenie ich wzajemnych relacji, przy usunięciu pewnych braków wcześniejszych symulacji, było jednym z ważnych szczegółowych celów niniejszej pracy. Kolejnym celem było zbadanie zmienności kontrastu w różnych refleksach, w aspekcie identyfikacji typu dyslokacji i oceny wpływu skupisk dyslokacji na makro-naprężenia.

Jedną z ważnych przyczyn rozbieżności wyników symulacji i obrazów eksperymentalnych jest skończona rozbieżność wiązki wychodzącej z monochromatora. Rzeczywisty obraz dwukrystaliczny stanowi sytuację pośrednią między obrazem dla fali płaskiej, a obrazem dla wiązki rozbieżnej, uzyskiwanym w trawersyjnej topografii jednokrystalicznej. Udana symulacje obrazów w transmisyjnej topografii trawersyjnej były uzyskiwane drogą dodawania obrazów sekcyjnych [14, 15, 16]. W przypadku topogramów dwukrystalicznych uwzględnienie rozbieżności było możliwe bardziej kłopotliwą drogą sumowania dużej liczby obrazów symulowanych dla fal płaskich o różnym kącie padania.

Podobnie jak w większości publikacji, całkowanie numeryczne wykonywano metodą różniczkową w połowie kroku zaproponowaną przez Tournarie [7]. W ostatnim okresie opracowano inną metodę, polegającą na całkowaniu równania drugiego rzędu na amplitudę fali odbitej [17, 18], uzyskanego z równań Takagi. Zapewnia ona lepsze dokładności przy porównywalnych krokach całkowania numerycznego, lecz podobny efekt można uzyskać również zmniejszając krok całkowania.

W przeciwieństwie do dyslokacji i wtrąceń, do opisu kontrastu na błędach ułożenia możliwe jest zastosowanie teorii dynamicznej dla kryształów doskonałych.

Odpowiednie wyrażenia uzyskuje się sumując przyczynki od pól falowych, odbudowywujących się w obszarze kryształu za błędem ułożenia. Większość rentgenowskich badań błędów ułożenia dotyczy topografii sekcyjnej w przypadku transmisyjnym (publikacje Kato i in. [19], Authier [21], Jianga i Langa [22], Kowalskiego i Langa [23, 24]), oraz zastosowań teorii fali sferycznej. Transmisyjny przypadek dyfrakcji fali płaskiej na błędzie ułożenia był omawiany przez Authier [21] i Kato [20]. Według naszego rozeznania dotychczas nie publikowano obserwacji prążków dyfrakcyjnych na błędach ułożenia w przypadku Bragga poza pracami autora.

## 2.2. BADANIA KRZYWYCH DYFRAKCYJNYCH MONOKRYSTAŁÓW I WARSTW CIENKICH

Badania krzywych dyfrakcyjnych i ocena ich szerokości połówkowej, są jedną z metod oceny doskonałości kryształów. Istotniejszym zastosowaniem pomiarów krzywych są badania warstw cienkich: epitaksjalnych, dyfuzyjnych i implantowanych. W krzywych dyfrakcyjnych struktur warstwowych mogą występować zarówno rozdzielone maksima od obszarów o różnej stałej sieci, jak i układy dodatkowych maksimów interferencyjnych. Badania krzywych dyfrakcyjnych pozwalają na ocenę szeregu parametrów struktur warstwowych, w tym profilu zmian stałej sieci.

W ostatnim okresie obserwuje się duże zainteresowanie badaniami struktur wielowarstwowych, w tym tzw. supersieci (np. [25, 26, 27, 28]). Krzywe dyfrakcyjne takich struktur zawierają układy maksimów satelitarnych, które można traktować jako wynik wzajemnej interferencji wiązek odbijanych od różnych warstw. W szczególności odstęp maksimów interferencyjnych pozwala na ocenę periodu supersieci, a układ intensywności tych maksimów dostarczyć może informacji dotyczących profilu rozkładu stałych sieci i czynnika strukturalnego.

W dziedzinie badania krzywych narzędziem konkurującym ze spektrometrami dwukrystalicznymi są dyfraktometry wysokorozdzielcze, wywodzące się z konstrukcji firmy Philips [25, 26]. Dyfraktometry takie wykorzystują wiązkę uformowaną przez tzw. układ Bartelsa, złożony z dwu monochromatorów kanalikowych, oraz trzeci monochromator kanalikowy przed licznikiem. Jest to więc układ z siedmioma kolejnymi odbiciami. Tak duża liczba odbić podyktowana jest m.in. uniknięciem konieczności dopasowywania monochromatorów do badanej próbki i stosowanego refleksu oraz zastosowaniami do mapowania sieci odwrotnej. Możliwości mapowa-

nia przestrzeni odwrotnej można zrealizować już w układach z trzema kolejnymi odbiciami, a w niektórych przypadkach również na dyfraktometrach jednokrystalicznych [28, 29]. Technika mapowania przestrzeni odwrotnej ma istotne znaczenie w badaniach warstw epitaksjalnych i supersieci o dużym niedopasowaniu, na podłożach wycinanych z parostopniową dezorientacją względem płaszczyzn krystalograficznych.

Obliczenia teoretycznych krzywych dyfrakcyjnych są ważną metodą określania parametrów struktur warstwowych. Aktualnie stosowanych jest kilka metod obliczeń krzywych, w tym podobne do stosowanego w niniejszej pracy całkowanie numeryczne równań Takagi (p. np.[30]). W ostatnim okresie oferowane są programy obliczania krzywych przez mnożenie analitycznych rozwiązań równań Takagi [25, 26] dla jednorodnych warstw o skończonej grubości.

Określanie rozkładu głębokościowego stałej sieci odbywa się najczęściej przez dopasowywanie do krzywej eksperymentalnej krzywych teoretycznych obliczanych dla zakładanych profili o różnych parametrach. W przypadku warstw co najmniej dwukrotnie cieńszych od grubości ekstynkcyjnej możliwe jest bezpośrednie określanie profilu rozkładu głębokościowego z krzywych eksperymentalnych przy zastosowaniu techniki transformaty Fouriera. Obliczenia takie mogą być oparte zarówno o teorię kinematyczną [27, 28], jak i rozwinięcia równań Takagi w szereg [32].

W badaniach szczególnie cienkich struktur wielowarstwowych stosowane są refleksy silnie asymetryczne. W tym wypadku tracą uzasadnienie niektóre przybliżenia zastosowane przy wyprowadzeniu równań Takagi-Taupin i konieczne jest zastosowanie innej formy funkcji wprowadzającej odchylenie od warunku Bragga, podanej przez Zausa [31].

Pomiar krzywych dyfrakcyjnych jest ważnym elementem badania parametrów warstw implantowanych. Jako przykład w tym zakresie można wymienić prace Fatemi i innych [32], oraz Kyutta i innych [33]. W publikacjach K. Wieteski i autora [34, 35, 36] wyjaśniono przyczyny występowania w krzywych dyfrakcyjnych warstw implantowanych cząstkami  $\alpha$  o energii 5 MeV maksimów pobocznych o zmiennym odstępem oraz zachowanie się prążków interferencyjnych na topogramach dwukrystalicznych.

### 2.3. ZASTOSOWANIA SPEKTROMETRÓW DŹWUKRYSTALICZNYCH DO POMIARÓW STAŁYCH SIECI I OCENY NAPRĘŻEŃ

Stosowane w *ITME* spektrometry zbudowane były z wykorzystaniem precyzyjnych teodolitów *WILD*, podobnie jak w rozwiązaniu opisanym przez Bubáková [37]. Dzięki możliwości dokładnego pomiaru kąta w zakresie pełnego obrotu, umożliwiały one wyznaczenie bezwzględnej wartości stałej sieci metodą zaproponowaną przez K. Godwoda i innych [38]. Przy ich pomocy możliwa była również realizacja bezpośrednich pomiarów kąta międzypłaszczyznowego metodą zaproponowaną przez autora [39, 11, 12]. Udoskonalona wersja tej metody zostanie omówiona w dalszej części pracy. Ocena zmian kąta międzypłaszczyznowego jest ważna jako znacznie bardziej bezpośredni sposób oceny odkształceń sieci i naprężeń, niż w przypadku innych metod rentgenograficznych.

Spektrometry wykorzystywane przez autora w Wielkiej Brytanii zapewniały możliwość pomiaru kąta w zakresie pojedynczych stopni. Przy ich pomocy możliwe były więc jedynie pomiary różnic stałych sieci między poszczególnymi rejonami próbek, podobne jak w publikacji Lefecheux i innych [40]. Pomiary te opierały się na wykonywaniu serii topogramów w kontrolowanych położeniach kątowych, z których określano pozycję maksimów odbicia. W szczególności w publikacjach Langa i innych z udziałem autora [41, 42], do pomiarów różnic stałej sieci zastosowano układ synchrotronowy o dużej dyspersji kątowej, z kątem Bragga  $75^\circ$ .

### 2.4. ODBICIOWA TOPOGRAFIA SEKCYJNA

Odbiciowa topografia sekcyjna jest metodą trudną eksperymentalnie z uwagi na zdominowanie obrazu przez odbitą wiązkę pierwotną. Z tego względu opublikowano mało prac dotyczących tej metody. Jako pierwsi odbiciowe topogramy sekcyjne opublikowali Uragami [43] oraz Lang i Mai Zhen-Hong [44], którzy uzyskali obrazy prążków Pendellösung w przypadku odbiciowym, analizowane następnie teoretycznie przez Uragami [43, 45] oraz Afanaseva i Kohna [46]. Odbiciowe odwzorowania sekcyjne dyslokacji zostały uzyskane przez Zielińską-Rohozińską [47]. Z kolei Bąk-Misiuk i inni z udziałem autora [48, 49] badali układy odbiciowych prążków Pendellösung w płytkach krzemowych wyginanych elastycznie przez warstwę tlenu.

Obecnie wykonano symulację odbiciowych sekcyjnych topografii dyslokacji za pomocą oryginalnego programu, adaptującego na przypadek odbiciowy ideę zmiennego

kroku całkowania, zaproponowaną przez Petrašena [50] i Epelboina [51] dla transmisyjnej topografii sekcyjnej. Symulacje te odpowiadały przeprowadzonym eksperymentom synchrotronowym na diamencie.

## 2.5. WCZEŚNIEJSZE ZASTOSOWANIA TOPOGRAFII RENTGENOWSKIEJ W BADANIACH ROZPATRYWANEJ GRUPY MATERIAŁÓW

W ostatnich kilku latach opublikowano bardzo dużą liczbę prac dotyczących badań topograficznych i badań stałej sieci monokryształów *GaAs*. Było to związane z rozwojem metodyki uzyskiwania *GaAs* o obniżonej gęstości dyslokacji (p.np. [52, 53, 54, 55, 56, 57]) oraz uruchamianiem wytwarzania elementów półprzewodnikowych opartych o *GaAs*. Ważnym defektem analizowanym w kryształach *GaAs* jest "struktura komórkowa" ułożenia dyslokacji [58, 59, 60, 78, 79, 61, 62, 63, 64, 65, 66]. Struktura ta obserwowana jest w *GaAs* o niskim poziomie domieszkowania, w tym szczególnie często w nisko domieszkowanych kryształach półizolacyjnych. Ponce i inni [59] za pomocą transmisyjnej mikroskopii elektronowej wykazali, że istotnym elementem budowy ścian komórek są oprócz dyslokacji wytrącenia.

Innym typem defektu, który może być mylony ze wspomnianym wyżej, jest "wzrost komórkowy", będący wynikiem niestabilności powierzchni krystalizacji [67, 68, 69, 70, 71, 72]. Wzrost komórkowy obserwowany jest w kryształach silnie domieszkowanych, np. przy izoelektrycznym domieszkowaniu indem na poziomie wyższym niż 1%. Warunki występowania wzrostu komórkowego w *GaAs* były badane przez Schumana i innych [67, 68]. Najnowsze badania topograficzne struktur powstających w wyniku wzrostu komórkowego były opublikowane przez Minari i Billia [71, 72].

Zastosowania topografii dwukryształicznej do badań *GaAs* opisano m.in. w publikacjach [73, 74, 75, 76, 77]. W szczególności w pracy Jenichena i innych [75] opisano zastosowania spektrometru z wyginanym monochromatorem do badań monokryształów i warstw epitaksjalnych *GaAs*, a w pracy Möhlinga [77] analizowano odbiciowe topogramy dyslokacji uzyskiwane metodą topografii dwukryształicznej w *GaAs*. W szeregu publikacji Kitano, Ishikawa i Matsui (p. np. [60, 78, 79]) opisywali badania topograficzne za pomocą wielokryształicznego układu spektrometru z promieniowaniem synchrotronowym.

Badania rozkładu stałej sieci w monokryształach *GaAs* rozpatrywano jako

możliwą metodę oceny jednorodności składu chemicznego niskodomieszkowanego  $GaAs$  [80]. Okada i inni [81] wykazali jednak, że obserwowane w płytkach monokrystalicznych wahania stałej sieci na poziomie  $10^{-5}$  ulegają redukcji przeszło o rząd wielkości po podzieleniu płytki na małe kawałki. Są one więc wynikiem naprężeń wywołanych obecnością innych defektów.

Stosunkowo niewielka liczba publikacji dotyczy badań topograficznych granatu itrowo-aluminiowego  $Y_3Al_5O_{12}$  (YAG), stosowanego w technice laserowej. Wyniki badań topograficznych YAG były publikowane przez Cockayne i innych [82, 83, 84], Belouet [85], Roberta i Elwella [86] oraz Tolksdorfa i innych [87], jak również w pracach autorów chińskich [88, 89, 90, 91]. Ważne z punktu widzenia aktualnej pracy wyniki zawierają prace Bagdasarova i innych [92, 93]. Pomiar stałej sieci YAG były opisywane w pracach [84, 89].

Większość badań topograficznych diamentów związana jest z nazwiskiem A.R. Langa (p. np. [94, 95, 96, 97, 98, 99]). Wcześniejsze zastosowania topografii dwukrystalicznej do badań diamentów były opisane, m.in. w [99].

Badane w niniejszej pracy diamenty syntetyczne otrzymane zostały metodą rekonstrukcji [100, 101]. Metoda ta umożliwia rutynowy wzrost kryształów diamentu o wymiarach 5-6 mm, a w granicznych przypadkach osiągających 17 mm. Zasada metody polega na wykorzystaniu jako źródła węgla małych syntetycznych diamentów, co umożliwia precyzyjną kontrolę warunków krystalizacji w czasie długich procesów.

Istnieją dwie przyczyny zainteresowania badaniami diamentów za pomocą topografii dwukrystalicznej. Pierwsza to, że diamenty uzyskiwane metodą rekonstrukcji i niektóre egzemplarze diamentów naturalnych osiągają doskonałość umożliwiającą obserwację na topogramach dwukrystalicznych interesujących efektów dyfrakcyjnych, pomocnych przy identyfikacji defektów.

Druga przyczyna to zainteresowanie zmianami stałych sieci wywołanych domieszką azotu [102, 103, 104], obecną we wszystkich diamentach i istotną dla ich właściwości. Według Chrenko i innych [102], w syntetycznym diamencie należącym do typu optycznej klasyfikacji 1b azot wbudowywany jest podstawieniowo.

### 3. TEORETYCZNE I EKSPERYMENTALNE BADANIA ODWZOROWAŃ DEFJEKTÓW I KRZYWYCH DYFRAKCYJNYCH

#### 3.1. PODSTAWY TEORETYCZNE

Prowadzone w pracy obliczenia krzywych dyfrakcyjnych i kontrastu, opierają się zarówno na zastosowaniach dynamicznej teorii dyfrakcji dla kryształów doskonałych Ewalda-Lauego, jak i teorii dyfrakcji dla kryształów zdeformowanych Takagi-Taupin [105, 20, 106].

Odbicie promieniowania od pojedynczego układu płaszczyzn sieciowych nazywane jest w teorii dynamicznej przypadkiem dwu silnych fal. W takim przypadku warunek istnienia niezerowych rozwiązań jest równaniem powierzchni dyspersji:

$$\xi_0 \xi_h = \frac{1}{4} CK^2 \chi_h \chi_{\bar{h}} \quad (2)$$

gdzie tzw. "błędy rezonansowe"

$$\xi_0 = k_0 - k, \quad ; \quad \xi_h = k_h - k, \quad (3)$$

$k_0, k_h$  są liczbami falowymi pól wzbudzonych natomiast  $k$  jest liczbą falową przypadku jednofalowego.

$$k = K(1 + \frac{1}{2}\chi_0) \quad (4)$$

$\chi_{0,h,\bar{h}}$  są Fourierowskimi współczynnikami polaryzowalności, a  $C$  jest czynnikiem polaryzacji. Zachodzą ponadto związki:

$$\frac{D_h^{(i)}}{D_0^{(i)}} \stackrel{ozn}{=} c^{(i)} = \frac{2\xi_0^{(i)}}{K\chi_{\bar{h}}C} = \frac{K\chi_h C}{2\xi_h^{(i)}} \quad (5)$$

Rozwiązania opisujące wzbudzone pola falowe uzyskuje się po uwzględnieniu warunku ciągłości składowych stycznych wektorów falowych na powierzchni wejściowej:

$$K_0^{(a)} = K\delta^{(i)}\vec{n}_0 + k_0^{(i)} \quad (6)$$

gdzie  $\vec{n}_0$  jest wersorem normalnym do powierzchni. Mamy również

$$|K\delta^{(i)}\vec{n}_0| = \gamma_0^{-1}\{-\xi_0^{(i)} - \frac{1}{2}K\chi_0\} = \gamma_h^{-1}\{-\xi_h^{(i)} - \frac{1}{2}K\chi_0 - K\Delta\Theta\sin 2\Theta\} \quad (7)$$



$\gamma_0, \gamma_h$  są cosinusami kierunkowymi wiązki padającej i odbitej.

Wprowadzając

$$\beta = -2\Delta\Theta \sin 2\Theta - \chi_0 \left(1 - \frac{\gamma_h}{\gamma_0}\right) \quad (8)$$

gdzie  $\Theta$  jest kątem Bragga, a  $\Delta\Theta$  jest odstępem kąta poślizgu fali wzbudzającej od kąta Bragga.

$$\xi_0^{(i)} = -\frac{K}{4} \frac{\gamma_0}{\gamma_h} \beta \mp \sqrt{\frac{K^2 \gamma_0^2}{16 \gamma_h^2} \beta^2 + \frac{K^2}{4} \chi_h \chi_{\bar{h}} C^2 \frac{\gamma_0}{\gamma_h}} \quad (9)$$

Po wprowadzeniu zmiennej

$$y = \frac{-\chi_0 \left(1 + \frac{|\gamma_h|}{\gamma_0}\right) - \Delta\Theta \sin(2\Theta)}{2C \sqrt{\chi_h \chi_{\bar{h}}} \sqrt{\frac{|\gamma_h|}{\gamma_0}}} \quad (10)$$

i pamiętając, że w przypadku odbiciowym  $\gamma_h$  jest ujemne, możemy zapisać: dla przypadku transmisyjnego:

$$c^{(i)} = -\sqrt{\frac{\gamma_0}{\gamma_h}} \sqrt{\frac{\chi_h}{\chi_{\bar{h}}}} (y \pm \sqrt{y^2 + 1}) \quad (11)$$

oraz dla przypadku odbiciowego:

$$c^{(i)} = -\sqrt{\frac{\gamma_0}{|\gamma_h|}} \sqrt{\frac{\chi_h}{\chi_{\bar{h}}}} (y \pm \sqrt{y^2 - 1}) \quad (12)$$

W przypadku transmisyjnym oraz w przypadku odbiciowym w kryształach o skończonej grubości wzbudzone są jednocześnie dwa pola falowe. W przypadku odbiciowym dla kryształu półnieskończonego wzbudzone jest jednak tylko jedno pole: z indeksem (1) i górnymi znakami dla  $\Re(y) > 1$ , oraz z indeksem (2) i dolnymi znakami dla  $\Re(y) < 1$ . W przypadku odbiciowym dla kryształu półnieskończonego wyrażenie na  $c^{(i)}$  określa więc krzywą odbicia.

Dla płytki o grubości  $t$  warunki brzegowe na powierzchni wejściowej można zapisać:

$$D_0^{(1)} + D_0^{(2)} = D_0^{(a)}, \quad ; \quad D_h^{(1)} + D_h^{(2)} = D_h^{(a)} \quad (13)$$

a na powierzchni przeciwległej

$$D_h^{(1)} \exp[-2\pi i k_{hz}^{(1)} t] + D_h^{(2)} \exp[-2\pi i k_{hz}^{(2)} t] = 0 \quad (14)$$

$D_0^{(d)}$  jest amplitudą fali transmitowanej. Składowe wektorów  $k_{0,hz}^{(i)}$  wzdłuż współrzędnej prostopadłej do powierzchni z są:

$$k_{0z}^{(i)} = \vec{n} \cdot \vec{K}_0^{(a)} - K\delta^{(i)}, \quad k_{hz}^{(i)} = \vec{n} \cdot \vec{K}_0^{(a)}(1 - \Delta\Theta \sin 2\Theta) - K\delta^{(i)} \quad (15)$$

$$\delta^{(i)} = -\frac{\chi_0}{2\gamma_0} + \frac{\sqrt{\chi_h \chi_{\bar{h}}}}{2\sqrt{\gamma_0 |\gamma_h|}} (y \pm \sqrt{y^2 - 1}) \quad (16)$$

Oznaczając

$$n^{(i)} = \exp[2\pi K t \delta^{(i)}] \quad (17)$$

wzory na krzywą odbicia i transmisji  $R(\Delta\Theta)$  można zapisać w postaci proponowanej przez Zachariasena [106].

$$R(\Delta\Theta) = \frac{|\gamma_h|}{\gamma_0} \left| \frac{c^{(1)}c^{(2)}(n^{(1)} - n^{(2)})}{c^{(2)}n^{(2)} - c^{(1)}n^{(1)}} \right|^2 \quad (18)$$

$$T(\Delta\Theta) = \left| \frac{n^{(1)}n^{(2)}(c^{(1)} - c^{(2)})}{c^{(2)}n^{(2)} - c^{(1)}n^{(1)}} \right|^2 \quad (19)$$

Na krzywej odbicia i transmisji kryształów o skończonej grubości występują maksima poboczne, ulegające zacieraniu przy dużej absorpcji. Okres maksimum pobocznych w dużej odległości od maksimum głównego dąży [107] do wielkości

$$\Delta\Theta_p = \pi CK \left| \sqrt{\chi_h \chi_{\bar{h}}} \right| \frac{t}{\sqrt{\frac{\gamma_0}{|\gamma_h|}}} \quad (20)$$

### 3.2. METODYKA OBLICZEŃ NUMERYCZNYCH

Ważnym elementem pracy są obliczenia teoretycznych krzywych dyfrakcyjnych odpowiadających rzeczywistym układom dwukrystalicznym. W szczególności obliczenia takie prowadzono pod kątem doboru monochromatorów do badań diamentu. W tym celu opracowano program numeryczny umożliwiający porównania nie tylko szerokości krzywych, ale również intensywności maksimum.

Rozwijając wnioski prac [38, 108], wzór na krzywą dyfrakcyjną dowolnego układu  $m, \pm n$  można zapisać w postaci:

$$P_{\pm}(\gamma) = A \int_{-\varphi_m}^{\varphi_m} g(\varphi) \int_{-\alpha_m}^{\alpha_m} h(\alpha) \int_{\lambda_{min}}^{\lambda_{max}} I(\lambda - \lambda_0) R_I(\alpha - \frac{1}{2}\varphi^2 \tan\Theta_1 - \frac{\lambda - \lambda_0}{\lambda_0} \tan\Theta_1) \times$$

$$R_{II}\{\pm\gamma \mp |b_1|\alpha - \frac{1}{2}\varphi^2|b_1| \tan\Theta_2 - \frac{\lambda - \lambda_0}{\lambda_0}[\tan\Theta_1 pm(1 - |b_1|\tan\Theta_2)]\} d\varphi d\alpha d\lambda \quad (21)$$

gdzie:

$\gamma$  jest położeniem kątowym drugiego kryształu,

$\Theta_{1,2}$  są kątami Bragga dla pierwszego i drugiego kryształu,

$\alpha, \varphi$  są odchyleniami pojedynczego promienia odpowiednio w płaszczyźnie poziomej i pionowej,

$b_1 = \gamma_o / \gamma_h$  jest parametrem asymetrii pierwszego kryształu,

$g(\varphi)$  jest pionowym rozkładem intensywności w wiązce padającej na pierwszy kryształ,

$I(\lambda - \lambda_o)$  jest rozkładem spektralnym wiązki wokół długości promieniowania charakterystycznego  $\lambda_o$ ,

$R_I, R_{II}$  są krzywymi odbicia (idealnej fali płaskiej) obydwu kryształów.

W rozważanych przypadkach zajmujemy się układami quasirównoległymi, z rozbieżnością pionową wiązki ( $\sim 1^\circ$ ), przez co można zaniedbać pierwsze całkowanie.

W układach synchrotronowych, gdzie kolimacja wiązki padającej była aktualnie 2-4" i w konwencjonalnych układach równoległych możliwe jest zaniedbanie całkowania po  $\lambda$ .

Podobnie jak w [10], dla obliczeń krzywych odbicia warstw planarnych stosowano numeryczne całkowanie równań Takagi przekształconych do postaci zakładającej zależność rozwiązywania tylko od współrzędnej prostopadłej do powierzchni  $z$ .

$$\gamma_o \frac{i}{\pi k} \frac{dD_0}{dz} = \chi_0 D_0 + C \chi_h D_h \quad ; \quad \gamma_h \frac{i}{\pi k} \frac{dD_h}{dz} = C \chi_h D_0 - \alpha_h D_h \quad (22)$$

Równania te są całkowane rozpoczynając od punktów położonych w głębi kryształu idąc w kierunku powierzchni. W sytuacjach gdy możliwe było przybliżenie półnieskończonego kryształu, startowano z możliwie płytko położonego punktu o ustalonej stałej sieci. W punkcie tym przyjmowano wartości dla kryształu doskonałego dane wzorami (12) i (5).

Przedstawiony wyżej sposób obliczania krzywych odbicia wynika w pewnym stopniu z konstrukcji całego pakietu programów napisanych i użytkowanych przez autora. Całkowanie dwu oddzielnych równań stosowane jest również do obliczania wartości brzegowych  $D_0, D_h$ . W literaturze opisane są dwa inne sposoby numerycznego rozwiązywania równań Takagi. Pierwszy z nich to całkowanie równania

zupełnego na  $X = \frac{D_h}{D_0}$ , które można uzyskać z (22)

$$\frac{dX}{dz} = \frac{i\pi}{\lambda \sin \Theta_B} [\chi_h X^2 + (2\chi_0 - \alpha_h(z))X + \chi_h] \quad (23)$$

Sposób ten jest w pełni równoważny stosowanemu aktualnie. Drugi sposób opisany m.in. w [26, 25] polega na mnożeniu wyrażeń analitycznych na  $X$  dla kolejnych cienkich jednorodnych warstw, jakimi można przybliżać daną strukturę warstwową. W szczególności dla wielu typowych supersieci jest wystarczające traktowanie warstw składowych jako jednorodnych, co radykalnie zwiększa szybkość obliczeń.

W niektórych przypadkach, np. dla warstw implantowanych, istotne było uwzględnienie wzajemnego przesunięcia sieci warstwy przestrzelonej i podłoża, oddzielonych obszarem o różnej stałej sieci. W tym celu  $\chi_h$  i  $\chi_{\bar{h}}$  mnożono przez zależny od współrzędnej  $z$  czynnik fazowy  $\exp[\pm 2\pi i f(z)]$ . Przyjmowano  $f(z)$  w postaci następującej całki profilu zmian odległości międzypłaszczyznowych  $a(z)$

$$f(z) = p \int_{-\infty}^z a(t) dt \quad (24)$$

gdzie czynnik  $p$  wprowadzono dla ustalania odpowiedniego przesunięcia fazowego.

Zaproponowana metoda symulacji obrazów defektów stanowi rozwinięcie metody Bedyńskiej [4] na przypadek kryształu o skończonej grubości. Powodem wyboru algorytmu zakładającego skończoną grubość było m.in. zainteresowanie dodatkowymi zjawiskami interferencyjnymi. Z drugiej strony przy odpowiednio dużej absorpcji uzyskuje się wyniki takie jak dla kryształu półnieskończonego, lecz znacznie łatwiej jest umieścić dyslokację z daleka granic obszaru całkowania. Ponadto rozciąganie obszaru całkowania powoduje liniowy, a nie kwadratowy wzrost potrzebnego czasu obliczeń.

W opracowanych programach, podobnie jak w pracy Bedyńskiej [4], stosowana jest następująca forma równań Takagi-Taupin, uwzględniająca absorpcję fotoelektryczną

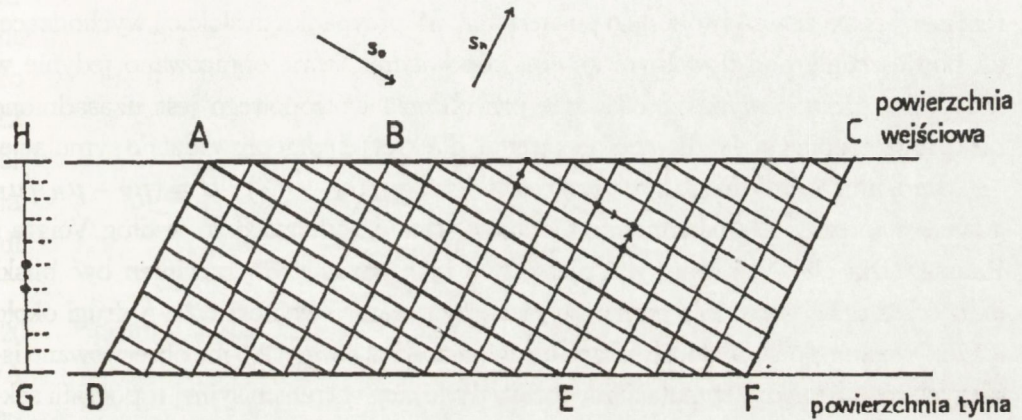
$$\frac{i}{\pi K} \frac{\partial D_0}{\partial s_0} = \chi_0 D_0 + C \chi_{\bar{h}} D_h \quad ; \quad \frac{i}{\pi K} \frac{\partial D_h}{\partial s_h} = C \chi_h D_0 - \alpha_h D_h \quad (25)$$

gdzie  $s_{0,h}$  są współrzędnymi odpowiednio wzdłuż kierunku wiązki padającej i ugiętej.

$$\alpha_h = -2\Delta\Theta \sin 2\Theta - \chi_0 - 4\sin\Theta \frac{\partial u_h}{\partial s_h} \quad (26)$$

uwzględnia obecność pola deformacji dyslokacji lub innego defektu, przy czym  $u_h$  oznacza składową pola deformacji wzdłuż wektora dyfrakcji.

Sieć całkowania z zaznaczonymi strzałkami schematem całkowania numerycznego przedstawiona jest na rysunku 1. Całkowanie numeryczne odbywa się metodą różniczki w połowie kroku [7]. Istnieje możliwość wyboru różnych granic obszarów całkowania, oznaczonych grubymi liniami, w zależności od położenia dyslokacji.



Rys. 1. Sieć całkowania zastosowana do symulacji kontrastu w metodzie topografii dwukrystalicznej, zakładająca skończoną grubość kryształu z przedstawionym schematycznie sposobem całkowania. Grube linie zaznaczają możliwe zakończenia obszaru całkowania.

Wartości amplitud  $D_h$ ,  $D_0$  wzdłuż linii startowej  $AD$  lub  $AE$  można obliczać ze wzoru wynikającego z teorii dyfrakcji dla kryształów o skończonej grubości:

$$D_0(z) = D_0^{(a)} \frac{c^{(1)}n^{(1)} \exp[-2\pi i k_{0z}^{(1)} z] - c^{(2)}n^{(2)} \exp[-2\pi i k_{0z}^{(2)} z]}{c^{(2)}n^{(2)} - c^{(1)}n^{(1)}} \quad (27)$$

$$D_h(z) = D_0^{(a)} \frac{(c^{(1)})^2 n^{(1)} \exp[-2\pi i k_{hz}^{(1)} z] - (c^{(2)})^2 n^{(2)} \exp[-2\pi i k_{hz}^{(2)} z]}{c^{(1)}c^{(2)}(c^{(2)}n^{(2)} - c^{(1)}n^{(1)})} \quad (28)$$

Alternatywną metodą jest obliczanie wartości granicznych w sposób numeryczny [10], wykorzystując postać równań Takagi dla rozwiązania zależnego od współrzędnej pionowej  $z$ , daną równaniami (22). Jak schematycznie zaznaczono na prostej  $HG$ , równania całkowane są wzdłuż  $z$  startując z punktu  $G$  na dolnej powierzchni z  $D_h = 0$ , a otrzymane wartości są później mnożone przez odpowiedni czynnik zespolony dla zapewnienia na powierzchni warunku  $D_0 = 1$ .

Numeryczny sposób obliczania wartości brzegowych umożliwił zadanie dodatkowych pionowych deformacji przez dodanie zarówno do  $\alpha_h^w$ , jak i w dalszym całkowaniu do  $\alpha_h$  członu

$$\alpha_h^w(z) = -4 \sin \Theta \frac{\Delta d(z)}{d} \quad (29)$$

Przy symulacji obrazów defektów w przypadku Bragga istotne jest uwzględnianie relaksacji naprężeń na swobodnej powierzchni. W przypadku dyslokacji wychodzącej na powierzchnię pod dowolnym kątem, odpowiednie teorie opracowano jedynie w przypadku izotropowym. Stosowanie przybliżenia izotropowego jest uzasadnione niską anizotropią *GaAs*, diamentu i krzemu, dla których przeprowadzono symulacje.

Miarą anizotropii mogą być parametry  $A = 2c_{44}/(c_{11} - c_{12})$  i  $B = (\mu_V - \mu_R)/\mu_R$  gdzie  $V$  i  $R$  oznaczają uśrednianie modułów ścinania odpowiednio według Voigta i Reussa. Dla ciał izotropowych pierwszy z tych parametrów powinien być bliski jedności, a drugi zeru. Dla diamentu pierwszy parametr wynosi 1.21, a drugi około 0.125. Według Epelboin [109], jeszcze przy wartości  $A$  równej 2.5 nie obserwowano istotnych różnic między symulacjami obrazu dyslokacji w transmisyjnej topografii sekcyjnej uzyskanymi przy zastosowaniu przybliżenia izotropowego i anizotropowego.

Wyrażenia na obliczanie funkcji  $\alpha_h$  dla dyslokacji uzyskano drogą różniczkowania wyrażeń podanych przez Shaibani i Hazzledine [110]. Opracowano również program symulacji obrazu wytrąceń punktowych w przybliżeniu izotropowym z uwzględnieniem relaksacji na powierzchni, wychodząc ze wzorów podanych przez Sena [111].

W przeprowadzonych symulacjach obrazów defektów w warstwach epitaksjalnych, obejmujących dyslokacje wychodzące na powierzchnię, quasi-punktowe wtrącenia oraz przecięcia dyslokacji niedopasowania stosowano postać funkcji  $\alpha_h^w$  podobną jak w pracy [10].

$$\alpha_h^w(z) = A \left[ \operatorname{erfc} \left( \frac{z - t_w}{w_r} \right) + \operatorname{erfc} \left( \frac{z + t_w}{w_r} \right) \exp \left( -\frac{4zt_w}{w_r^2} \right) \right] \quad (30)$$

gdzie  $t_w$  jest grubością warstwy, a  $w_r$  jest parametrem określającym rozmycie profilu złącza wskutek dyfuzji domieszki między podłożem a warstwą

$$w_r = 2\sqrt{D \cdot T} \quad (31)$$

gdzie  $D$  jest stałą dyfuzji, a  $T$  jest czasem trwania procesu epitaksjalnego.

Przy symulacji obrazów przecięć dyslokacji niedopasowania korzystano z procedur opracowanych przy realizacji prac [10, 11, 12], na podstawie wyrażeń podanych przez Chernsa i Stowella [112], po uzupełnieniu ich o przyczynkę od składowej śrubowej. Zgodnie z zasadą superpozycji wypadkowe pole było sumą przyczynków od dwóch dyslokacji.

W pracy przeprowadzono symulacje uwzględniające rozbieżność wiązki w układach dwukrystalicznych. Realizowano to sumując 40-100 obrazów dla fali płaskiej z różnym kątem padania, ważonych krzywą opisującą rozkład kątowny promieniowania monochromatora. Krzywą taką otrzymuje się ze wzorów (5) i (12) po zamianie miejscami  $\gamma_0$  i  $|\gamma_h|$ . W opracowanym programie pole deformacji obliczano tylko raz i po zapisaniu w pamięci operacyjnej wykorzystywano dla obliczania pozostałych składowych. Operację taką powtarzano dla kolejnych płaszczyzn odbicia.

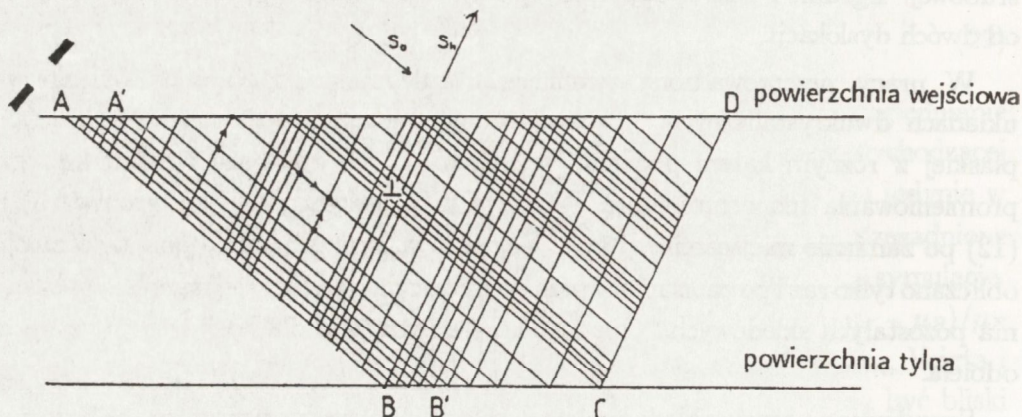
Symulowane obrazy, składające się z 160 - 200 obrazów płaszczyzn odbicia po 320 - 400 punktów, wymagały kilkunastu godzin pracy komputera PC 486 lub VAX VMS. Symulowane obrazy drukowano za pomocą drukarek atramentowych lub laserowych z 36 punktowym modulem, odpowiadającym 37-stopniowej skali szarości.

W jednej z modyfikacji programu uwzględniono dodatkowy układ poziomych prążków segregacyjnych, przybliżany przez układ warstw o rozkładzie grubości i stałych sieci uzyskany drogą generacji liczb losowych. Dla uzyskania poprawnych wyników bardzo istotne okazało się uwzględnienie przesunięć obszarów o zbliżonej stałej sieci w sposób podobny do opisanego w poprzednim podrozdziale, tzn. mnożąc współczynniki Fouriera  $\chi_{h,\bar{h}}$  przez czynnik fazowy  $\exp[\pm 2\pi i f(z)]$ , zależny od współrzędnej  $z$ .

Numeryczną symulację kontrastu zastosowano również do obrazów dyslokacji w odbiciowej topografii sekcyjnej. W opracowanym do tego celu programie adaptowano na przypadek odbiciowy metodę zmiennego kroku całkowania. Metoda całkowania ze zmiennym skokiem została zaproponowana przez Petrašena i innych [50] i rozwinięta przez Epelboin [51] dla transmisyjnej topografii sekcyjnej. Istota metody polega na stosowaniu małych kroków całkowania w pobliżu granic trójkąta Borrmanna i rdzenia dyslokacji. W pozostałych obszarach, w których zmienność amplitud jest mniejsza, kroki całkowania są stopniowo zwiększane.

Zastosowana sieć całkowania odpowiadająca płytce o skończonej grubości, jest przedstawiona na rys. 2. Można zauważyć, że wydłużeniu lub skróceniu kroku

całkowania wzdłuż  $\vec{s}_h$  musi odpowiadać na powierzchniach kryształu wydłużenie lub skrócenie kroku całkowania wzdłuż  $\vec{s}_0$ . Dodatkowa liczba małych kroków jest wprowadzana w obszarze  $AA'$ , odpowiadającym skończonej szerokości szczeliny.



Rys. 2. Sieć całkowania dla odbiciowej topografii sekcyjnej w płaskorównoległych próbkach wykorzystująca metodę zmiennego kroku całkowania. Dodatkowa liczba małych kroków w  $AA'$  umożliwia uwzględnianie skończonej szerokości szczeliny przy jednokrotnym obliczaniu pola deformacji.

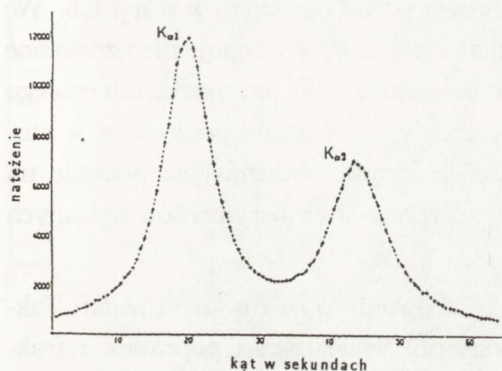
Zastosowano dwa sposoby uwzględnienia skończonej szerokości szczeliny. Pierwszy sposób polegał na dodawaniu symulacji z pojedynczymi punktami wzbudzenia położonymi na  $AA'$ . Odpowiada to eksperymentom sekcyjnym z konwencjonalnym źródłem promieniowania, gdy rozbieżność wiązki jest rzędu minut kątowych. Drugi sposób odpowiada sytuacji w eksperymentach synchrotronowych, gdzie odległość 80m od punktu stycznego ograniczała rozbieżność kątową wiązki do około 1". W tym przypadku, podobnie jak przy symulacjach topogramów dwukrystalicznych, sumowano 40-100 obrazów dla wzbudzonych wszystkich punktów leżących na  $AA'$  i kątach padania pokrywających zakładaną rozbieżność wiązki. Poszczególne składowe odpowiadają obrazowi dla fali płaskiej o ograniczonym froncie. Pozostałe szczegóły obliczeń były analogiczne jak w poprzednich przypadkach.

### 3.3. OBLICZENIA KRZYWYCH DYFRAKCYJNYCH

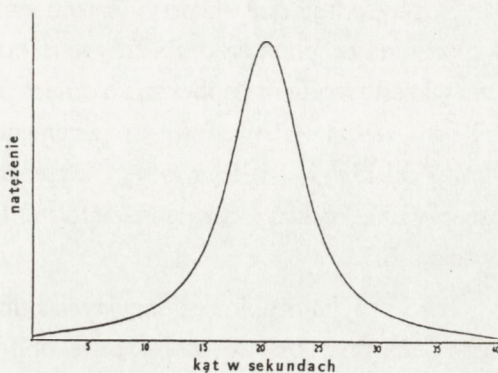
Przykładowe porównanie teoretycznej i eksperymentalnej krzywej dyfrakcyjnej diamentu syntetycznego w układzie spektrometrycznym z monochromatorem kwar-



cowym przedstawiono na rysunku 3. Krzywa eksperymentalna wykazuje poszerzenie rzędu dwóch sekund, którego najważniejszą przyczyną jest występowanie sektorów wzrostu o różnej stałej sieci.

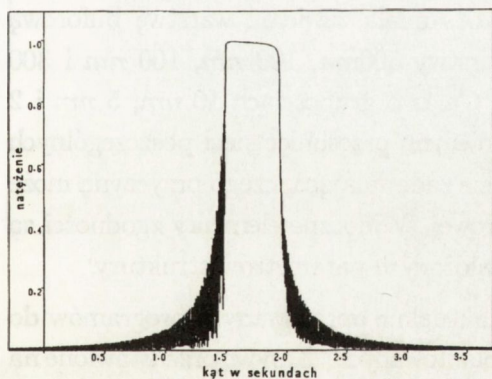


a.

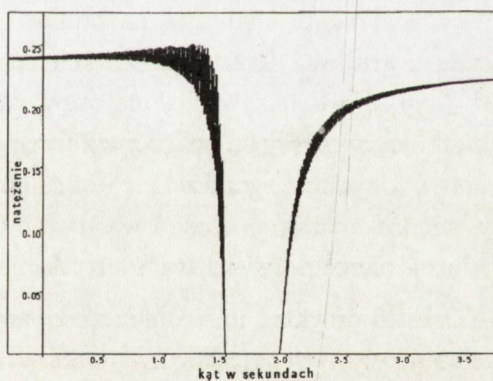


b.

Rys. 3. Porównanie eksperymentalnej krzywej dyfrakcyjnej dla próbki diamentu syntetycznego w układzie  $1\bar{3}25_{quartz}$ ,  $-004_0$  - a. i krzywej teoretycznej uwzględniającej dyspersję spektralną linii  $Cu K\alpha_1$  - b.



a.



Rys. 4. Teoretyczne krzywe dyfrakcyjne a. - odbicia i b. - transmisji płaskorównoległej płytki diamentowej o grubości 1.5 mm dla symetrycznego odbicia 800 w promieniowaniu  $0.8\text{\AA}$  (tylko dla fali płaskiej)

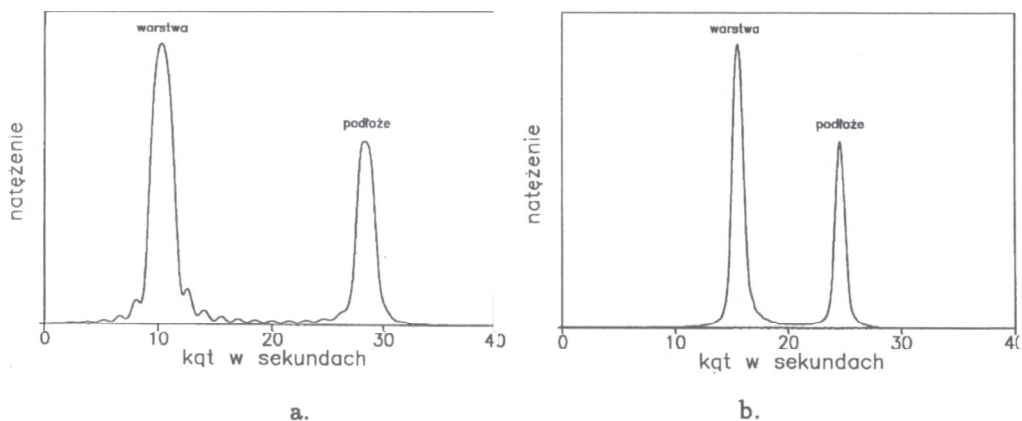
Inny przykład stanowią krzywe dla płytki diamentowej o grubości  $1.5 \mu\text{m}$ , obliczane ze wzorów wynikających z teorii dyfrakcji fali płaskiej w płytkach płaskorównoległych dla symetrycznego refleksu 008 promieniowania o długości  $0.8 \text{ \AA}$ . Odpowiadają one eksperymentom synchrotronowym opisanym w sekcji 5.5. We wspomnianym przypadku na krzywych odbicia i transmisji występują nierozdzielone na wykresie maksima poboczne o odległości około  $0.005^\circ$ . W przypadku tak czułego refleksu rzeczywiste krzywe eksperymentalne były kilkakrotnie poszerzone w stosunku do krzywej teoretycznej. Przedstawiona krzywa transmisyjna pozwala na oszacowanie efektu Borrmanna istotne dla interpretacji eksperymentów opisanych w sekcji 5.5.

Jako przykład obliczeń krzywych odbicia w oparciu o całkowanie równań Takagi, pokazano krzywe teoretyczne obliczone dla wyznaczania poprawek refrakcyjnych (dla pomiarów kąta między płaszczyznowego) w przypadku krzemowej warstwy epitaksjalnej o grubości  $12 \mu\text{m}$  [114]. Krzywe te dotyczą układu  $53\bar{1}, -531$  z asymetrycznym odbiciem na monochromatorze, rozszerzającym wiązkę i asymetrycznymi odbiciami na badanym kryształ, odpowiednio rozszerzającymi i zawężającymi wiązkę. W tym wypadku uzyskano dobrą zgodność obydwu krzywych z krzywymi eksperymentalnymi pokazanymi na rysunku 6.

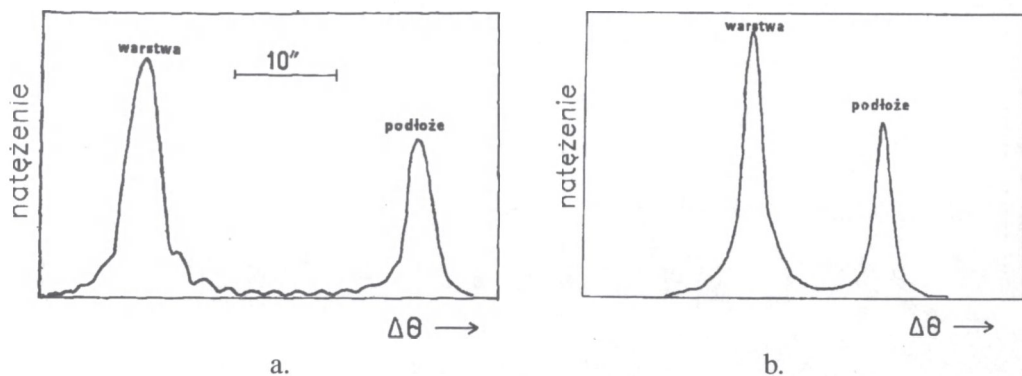
Inny przykład zastosowania obliczeń opartych o teorię Takagi stanowić może przykład krzywej dyfrakcyjnej struktury warstwowej, uzyskanej metodą *MOCVD*. W tym wypadku struktura na podłożu *GaAs* miała zawierać warstwę buforową *GaAs* o grubości  $1000 \text{ nm}$  oraz kolejno warstwy  $500 \text{ nm}$ ,  $100 \text{ nm}$ ,  $100 \text{ nm}$  i  $300 \text{ nm}$  (cap) *GaAlAs* przedzielone warstwami *GaAs* o grubościach  $10 \text{ nm}$ ,  $5 \text{ nm}$  i  $2 \text{ nm}$ . Pokazano krzywą policzoną z uwzględnieniem przesunięć sieci poszczególnych warstw. Uzyskana zgodność nie jest całkowicie zadowalająca, czego przyczyną może być niedoskonałość podłoża i warstwy buforowej. Widoczne elementy zgodności są w dużej mierze potwierdzeniem uzyskania założonych parametrów struktury.

Ostatni przykład ilustruje zastosowanie aktualnie opracowanych programów do obliczeń krzywych dyfrakcyjnych warstw implantowanych. Krzywe przedstawione na rysunku 8 pokazują wpływ translacji warstwy w wyniku zmian stałej sieci. Krzywe zostały obliczone przy założeniu hiperbolicznego profilu zmian stałej sieci. Profil taki daje krzywe dyfrakcyjne o podwójnej periodyczności, lecz przy uwzględnieniu rozbieżności wiązki widoczna jest tylko wolna modulacja o charakterystycznie wzrastającym okresie. Wielkość przesunięcia sieci, traktowana jako parametr, powoduje

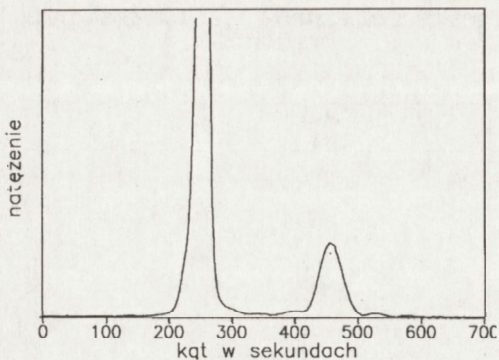
zmianę szybkości wzrastania periodyczności, gęstości maksimów i fazy początkowej.



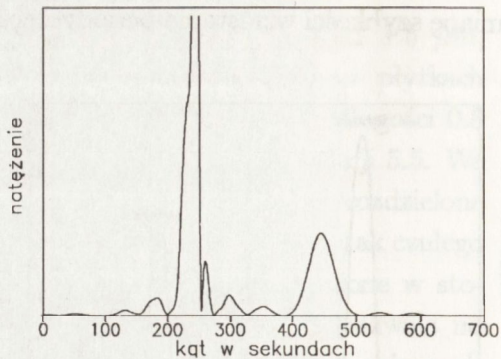
Rys. 5. Krzywe teoretyczne obliczone dla wyznaczenia poprawek wynikających z refrakcji i profilu dyfrakcyjnego  $\varphi_{Ti}$  dla krzemowej warstwy epitaksjalnej o grubości  $12 \mu\text{m}$ , w układzie spektrometru  $531S_i, -531S_i$  z asymetrycznymi odbiciami na badanej próbce: a.- poszerzającym i b. - zawężającym wiązkę.



Rys. 6. Krzywe eksperymentalne do wyznaczania kąta międzypłaszczyznowego na mało wykrzywionej próbce z warstwą epitaksjalną  $pp^+$  o grubości  $12 \mu\text{m}$  na grubym podłożu, odpowiadające krzywym na rysunku 5.

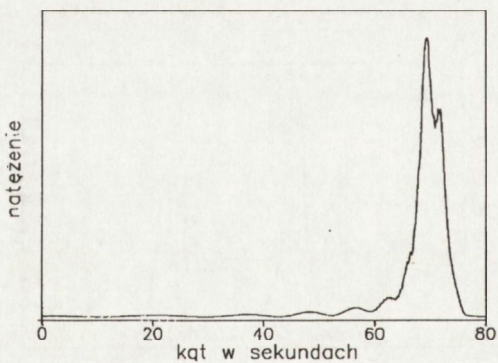


a.

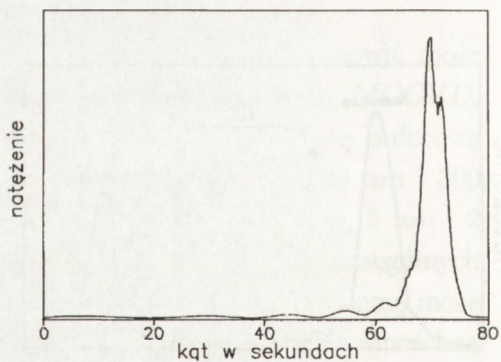


b.

Rys. 7. Porównanie, krzywej eksperymentalnej - a. i teoretycznej - b., struktury wielowarstwowej  $GaAs/GaAlAs$  w asymetrycznym refleksie 511, układu spektrometru z refleksem 511 na monochromatorze germanowym.



a.



b.

Rys. 8. Dwie krzywe dyfrakcyjne odpowiadające przybliżeniu warstwy implantowanej przez fragment hiperboli, z różną wielkością pionowej translacji sieci, traktowanej jako parametr.

### 3.4. SYMULACJA ODWZOROWAŃ DYSLOKACJI I WTRĄCENŃ OTRZYMYWANYCH METODĄ TOPOGRAFII DWUKRYSTALICZNEJ W MONOKRYSTAŁACH

Program symulacji dwukrystalicznych odwzorowań ujść dyslokacji był stosowany w kilku przypadkach istotnie różniących się współczynnikiem absorpcji promieniowania. Część przedstawionych wyników była opublikowana w pracach [113, 114, 115, 116].

Jako pierwszy przykład przytaczamy symulacje odpowiadające synchrotronowemu układowi  $\{11\} 51s_i, -008_o$  z promieniowaniem  $0.8\text{Å}$ . W przypadku układu o tak wysokiej czułości, niedoskonałości diamentu powodowały istotną rozbieżność obrazów eksperymentalnych i teoretycznych. Topogramy teoretyczne są jednak w tym przypadku ciekawe z punktu widzenia zjawisk interferencyjnych związanych ze skończoną grubością.

Na rysunku 9 pokazano przykładową symulację dla teoretycznie możliwej konfiguracji dyslokacji krawędziowej wzdłuż [011], nachylonej pod kątem  $45^\circ$  do powierzchni. Należy odnotować wyraźną różnicę w stosunku do symulacji pokazywanych w [4, 5, 6, 7, 8], polegającą na braku charakterystycznej rozety przypisywanej kontrastowi dylatacyjno-orientacyjnemu [1, 2]. Przy ujściu dyslokacji widoczne są rozległe pierścienie silnie zależne od punktu krzywej odbicia. Elementem podobnym do opisywanych w [4, 5, 6, 7] są prążki pojawiające się za rdzeniem dyslokacji, tłumaczone jako wynik rozkładu i odbudowywania się pól falowych.

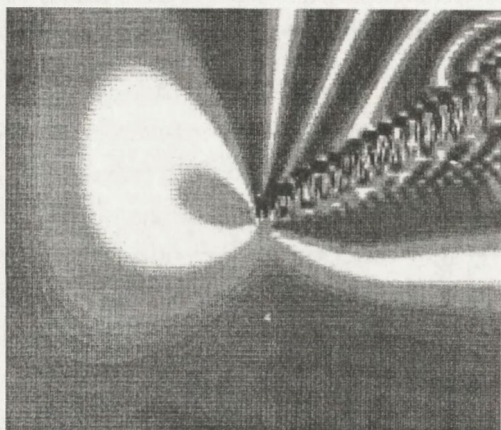
Powstawanie różnych elementów kontrastu można prześledzić na rozkładzie intensywności  $|D_h|^2$  w płaszczyźnie dyfrakcji, pokazanym na rysunku 10. Widoczne jest, że wewnątrz kryształu istnieje układ prążków równoległych do powierzchni, przewidzianych przez teorię dyfrakcji dla płytek płaskorównoległych. Pionowy okres tych prążków jest dany przez różnicę między składowymi wektorów pól falowych wzdłuż współrzędnej pionowej  $z$ .

$$t_p = \frac{1}{k_{hz}^{(1)} - k_{hz}^{(2)}} \quad (32)$$

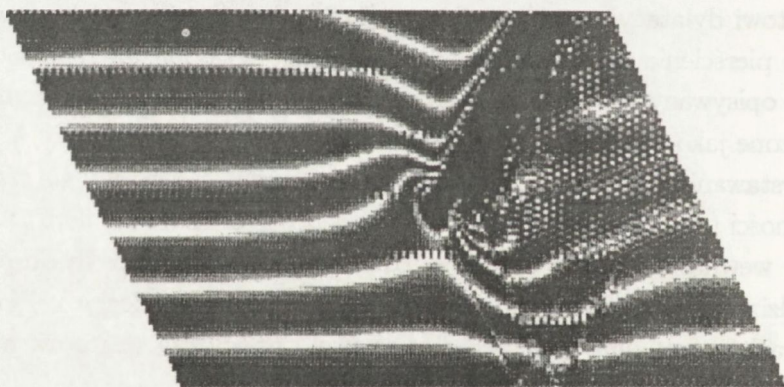
gdzie  $K_{hz}^{(i)}$  dane jest wzorem 15.

Jak widać na rysunku 10, dodatkowe efekty interferencyjne są związane z zaginaniem się poziomych prążków w pobliżu dyslokacji. Można przypuszczać, że ma ono złożony mechanizm: jest to rezultat zmiany dróg optycznych interferujących pól

falowych w wyniku ich propagacji po różnie zakrzywionych torach.



Rys. 9. Przykład teoretycznego obrazu dyslokacji w diamencie dla wyjątkowo czułego reflektu 800 promieniowania  $0.8\text{\AA}$  w próbce diamentu o grubości  $1.5\text{ mm}$ . Obraz wykazuje szereg efektów interferencyjnych związanych ze skończoną grubością kryształu.



Rys.10. Rozkład intensywności amplitudy fali odbitej w płaszczyźnie dyfrakcyjnej dla symulacji podobnej do pokazanej na rysunku 9.

Zbliżenie obrazów teoretycznych i eksperymentalnych uzyskano drogą modelowania układu pasm wzrostu równoległych do powierzchni, po uwzględnieniu zmian fazy wywołanych translacją różnie domieszkowanych warstw sieci.

Drugi przykład dotyczy topogramów diamentu w układzie z  $1\bar{4}32_{\text{quartz}}$ ,  $-311_0$ , dla promieniowania  $\text{Cu K}\alpha_1$ . Zakładana grubość kryształu (odpowiadająca sytuacji eksperymentalnej) wynosiła 0.7 mm.

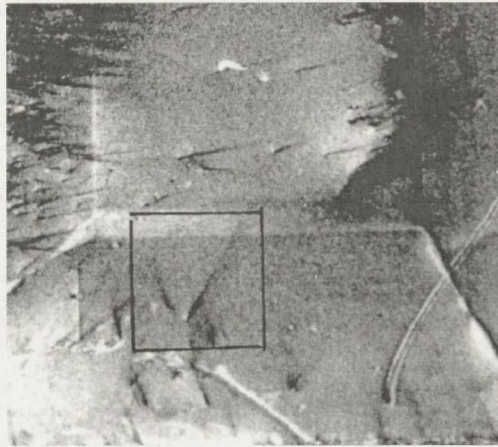
Symulacja obrazu dla fali płaskiej, odpowiadająca przedstawionemu na rysunku 11 odwzorowaniu eksperymentalnemu dyslokacji  $30^\circ$ , przedstawiona została na rysunku 12 a. Na symulacjach obserwowano bardzo dużą ilość efektów interferencyjnych. Również i w tym przypadku nie obserwowano rozety kontrastu dylatacyjno-orientacyjnego.

Radykalne poprawienie zgodności obrazów teoretycznych i eksperymentalnych uzyskano przez uwzględnienie rozbieżności wiązki drogą sumowania wielu symulacji dla fal płaskich o różnym kącie padania. Wiele szczegółów, m.in. charakterystyczny kontrast w kształcie litery "V" uległ zatarciu. Szereg szybkich oscylacji w uśrednieniu utworzyło czarny kontrast, odpowiadający w dużej mierze obserwowanemu kontrastowi eksperymentalnemu. Nie obserwowano odwracania się kontrastu przy zmianie zwrotu wektora Burgersa, ale występujące różnice obrazu umożliwiły określenie bardziej prawdopodobnego jego zwrotu.

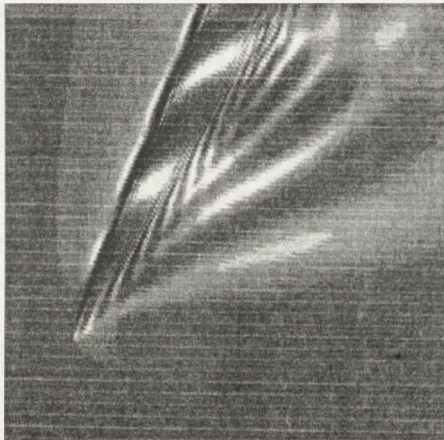
Numeryczne symulacje obrazu defektów stanowiły istotne uzupełnienie badań arsenku galu. W tym przypadku uzyskano znacznie lepszą zgodność topogramów teoretycznych i eksperymentalnych. Obserwowano zanik zależności symulowanego obrazu od zakładanej grubości po przekroczeniu  $50\mu\text{m}$ . Przeprowadzone symulacje zakładały grubość  $100\mu\text{m}$  i dostarczały wyników równoważnych wynikom otrzymanych dla kryształu półnieskończonego.

Symulacje obrazów dwóch dyslokacji, których topogramy eksperymentalne przedstawiono na rysunku 13, pokazano na rysunkach 14 a, a' - b, b', przy czym przez "prime" oznaczono symulacje uwzględniające 1" rozbieżność wiązki z monochromatora. Jak widać, w przypadku *GaAs* obraz jest zdominowany przez rozetę, podobną do opisaną w [4, 5]. Zgodność z kontrastem eksperymentalnym jest otrzymana już dla fali płaskiej. Widoczna jest wówczas niewielka ilość prążków interferencyjnych przy ujściu dyslokacji. Uwzględnienie rozbieżności wiązki powoduje zanikanie prążków interferencyjnych i polepszenie zgodności obrazów symulowanych

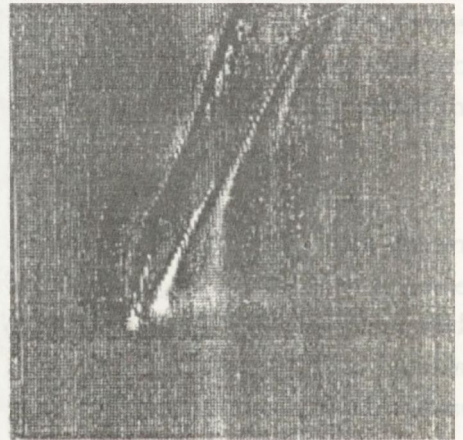
z obrazami eksperymentalnymi, które ich nie zawierają.



Rys. 11. Dwukrystaliczny obraz eksperymentalny dyslokacji  $30^\circ$  nachylonej pod kątem  $24^\circ$  do powierzchni w refleksie 311 promieniowania  $\text{Cu K}\alpha_1$  w diamencie.



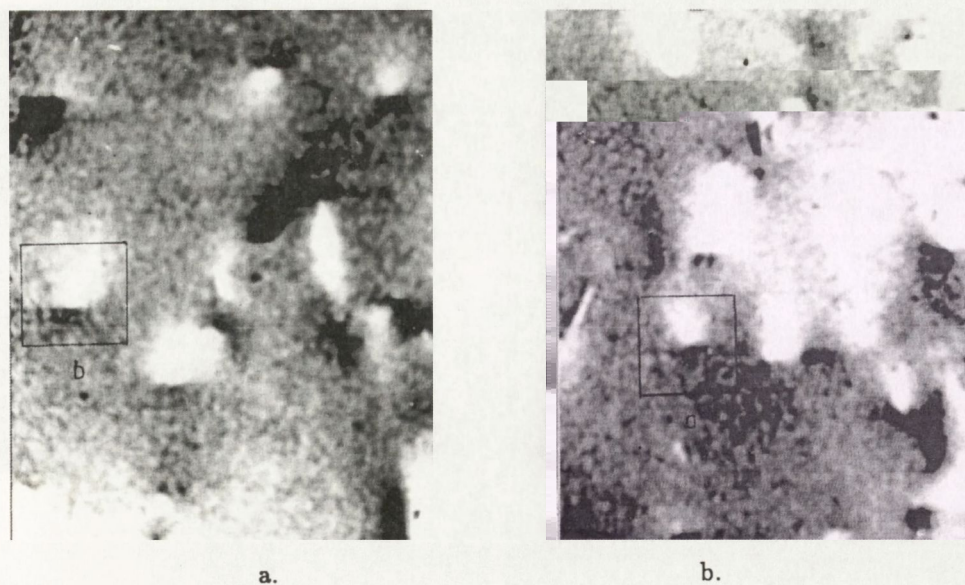
a.



b.

Rys. 12. a. - Symulacja obrazu dyslokacji  $30^\circ$  nachylonej pod kątem  $24^\circ$  do powierzchni w refleksie 311 promieniowania  $\text{Cu K}\alpha_1$  w diamencie dla fali płaskiej. b. - Symulacja obrazu takiej samej dyslokacji z uwzględnieniem rozbieżności wiązki  $0.4''$ .





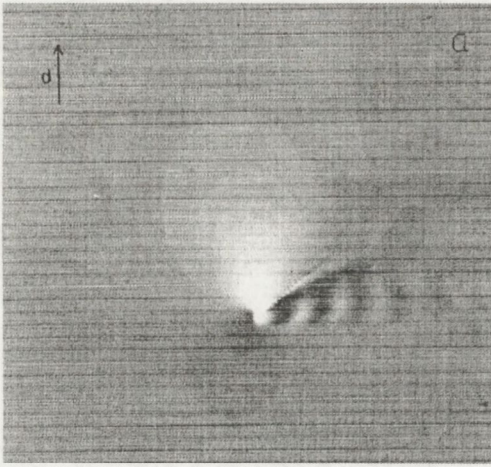
Rys. 13. Topogramy eksperymentalne dyslokacji w próbce z niskodyslokacyjnego monokryształu  $GaAs$  otrzymanego metodą  $HGF$  w układzie  $511_{GaAs}, -511_{GaAs}$ . Ramki zaznaczają dyslokacje, których symulacje przedstawiono na rysunku 14.

Na rysunku 15 pokazano istotne zmiany i częściową ekstynkcję odwzorowania dyslokacji w funkcji różnych wartości  $\cos \vec{g} \cdot \vec{b}$ . Rysunek 16 ilustruje z kolei odwracanie się kontrastu rozety, zarówno przy zmianie zwrotu wektora Burgersa, jak i przy przejściu na przeciwległe zbocze krzywej dyfrakcyjnej.

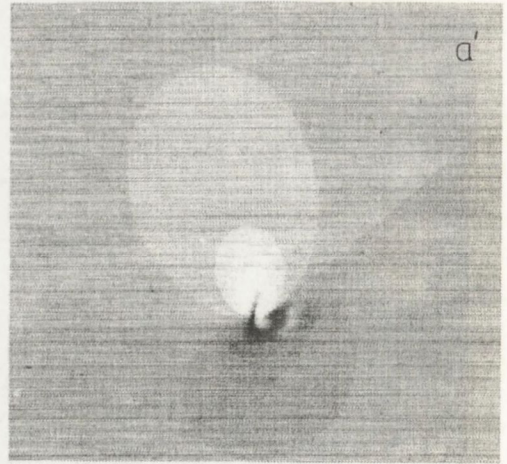
Porównując zarys wydruku konturów równoczesnego odbicia przedstawiony na rysunku 17 b i odpowiadająca im symulację 17 a zauważamy duże podobieństwo, będące dowodem stosowalności prostego przybliżenia kontrastu zaproponowanego przez Bonsego [1, 2].

Jako przykład pośredni na rysunku 18 przytoczono topogramy dyslokacji w krzemie w refleksie  $440 \text{ CuK}\alpha_1$  i odpowiadające im symulacje dla fali płaskiej. Obrazy teoretyczne zawierają więcej prążków interferencyjnych niż dla  $GaAs$  i dość wyraźną rozetę.

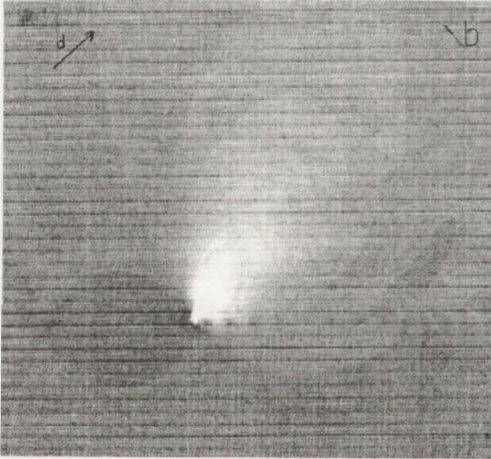
Na rysunku 19 pokazano przykład symulacji obrazów punktowego wtrącenia znajdującego się na głębokości  $10 \mu m$ . W aktualnych badaniach nie uzyskano eksperymentalnych obrazów podobnych wtrąceń. Zwracają uwagę wyraźne różnice obrazu teoretycznego dyslokacji i wtrąceń, pomocne przy rozróżnianiu tych dwu typów defektów.



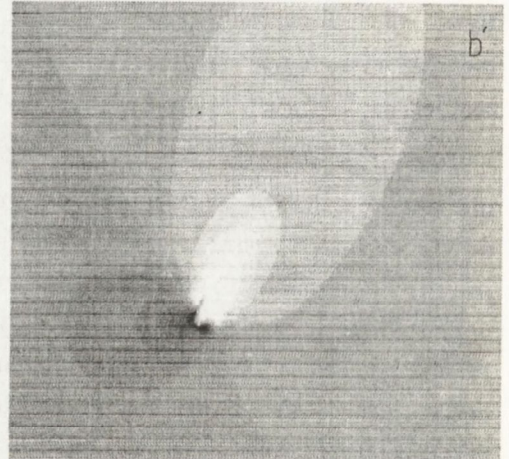
a.



a'.



b.

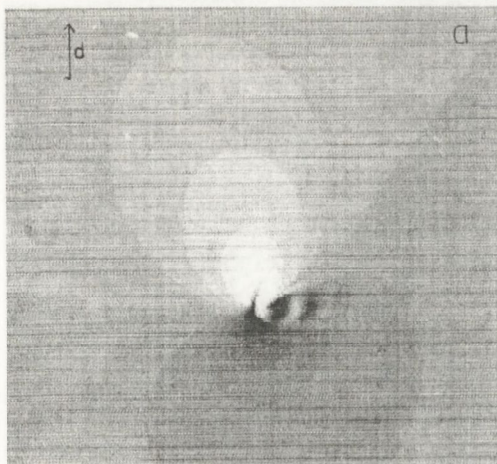


b'.

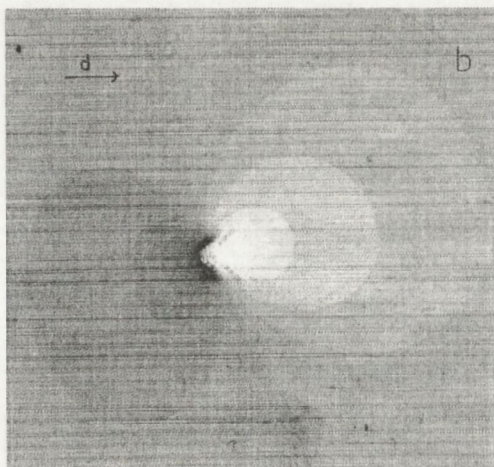
Rys. 14. Symulacje obrazów dyslokacji, odpowiadających topogramom eksperymentalnym, przedstawionym na rysunku 13. Przymy oznaczają obrazy z uwzględnieniem 1.2" rozbieżności wiązki.

a-a' - dyslokacja 30° nachylona pod kątem 54° do powierzchni.

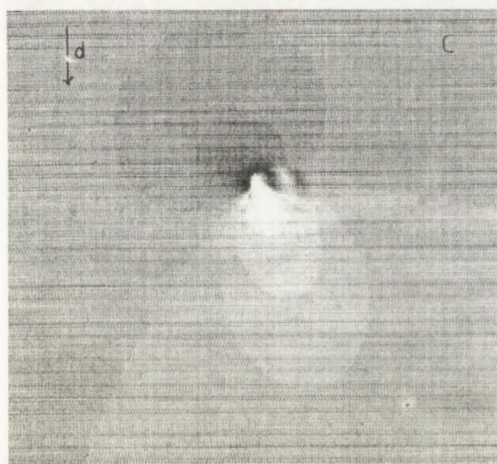
b-b' - dyslokacja 60° nachylona pod kątem 54° do powierzchni.



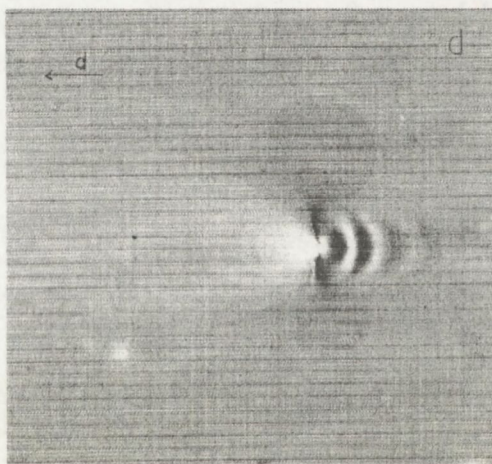
a.



b.

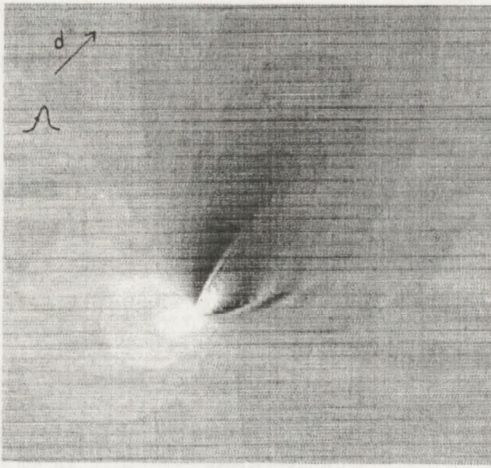


c.

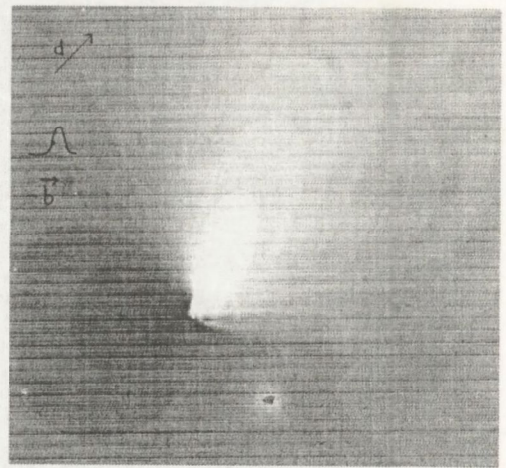


d.

Rys. 15. Seria topogramów pokazująca zmiany kontrastu dyslokacji  $30^\circ$  wychodzącej na powierzchnię pod kątem  $54.7^\circ$  w czterech refleksach typu 511 na kryształach o orientacji (001).

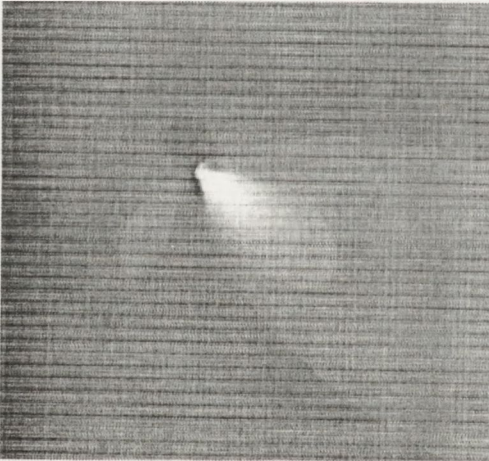


a.

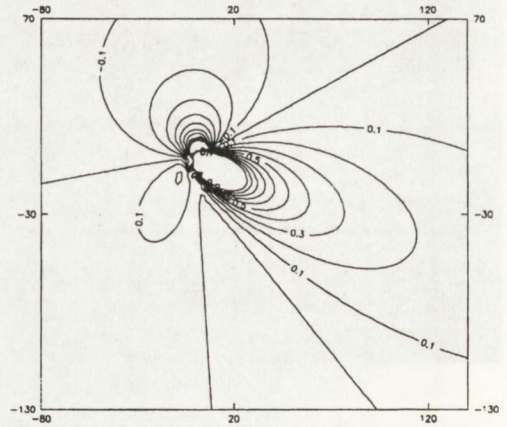


b.

Rys. 16. Odwracalność kontrastu "rozety" w obrazie  $60^\circ$  dyslokacji, wychodzącej pod kątem  $45^\circ$  na powierzchnię przy zmianie zbrocza krzywej odbicia.

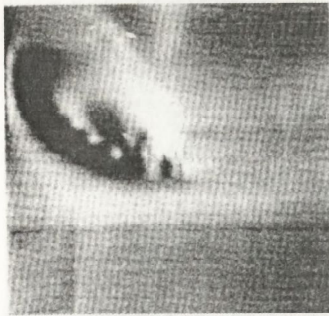


a.

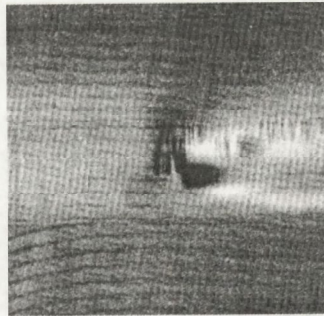


b.

Rys. 17. Odpowiedniość kształtu "rozety" na topogramie eksperymentalnym a. i konturów jednoczesnego odbicia, wynikającego z założonego pola deformacji.



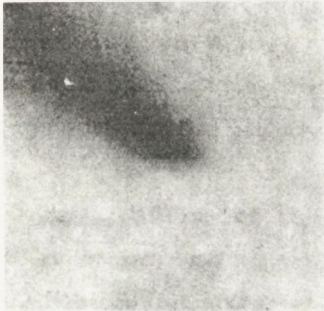
a.



b.



c.



a'

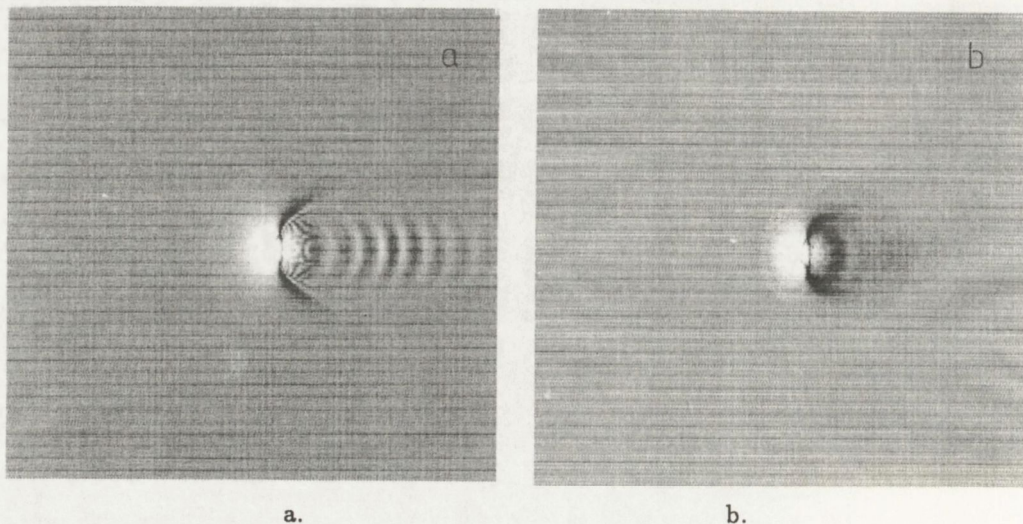


b'



c'

Rys. 18. Porównanie teoretycznych i eksperymentalnych obrazów dyslokacji  $30^\circ$  w krzemie dla trzech równoważnych refleksów 440



Rys. 19. Symulacje obrazów punkowego wytrącenia, znajdującego się  $7.5 \mu$  pod powierzchnią w refleksie 511 GaAs:

a.- obraz dla fali płaskiej

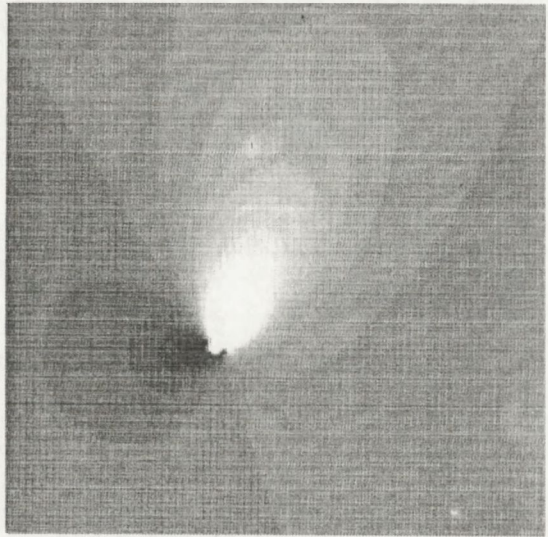
b.- obraz integralny uwzględniający 1" rozbieżność wiązki.

### 3.5. SYMULACJA ODWZOROWAŃ DEFEKTÓW W WARSTWACH EPITAKSJALNYCH

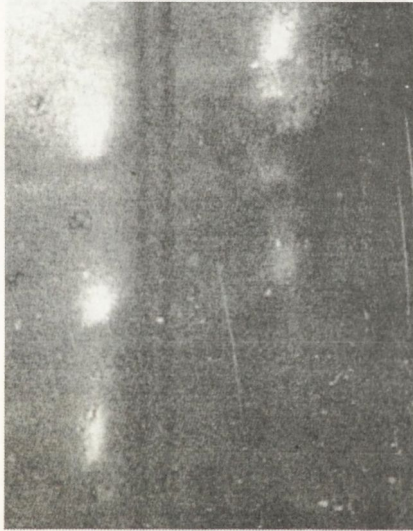
Zastosowania numerycznej symulacji do nowych przypadków odwzorowań dwukrystalicznych defektów w warstwach epitaksjalnych były przedmiotem publikacji [117]. W pracy tej omawiano m.in. symulację odwzorowań dyslokacji przebijających warstwę epitaksjalną, które porównywano z topogramami eksperymentalnymi uzyskanymi dla warstw epitaksjalnych arsenku galu o grubości  $4 \mu m$  naniesionych metodą *MOCVD* na arsenku galu silnie domieszkowanym indem. W warstwach tych znaleziono zarówno dyslokacje niedopasowania, jak i dyslokacje przebijające warstwę. W tym wypadku wielkość współczynnika niedopasowania sieciowego wynosiła około  $5 \cdot 10^{-5}$ , powodując rozdzielenie maksimów warstwy i podłoża o około  $30''$ .



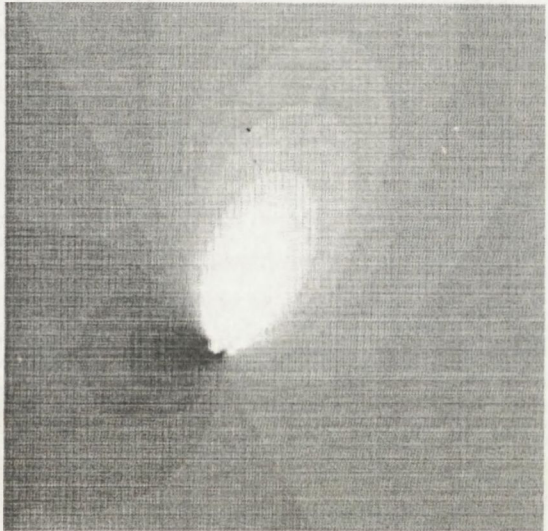
a.



a'

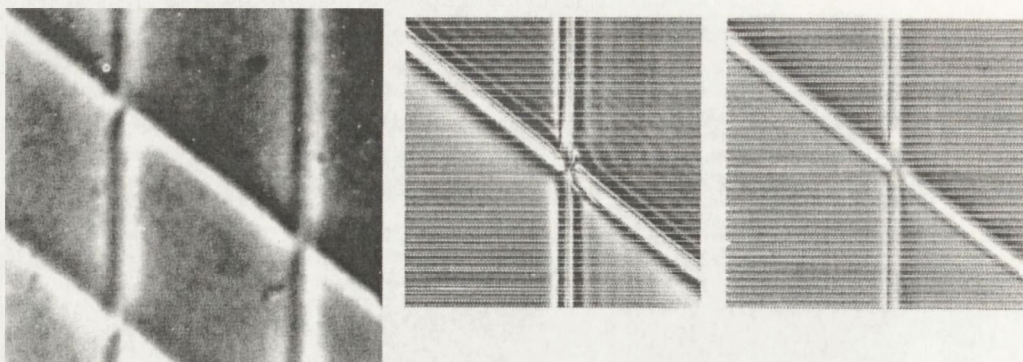


b.



b'

Rys. 20. Porównanie eksperymentalnych i symulowanych (oznaczonych primami) obrazów dyslokacji przebijających warstwę epitaksjalną GaAs, w refleksie  $511 \text{ CuK}\alpha_1$ : a. - wysokokątowe zbcze maksimum warstwy, b. - wysokokątowe zbcze maksimum podłoża. Topogramy oznaczone primami uwzględniają rozbieżność wiązki rzędu  $1.2''$ .



a.

b.

c.

Rys. 21. Przykładowa symulacja przecięcia dyslokacji niedopasowania w  $12 \mu\text{m}$  warstwie epitaksjalnej krzemu o orientacji (111), dla wysokokątowego zbocza maksimum podłoża: a. - topogram eksperymentalny, b. - symulacja dla fali płaskiej, c. - symulacja uwzględniająca rozbieżność wiązki  $0.7^\circ$ .

Przykład porównania teoretycznych i symulowanych obrazów dyslokacji wychodzącej na powierzchnie pokazano na rysunku 20. Można zaobserwować duże podobieństwo obrazów dyslokacji dla maksimum warstwy i podłoża, które z kolei nie różnią się w dużym stopniu od obrazów dla monokryształów. Widoczne jest zdominowanie obrazu przez "rozetę".

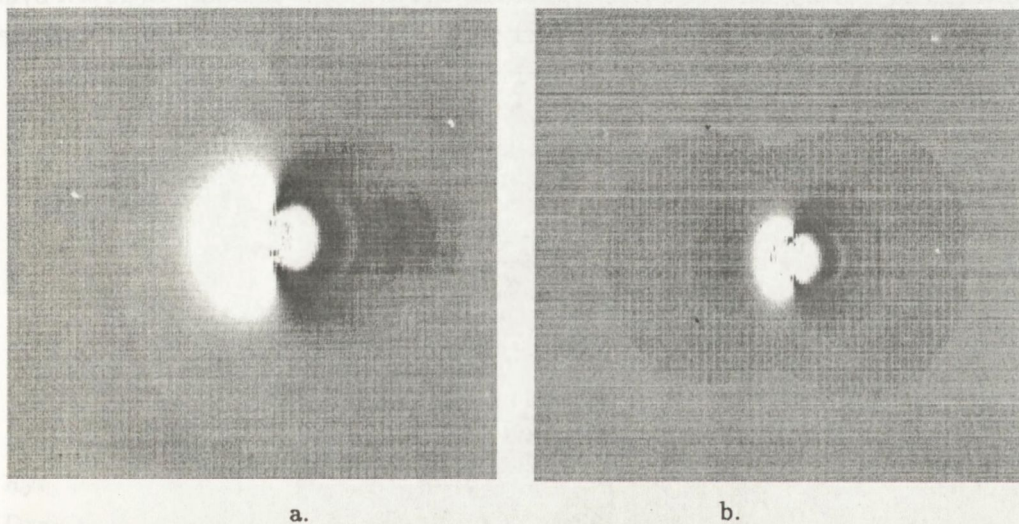
Drugim, nowym zastosowaniem symulacji do warstw epitaksjalnych były obrazy przecięć dyslokacji niedopasowania. W tym wypadku symulowano obrazy przecięć dyslokacji niedopasowania w krzemowych warstwach epitaksjalnych na podłożach silnie domieszkowanych borem, o podobnej jak poprzednio wielkości niedopasowania sieciowego. W tym wypadku obserwowano więcej charakterystycznych szczegółów kontrastu dyslokacji i ich przecięć, niż dla dyslokacji niedopasowania w *GaAs*.

Przykład symulacji przecięcia dwu dyslokacji niedopasowania w warstwie krzemowej pokazano na rysunku 21. Można zauważyć wiele charakterystycznych szczegółów w obszarze przecięcia. Zwraca uwagę zanikanie przy uwzględnieniu rozbieżności wiązki, prążków interferencyjnych widocznych za dyslokacjami na symulacjach dla fali płaskiej. Prążki te były opisywane w [9, 10], a uzyskany wynik



potwierdza sugestię co do głównej przyczyny ich niewidoczności na topogramach eksperymentalnych.

Trzecim nowym przypadkiem zastosowania symulacji numerycznej do warstw epitaksjalnych była symulacja quasi-punktowych wtrąceń, podobnych do rozpatrywanych wcześniej w monokryształach. W tym przypadku nie uzyskano jednak odwzorowań eksperymentalnych podobnych defektów. Jak można zauważyć na rysunku 22, przedstawiającym obrazy symulowane punktowego wtrącenia zawieszzonego w środku  $5\ \mu\text{m}$  warstwy epitaksjalnej, jest ono znacznie bardziej widoczne przy symulacji dla zbocza maksimum warstwy, niż dla analogicznego miejsca maksimum podłoża. Sytuacja ta ulega odwróceniu przy umieszczeniu wtrącenia w podłożu. Staje się ono wówczas bardziej widoczne dla maksimum podłoża.



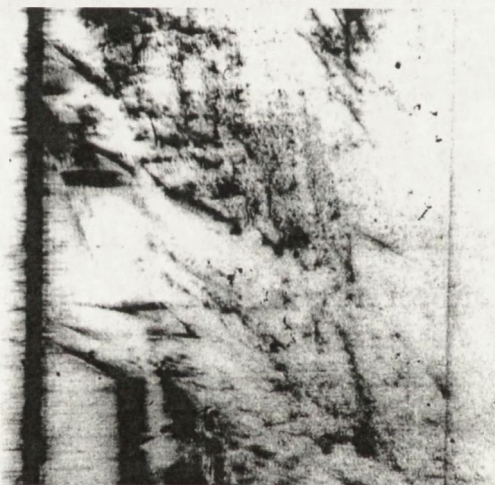
Rys. 22. Porównanie obrazów (dla wiązki o rozbieżności  $1.2''$ ) quasi-punktowego wtrącenia zawieszzonego  $2.5\ \mu\text{m}$  poniżej powierzchni  $5\ \mu\text{m}$  warstwy epitaksjalnej  $\text{GaAs}$  o współczynniku niedopasowania  $5 \cdot 10^{-5}$ : a. - dla wysokokątowego zbocza maksimum warstwy, b. - dla wysokokątowego zbocza maksimum podłoża.

Odpowiedniość obrazów dyslokacji przebijających warstwę dla równoważnych punktów maksimum warstwy i podłoża ma prawdopodobnie swoje źródło w charakterze pola deformacji. Jest ono stosunkowo mało zmienne w kierunku w głąb warstwy, tak że listki rozety odpowiadają dużym fragmentom objętości kryształu, znajdującym się w jednakowej pozycji odbijającej. Zmienność pola deformacji w

głęb warstwy jest wyraźniejsza dla dyslokacji niedopasowania i wtrąceń, których obrazy dla odpowiednich punktów maksimum podłoża i warstwy są znacznie bardziej różne od siebie.

### 3.6. SYMULACJA OBRAZÓW DYSLOKACJI W ODBICIOWEJ TOPOGRAFII SEKCYJNEJ

Metodę topografii sekcyjnej, realizowaną z wykorzystaniem źródła synchrotronowego, zastosowano do rozpatrywanych, płaskorównoległych płytek przygotowanych z dużych diamentów syntetycznych [118]. Najważniejsze z punktu widzenia niniejszego rozdziału wyniki uzyskano w symetrycznym refleksie 400 przy kącie Bragga  $45^\circ$  i promieniowaniu  $1.26\text{\AA}$ . Zastosowana szerokość szczeliny  $12\text{-}15\ \mu\text{m}$  była więcej niż  $1.5\times$  mniejsza od długości ekstynkcji, wynoszącej około  $23\ \mu\text{m}$ . Uzyskane topogramy odpowiadają całkowitej polaryzacji  $\sigma$ .

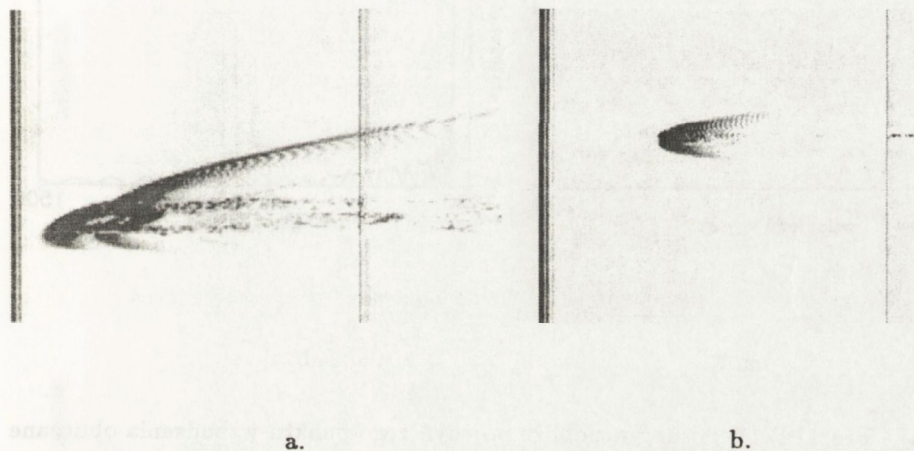


Rys. 23. Odbiciowy synchrotronowy topogram sekcyjny w symetrycznym refleksie 400 promieniowania  $1.26\text{\AA}$  płytki diamentowej o wymiarach  $4 \times 4 \times 0.7\ \text{mm}^3$ . Szereg obrazów dyslokacji z prążkami interferencyjnymi jest widoczny w górnej części rysunku.

Uzyskane topogramy ujawniają szereg układów prążków interferencyjnych, m.in. prążki Pendellösung w pobliżu wiązki wzbudzającej oraz prążki związane z granicami sektorów wzrostu, błędami ułożenia i dyslokacjami. Można również zauważyć ślad wiązki wzbudzającej, odbitej od przeciwległej powierzchni w postaci wąskiego paska i przylegającego do niego obszaru podwyższonej intensywności.

Przykłady symulowanych obrazów teoretycznych dla dyslokacji  $30^\circ$  pokazano na rysunku 24. Obrazy dyslokacji najbardziej zbliżone do obrazów teoretycznych są widoczne w górnej części rysunku 23.

Symulowane obrazy dyslokacji odznaczają się znacznie większą rozciągłością i zawierają znacznie większą ilość prążków interferencyjnych niż obrazy eksperymentalne. Większość kontrastu powstaje w okolicach przecięcia dyslokacji przez wiązkę wzbudzającą, a część w obszarze wzdłuż linii dyslokacyjnej. Dyslokacja powoduje również pewien kontrast w wiązce odbitej od przeciwległej powierzchni.



Rys. 24. a.- Obraz teoretyczny dyslokacji  $30^\circ$ , nachylonej pod kątem  $24^\circ$  do powierzchni. Dyslokacja jest skierowana w dół w prawy górny róg. b. - Obraz teoretyczny dyslokacji  $30^\circ$  nachylonej  $35.4^\circ$  do powierzchni w płaszczyźnie pionowej. Dyslokacja jest skierowana pionowo (nie poziomo!) i nachylona w dół.

Obrazy symulowane odwzorowują w bardzo dobry sposób prążki Pen-dellösung, co można prześledzić na rysunku 25. Prążki pojawiające się w pobliżu padania wiązki są zgodne z otrzymanymi z analitycznego wzoru Uragami [43].

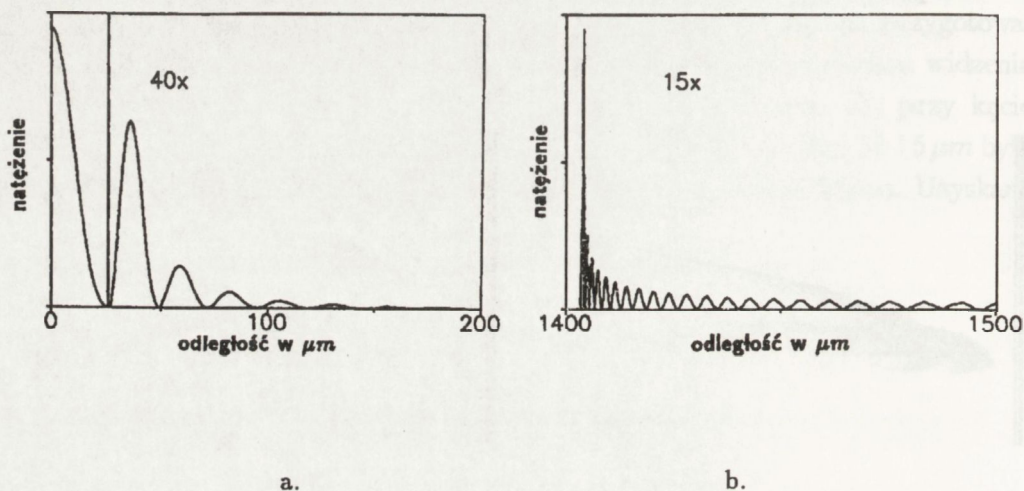
$$I(x) = Ax^{-2} |J_1\{\sqrt{\sin(2\theta_B - \Phi) \sin \phi} / \sin 2\theta_B\} \alpha x|^2 \quad (33)$$

gdzie  $x$  jest odległością od punktu padania wiązki,  $\Phi$  jest nachyleniem płaszczyzn odbijających,  $\theta_B$  jest kątem Bragg'a,  $J_1$  oznacza funkcję Bessela pierwszego rzędu,

natomiast

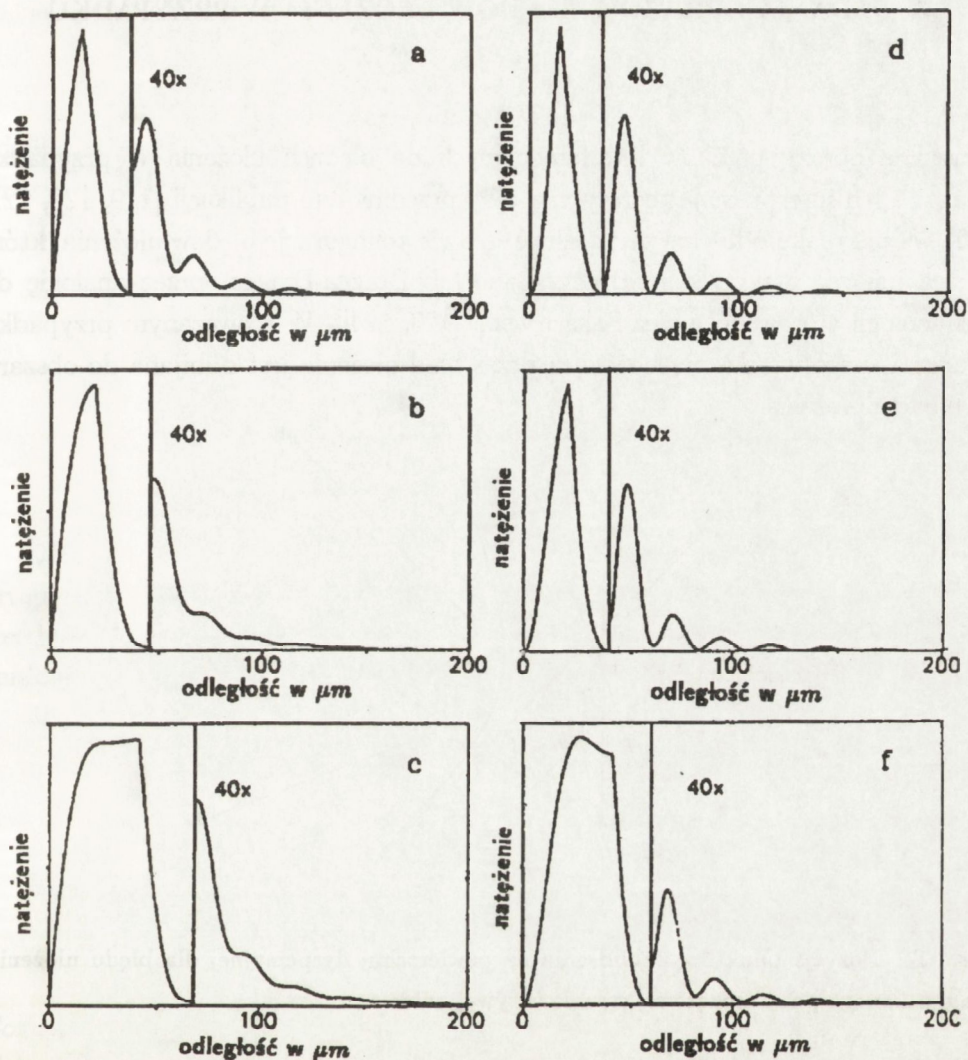
$$\alpha = \frac{2\pi}{\lambda} \sqrt{\chi_h \chi_{\bar{h}}} \quad (34)$$

Obraz teoretyczny pokazany na rysunku 25 b, jest bardzo zbliżony do uzyskanego przez Afanaseva i Kohna [46]. Charakter tego obrazu odpowiada obszarowi podwyższonej intensywności w pobliżu wiązki odbitej, na rysunku 24.



Rys. 25. a. - Prążki Pendellösung w pobliżu pojedynczego punktu wzbudzenia obliczone przez aktualny program. Prawa część profilu jest 40× powiększona. b. - Prążki Pendellösung w pobliżu wiązki odbitej od przeciwległej powierzchni, obliczone dla pojedynczego punktu wzbudzenia przy założonej grubości płytki diamentowej równej 700 μm.

Wpływ sposobów uwzględnienia szerokości szczeliny na profile prążków Pendellösung można prześledzić na rysunku 26. Efekt spadku wysokości i rozdzielenia prążków jest znacznie wolniejszy przy ograniczeniu rozbieżności wiązki.

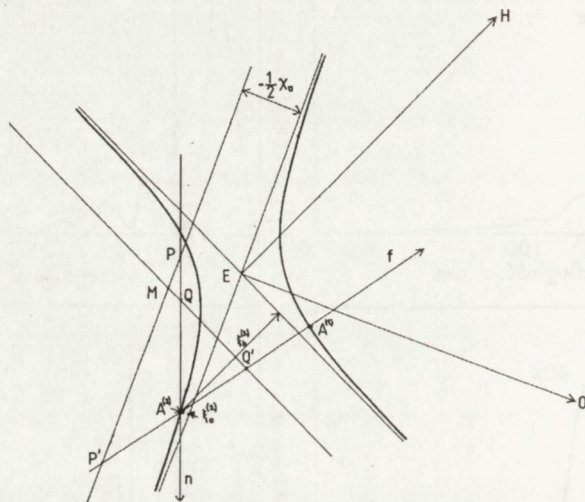


Rys. 26. Porównanie symulowanych profili prążków Pendellösung w przypadku Bragga dla różnych sposobów uwzględnienia skończonej szerokości szczeliny. Prawe części są powiększone 40x.

- a. - dodawanie sekcji dla pojedynczego punktu  $10\mu m$ .
- b. - dodawanie sekcji dla pojedynczego punktu  $15\mu m$ .
- c. - dodawanie sekcji dla pojedynczego punktu  $30\mu m$ .
- d. - dodawanie fal płaskich z ograniczonym frontem w zakresie  $1'' - 10\mu m$ .
- e. - dodawanie fal płaskich z ograniczonym frontem w zakresie  $1'' - 15\mu m$ .
- f. - dodawanie fal płaskich z ograniczonym frontem w zakresie  $1'' - 30\mu m$ .

### 3.7. BADANIA OBRAZÓW BŁĘDÓW UŁOŻENIA W PRZYPADKU BRAGGA

Uzyskane obrazy prążków interferencyjnych na błędach ułożenia w przypadku Bragga i ich interpretacja teoretyczna były przedmiotem publikacji [119, 120, 121, 122]. W przypadku odbiciowym możliwe są dwie konfiguracje błędów ułożenia, które można nazwać przypadkiem Bragga-Laue lub Bragga-Bragga, przez analogię do terminologii stosowanej przez Saka i wsp. [123, 124]. W rozważanym przypadku Bragga-Lauego wiązka przechodząca przez błąd ułożenia jest odbijana do obszaru za błędem ułożenia.



Rys. 27. Pozycje punktów wzbudzenia na powierzchni dyspersyjnej dla błędu ułożenia Bragga-Lauego po niskokątowej stronie krzywej odbicia.

Układ wzbudzonych punktów falowych przedstawiono na rysunku 27. Pole falowe odpowiadające pojedynczemu punktowi wzbudzanemu przez falę padającą jest rozszczepiane przez błąd ułożenia na wiązkę odbitą i transmitowaną. W drugim obszarze te dwie wiązki wzbudzają cztery nowe pola falowe. Jeden z odpowiadających im punktów wzbudzenia pokrywa się z wzbudzonym przez falę padającą, lecz powinien mieć inne składowe urojone współrzędnych. Przedstawiony sposób należy uznać za niestosowny w obszarze całkowitego odbicia; przy silnym pochłanianiu ekstynkcyjnym trudno jest traktować wiązkę przechodzącą przez błąd ułożenia jako falę płaską.

W pierwszym obszarze

$$D_{0i} = D_0^{(a)} \quad ; \quad D_{hi} = c^{(i)} D_0^{(a)} \quad (35)$$

gdzie  $D_0^{(a)}$  oznacza amplitudę fali padającej, a pozostałe wielkości są dane przez wzory podane w podrozdziale 3.1.

W drugim obszarze sieć przesunięta jest o wektor  $\vec{f}$ , stąd podatność dielektryczna

$$\chi' = \sum \chi'_h (-2\pi i \vec{h} \cdot \vec{f}) \quad (36)$$

a

$$\chi'_h = \chi_h \exp(2\pi i \vec{h} \cdot \vec{f}) \quad ; \quad \chi'_h = \chi_h \exp(-2\pi i \vec{h} \cdot \vec{f}) \quad (37)$$

Dla znalezienia składowych urojonych współrzędnych punktów falowych w drugim obszarze znajdujemy odchylenia od kąta Bragga wiązek powstających przez rozkład pola falowego w obszarze błędu ułożenia. Na podstawie rysunku 27 można znaleźć:

dla wiązki przechodzącej:

$$\Delta\Theta'_{0i} = \Delta\Theta + \Re\left(\frac{\xi_0^{(i)}}{K} + \frac{1}{2}\chi_0\right) \frac{\sin\alpha}{\gamma_0\gamma'_0} \quad (38)$$

dla wiązki odbitej:

$$\Delta\Theta'_{hi} = -\frac{\gamma'_0}{\gamma'_h} \Delta\Theta'_{0i} \quad (39)$$

Cosinusy kierunkowe wiązki transmitowanej i odbitej względem normalnej do płaszczyzny błędu ułożenia są równe

$$\gamma'_0 = \sin(\alpha + \phi - \Theta) \quad i \quad \gamma'_h = \sin(\alpha + \phi + \Theta) \quad (40)$$

$\phi$  jest nachyleniem płaszczyzn odbijających do powierzchni, a  $\alpha$  jest nachyleniem płaszczyzn odbijających do powierzchni.

Współrzędne punktów falowych wzbudzonych przez wiązkę transmitowaną będą:

$$\xi_{0i(0i)} = -\frac{1}{2}|C|K \sqrt{\frac{\gamma'_0}{\gamma'_h}} \sqrt{\chi'_h \chi'_h} (y' \pm \sqrt{y'^2 + 1}) \quad (41)$$

gdzie zmienna  $y'$  odpowiada dyfrakcji w przypadku Lauego w rejonie II fali z odchyleniem od kąta Bragga  $\Delta\Theta'_{0i}$ :

$$y' = -\frac{2 \sin 2\Theta \Delta\Theta'_{0i} + \chi'_0(1 - \frac{\gamma'_h}{\gamma'_0})}{2|C|\sqrt{\frac{\gamma'_h}{\gamma'_0}}\sqrt{\chi'_h\chi'_{\bar{h}}}} \quad (42)$$

oraz

$$\xi_{hi(0i)} = \frac{\chi'_h\chi'_{\bar{h}}K^2C^2}{4\xi_{0i(0i)}} \quad (43)$$

$$\xi_{0j(0i)} = -\frac{\gamma'_0}{\gamma'_h}\xi_{hi(0i)} \quad (44)$$

$$\xi_{hj(0i)} = -\frac{\gamma'_h}{\gamma'_0}\xi_{0i(0i)} \quad (45)$$

$$j = 1, 2; i \neq j$$

indeksy fali wzbudzającej (w nawiasach) są

$i = 1$  dla  $\Re y < -1$  i  $i = 2$  dla  $\Re y > 1$ .

Współrzędne pól falowych wzbudzanych przez wiązkę odbitą mogą być znalezione zauważając, że wiązka odbita jest wiązką padającą dla dyfrakcji z wektorem  $-\vec{h}$  i odchyleniem od kąta Bragga  $\Delta\Theta'_{hi}$ . Współrzędne punktów wzbudzonych przez wiązkę transmitowaną mogą być znalezione przez zamianę indeksów oznaczających fale odbitą z indeksami oznaczającymi fale padającą i na odwrót.

$$\xi_{hi(hi)} = -\frac{1}{2}|C|K\sqrt{\frac{\gamma'_h}{\gamma'_0}}\sqrt{\chi'_h\chi'_{\bar{h}}}(y_h \pm \sqrt{y_h^2 + 1}) \quad (46)$$

nowa zmienna  $y_h$  odpowiada odchyleniu od kąta Bragga  $\Delta\Theta'_{hi}$

$$y_h = -\frac{2 \sin 2\Theta \Delta\Theta'_{hi} + \chi'_0(1 - \frac{\gamma'_0}{\gamma'_h})}{2|C|\sqrt{\frac{\gamma'_0}{\gamma'_h}}\sqrt{\chi'_h\chi'_{\bar{h}}}} \quad (47)$$

Stąd

$$\xi_{0i(hi)} = \frac{\chi'_h\chi'_{\bar{h}}K^2C^2}{4\xi_{hi(hi)}} \quad (48)$$

$$\xi_{hj(hi)} = -\frac{\gamma'_0}{\gamma'_h}\xi_{0i(hi)} \quad (49)$$

$$\xi_{0j(hi)} = -\frac{\gamma'_h}{\gamma'_0}\xi_{hi(hi)} \quad (50)$$



$j = 1, 2; i \neq j$

oraz

$i = 1$  dla  $\Re y < -1$  i  $i = 2$  dla  $\Re y > 1$ .

Amplitudy fal w kierunku odbitym, wzbudzonych przez wiązkę transmitowaną są:

$$D_{h1(0i)} = D_0^{(a)} \frac{2}{K\chi_h' C} \frac{\xi_{01(0i)}\xi_{02(0i)}}{\xi_{02(0i)} - \xi_{01(0i)}} \quad (51)$$

$$D_{h2(0i)} = -D_{h1(0i)} \quad (52)$$

natomiast amplitudy fal wzbudzanych przez wiązkę odbitą:

$$D_{h1(hi)} = D_0^{(a)} c^{(i)} \frac{\xi_{h2(hi)}}{\xi_{h2(hi)} - \xi_{h1(hi)}} \quad (53)$$

$$D_{h2(hi)} = -D_{h1(hi)} \quad (54)$$

gdzie

$$c^{(i)} = c^{(i)} \exp(2\pi i \vec{h} \cdot \vec{f}) \quad (55)$$

Oprócz wymienionych czterech pól falowych w obszarze II występuje pole falowe wzbudzone przez falę padającą. Jego punkt wzbudzenia posiada te same współrzędne co punkt wzbudzony w pierwszym obszarze, lecz fala odbita na inną fazę.

$$D_{hi} = D_0^{(a)} c^{(i)} = D_{hi} \exp(2\pi i \vec{h} \cdot \vec{f}). \quad (56)$$

Wypadkowa amplituda wiązki odbitej jest podana jako funkcja odległości od ujęcia błędu ułożenia wzdłuż powierzchni x:

$$D_h^{(a)} = [D_{hj(0i)} + D_{hj(hi)}] \exp[-2\pi(\Im k_{hj(0i)} + \Im k_{0j} \frac{\gamma_h}{\gamma_0}) \frac{x \sin \alpha}{\gamma_h'}]$$

$$\begin{aligned}
 & \times \exp[2\pi i \Re k_{0j(0i)} x \frac{\sin \alpha}{\gamma_h}] + \\
 & \{ [D_{hi(0i)} + D_{hi(hi)}] \exp[-2\pi (\Im k_{hi(0i)} + \Im_{0i} \frac{\gamma_h}{\gamma_0}) \frac{x \sin \alpha}{\gamma_h}] + D'_{hi} \} \\
 & \times \exp[2\pi i \Re k_{0i(0i)} x \frac{\sin \alpha}{\gamma_h}]
 \end{aligned} \quad (57)$$

gdzie  $i = 1$  dla  $\Re y > 1$ ,  $i = 2$  dla  $\Re y < -1$  oraz  $i \neq j$ .

W przypadku błędów ułożenia obliczano również obrazy uwzględniające rozbieżność wiązki drogą sumowania obrazów dla fal płaskich, o różnym kącie padania. Uzyskane pozytywne wyniki stanowiły ważny argument dla podobnego uwzględniania rozbieżności wiązki przy symulacjach obrazów dyslokacji.

Dobrej jakości obrazy prążków interferencyjnych na błędach ułożenia w przypadku Bragga zostały wykonane na stacji 7.6, w refleksie 311. Z uwagi na kolicację wiązki zastosowano monochromator krzemowy z refleksem 511, wybierający promieniowanie o długości równej linii Cu K $\alpha$  tzn. 1.54 Å.

Stabilność układu w czasie wykonywania topogramów można oceniać na 0.2", co należy traktować za równoważne pogorszeniu kolicacji do wielkości 0.5". Obrazy eksperymentalne odpowiadają całkowitej polaryzacji  $\sigma$ .

Obserwowano charakterystyczne zachowanie periodyczności prążków, które stawały się bardziej gęste dalej od maksimum.

Obliczone rozkłady intensywności dla wewnętrznego typu błędu ułożenia pokazano na rysunku 29, a dla zewnętrznego na rysunku 30. Różne typy błędów ułożenia dają różnicę startowej fazy oscylacji, która jest różna na przeciwnych zboczach krzywej odbicia. Topogramy eksperymentalne są bardziej zgodne z topogramami teoretycznymi dla wewnętrznego typu błędu ułożenia, znajdującego w kryształach o strukturze diamentu.

Uwzględnienie rozbieżności wiązki 0.3" powodowało rozmycie wzrastające dla kolejnych prążków interferencyjnych, wraz ze spadkiem wysokości maksimum i podwyższaniem się tła. Wspomniane cechy są w dużym stopniu widoczne na topogramach eksperymentalnych, do których obrazy integralne są znacznie bardziej zbliżone.

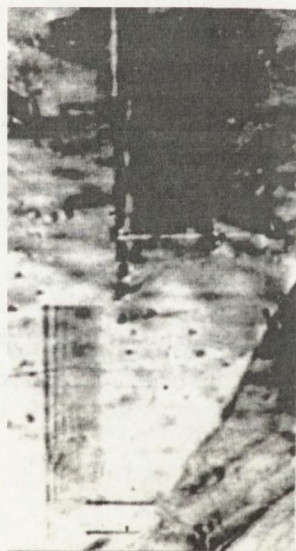
Na topogramach eksperymentalnych obserwowano zgodność periodyczności prążków na błędach ułożenia i nachylonych pod tym samym kątem dyslokacji. Potwierdziły to również porównania odpowiednich obrazów teoretycznych.



a.



b.

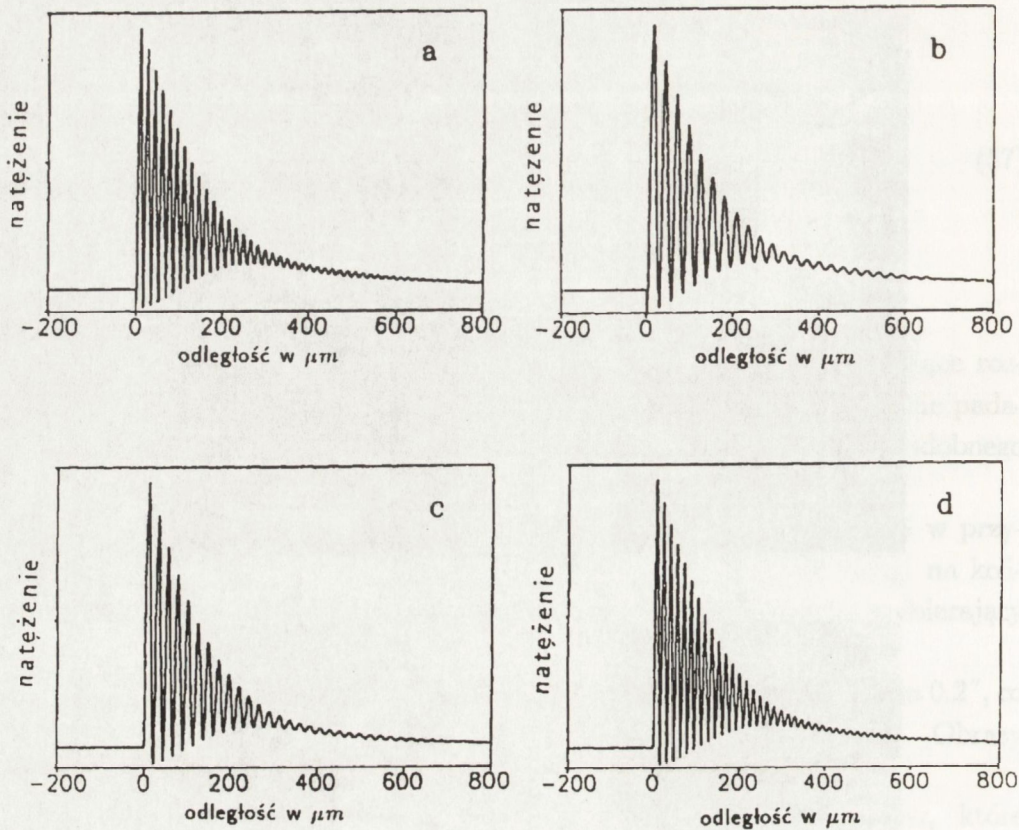


c.

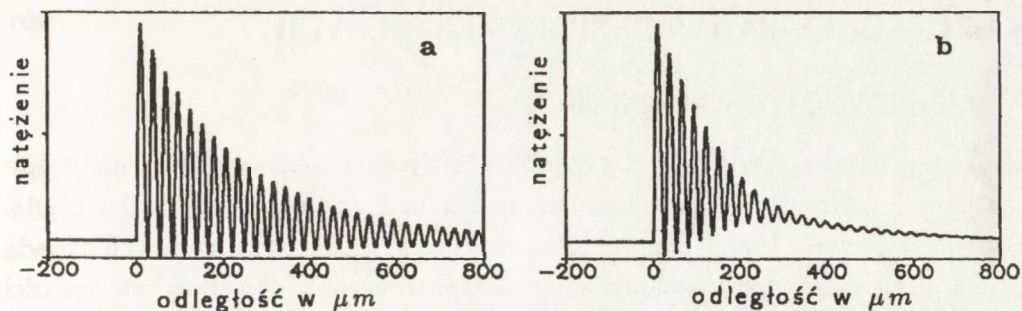


d.

Rys. 28. Seria czterech powiększonych topogramów dwukrystalicznych w układzie synchrotronowym  $511S_i, -113_o$ , z promieniowaniem  $1.54\text{\AA}$ . Topogramy są uszeregowane z wzrastającym kątem poślizgu, po dwa na każdej stronie krzywej odbicia. Rzut wektora dyfrakcji jest położony poziomo i skierowany w lewo. Rzeczywista szerokość obrazu wynosi 450 mm.



Rys. 29. Teoretyczne rozkłady intensywności odpowiadające obrazom eksperymentalnym pokazanym na rysunku 28 dla typu wewnętrznego błędu ułożenia i rozbieżności wiązki 0.5".



a.

b.

Rys. 30. Obrazy teoretyczne jak na rysunku 29 a, dla zewnętrznego typu błędu ułożenia:  
 a. - obraz integralny uwzględniający rozbieżność wiązki 0.5", b. - obraz dla fali płaskiej.

Formowanie się prążków w obydwu przypadkach jest podobne. Pojedyncze pole falowe jest rozszczepiane przez podobnie usytuowaną przeszkodę, po przejściu której odbudowywane są nowe pola falowe o punktach wzbudzenia położonych na normalnej do przeszkody (dokładniejszy model dla dyslokacji był dyskutowany przez Gronkowskiego i Malgrange [125]). Podstawowy okres  $\Delta_T$  jest wynikiem różnicy wektorów falowych, odpowiadających dwóm wzbudzonym punktom falowym:

$$\Delta_T = \frac{\gamma'_h}{\sin\alpha |k_{h1} - k_{h2}|} \quad (58)$$

gdzie jak poprzednio  $\phi$  jest kątem nachylenia płaszczyzn odbijających do powierzchni,  $\alpha$  jest kątem nachylenia przeszkody, natomiast wektory falowe interferujących pól falowych  $k_{hi}$  mogą być znalezione z następującego wzoru;

$$k_{hi} = K(1 + \frac{1}{2}\chi_0) - \xi_{hi}(0i) \quad (59)$$

Okres interferencji jest zależny od rzeczywistych części wektorów falowych, zależnych od kąta padania i nachylenia przeszkody.

## 4. SZCZEGÓŁY BADAŃ EKSPERYMENTALNYCH

### 4.1. PRZYGOTOWANIE PRÓBEK

Badania prowadzone w *ITME* objęły próbki różnych monokryształów i warstw epitaksjalnych. Największa liczba próbek przebadana została w przypadku *GaAs*. Badania dotyczyły głównie monokryształów półizolacyjnych otrzymywanych metodą Czochralskiego i monokryształów silnie domieszkowanych dla obniżenia gęstości dyslokacji, otrzymanych metodą "Horizontal Gradient Freeze". Materiałem zajmującym pozycję pośrednią są kryształy bardzo silnie domieszkowane indem, gdzie około 1-2 % indu zastępuje atomy galu. Mają one jednocześnie właściwości półizolacyjne i obniżoną koncentrację dyslokacji. Badano również pewną liczbę próbek *GaP* i *InP*.

Dosyć duża liczba próbek badana była w przypadku monokryształów *YAG*, w tym m.in. pochodzące z górnych i dolnych części monokryształów wyciąganych kolejno z jednego wsadu tyglowego, na których systematycznie mierzono stałą sieci. Do badań przygotowano również specjalne próbki *GaAs* i *YAG* wycinane wzdłuż osi wzrostu.

Badania warstw epitaksjalnych, krzemowych i materiałów  $A^{III}B^V$ , prowadzono również na dość znacznej liczbie próbek, w tym warstw *GaAs* osadzanych na badanych topograficznie podłożach.

Badania diamentów prowadzone w *RHC* dotyczyły głównie trzech próbek przygotowanych z dwu diamentów otrzymanych metodą rekonstrukcji. Pierwszy o wymiarach  $4 \times 4 \times 1.5 \text{ mm}^3$ , uzyskany przez Sumitomo Electric Co, miał postać kuboktaedryczną. Diament ten posiadał również ściany  $\{113\}$  i  $\{011\}$ . Badana próbka miała postać grubej płytki uzyskanej przez odpolerowanie części dolnej przy zarodzi i górnej wzdłuż płaszczyzn  $(001)$ . Istotną cechą było występowanie w centralnym sektorze  $(001)$  - tzw. "krzyża maltańskiego", podobnego do opisywanego przez Franka, Langa i innych [126]

Drugi diament, wyhodowany w De Beers Diamond Research Laboratory przez R.C. Burnsa, miał postać ściętego oktaedru o wymiarach podstawy  $4.5 \times 5 \text{ mm}^2$ , i wysokości 3.5 mm. Posiadał on również wąskie ściany  $\{011\}$  i  $\{113\}$  na krawędziach oktaedru. Do badań kryształ pocięto przy użyciu piły laserowej na dwie płytki prostopadle do głównego kierunku wzrostu  $[001]$ . Po polerowaniu, powierzchnie obydwu płytek dostarczyły czterech kolejnych przekrojów diamentu, w przybliżeniu

równy oddalonych od siebie o około 0.7 mm.

## 4.2. BADANIA TOPOGRAFICZNE

Topografia dwukrystaliczna była najszerszej stosowaną metodą w badaniach *GaAs* i *YAG*, umożliwiając m.in. wykonywanie szybkich topogramów przeglądowych. Tylko na części próbek wykonywano topogramy transmisyjne.

W *ITME* stosowano spektrometry wzorowane na opisanym przez Bubàkovà [37], wykorzystujące teodolity *WILD T3* o dokładności odczytu kąta 0.1". Topogramy *GaAs* eksponowano w układach 440<sub>Si</sub>, -531<sub>GaAs</sub> z monochromatorem krzemowym i 511<sub>Ge</sub>, -511<sub>GaAs</sub> z monochromatorem germanowym w promieniowaniu Cu  $K\alpha_1$ . Badania deformacji sieci *GaAs* były realizowane w układzie 400<sub>GaAs</sub>, -400<sub>GaAs</sub> z monochromatorem z niskodyslokacyjnego *GaAs* z 25° dezorientacją względem płaszczyzn (100). Wykonywano serie topogramów dla skokowo zmienianych pozycji kątowych i dwu lub czterech azymutów.

W badaniach *YAG* najczęściej stosowano układy 620<sub>Si</sub>, -888<sub>YAG</sub> i 511<sub>Si</sub>, -880<sub>YAG</sub>. Topogramy Berga-Barretta wykonano w analogicznych refleksach 888 i 880 promieniowania Cu  $K\alpha_1$ .

Autor uzupełnił konstrukcję spektrometru wykorzystywanego w *RHC* o układ translacyjnego ruchu lampy i urządzenie do ekspozycji wielu topogramów na jednej płycie fotograficznej, oraz opracował oprogramowanie pozwalające na automatyczne wykonywanie szeregu czynności. Zakres ruchu dopasowywano do rozmiarów badanego kryształu. W eksperymentach położono nacisk na wykonywanie serii ekspozycji w wielu punktach na krzywej odbicia.

Przy wyborze układów spektrometrycznych do badań diamentu korzystano z programu opisanego w podrozdziale 3.2. Uzyskane przy jego pomocy parametry układów z różnymi monochromatorami przedstawiono w tabeli 1, z której wynika istotna przewaga kwarcu, który dostarcza refleksów najlepiej dopasowanych do większości refleksów diamentu.

Do otrzymywania topogramów odbiciowych o dużej zdolności rozdzielczej stosowano 224<sub>Si</sub>, -113<sub>o</sub> i 1432<sub>quartz</sub>, -113<sub>o</sub>. Do badań topogramów będących podstawą oszacowań różnic parametru sieciowego stosowano układ ad 1325<sub>quartz</sub>, -004<sub>o</sub>. We wszystkich przypadkach stosowano promieniowanie Cu  $K\alpha_1$ .

Tabela 1.

Możliwości doboru układów dwukrystalicznych do badań diamentu w promieniowaniu  $\text{Cu K}\alpha_1$  na typowych monochromatorach (szerokości krzywych i względne intensywności obliczono zakładając na diamencie symetryczne refleksy odbiciowe)

Refleksy diamentu			Pasujące refleksy typowych monochromatorów					
Refleks	$d_{hkl}$ (Å)	$\Theta_B$ (stopnie)	Monochromator z orientacją	Refleks	$d_{hkl}$ (Å)	$\Theta_B$ (stopnie)	Szerokość ( $^{\circ}$ )	Względne natężenie
111	2.059	21.965	Kwarc (10 $\bar{1}$ 1)	2022	2.127	21.232	5.77	56
			Ge (110)	220	2.004	22.648	6.00	100
			Si (110)	220	1.920	23.650	6.96	69
220	1.261	37.648	Kwarc AT	03 $\bar{3}$ 2	1.256	37.827	3.69	30
			Si (111)	331	1.247	38.186	4.12	11
			Ge (111)	331	1.298	36.401	5.53	13
311	1.075	45.744	Kwarc AT	1 $\bar{4}$ 32	1.081	45.444	2.46	29
			Ge (111)	511	1.089	45.025	3.69	3
			Si (100)	422	1.109	44.013	5.53	2
400	0.8917	59.747	Ge (111)	620	0.8946	59.434	4.84	16
			Kwarc AT	1 $\bar{3}$ 25	0.8970	59.174	4.53	5
			Si (100)	531	0.9180	57.042	13.3	< 1
331	0.8183	70.274	Kwarc AT	3 $\bar{3}$ 60	0.8188	70.177	4.40	13
			Ge (100)	444	0.8167	70.600	6.00	8

Badania diamentów transmisyjną metodą Langa były wykonywane w promieniowaniu  $\text{Mo K}\alpha_1$ . Dla uzyskania danych do identyfikacji typu dyslokacji wykonywano komplety topogramów w równoważnych refleksach typu 111 i 220, jak również topogramy sekcyjne w refleksach typu 022, 133, 044 i 444 dla promieniowania  $\text{Mo K}\alpha_1$ .

Eksperymenty synchrotronowe prowadzono korzystając ze źródła synchrotronowego *SRS* w Daresbury Laboratory, większość z nich wykonano na stacji 7.6 linii wychodzącej z magnesu 1.3 Tesla.

Istnieje szereg różnic źródła synchrotronowego w stosunku do konwencjonalnych źródeł promieniowania rentgenowskiego. Najważniejsze z nich to: występowanie tylko widma ciągłego, prawie całkowita polaryzacja, duża intensywność wiązki i wysoka wstępna kolimacja, osiągająca 1" na stacji 7.6 odległej od punktu stycznego o 80 m. Źródło synchrotronowe *SRS* jest równoważne ognisku pozornemu o wysokości 0.4 mm i szerokości 2 mm. W synchrotronowych układach dwukrystalicznych kolimacja wiązki zmniejsza wagę dopasowania refleksów próbki i monochromatora.



### 4.3. POMIARY STAŁYCH SIECI

Konstrukcja spektrometrów użytkowanych do badań diamentów pozwalała jedynie na badania względnych różnic stałej sieci. Zastosowano układ  $1\bar{3}25_{\text{quartz}}, -004_0$  o kącie Bragga  $59.74^\circ$ . Badania wykonywano na próbkach o orientacji (001) w odbiciowym refleksie symetrycznym.

W oparciu o serie topogramów oszacowywano lokalne przesunięcia krzywej odbicia, które są łącznym efektem zmian parametru sieciowego i zmiany orientacji. Rozseparowanie tych udziałów jest możliwe na podstawie pomiarów dla azymutów kryształu różniących się o  $180^\circ$ . Oznaczając mierzone różnice pozycji odbijających  $\Delta\Theta^0$  i  $\Delta\Theta^{180}$ , wartości różnic parametru sieciowego i różnicy orientacji będą [2, 40]:

$$\frac{\Delta d}{d} = \frac{1}{2}(\Delta\Theta^0 + \Delta\Theta^{180})\cot\Theta_B \quad (59)$$

$$\Delta\varphi = \frac{1}{2}(\Delta\Theta^0 - \Delta\Theta^{180}) \quad (60)$$

W prowadzonych z udziałem autora synchrotronowych badaniach różnic parametru sieciowego [41, 42] zastosowano specjalne układy wysokodispersyjne z kątem Bragga dochodzącym do  $75^\circ$ . W układzie tym wykorzystywano refleks 175 na monochromatorze krzemowym i symetryczny refleks 440 na diamencie. Oszacowana względna dokładność pomiarów była większa niż  $1.2 \cdot 10^{-5}$ .

Spektrometry stosowane w *ITME* mogły być adaptowane do pomiarów bezwzględnej wartości stałych sieci. Pomiaru takie prowadzono na monokryształach *YAG*. Początkowo stosowano modyfikację metody Bonda zaproponowaną przez Godwoda i innych [38], mierząc kąt między pozycjami odbijającymi w układach  $620_{Si}, \mp 888_{YAG}$ . Wobec silnego poszerzenia krzywej w układzie antyrównoległym, opracowano inną metodę pomiaru stałych sieci, która była możliwa dzięki dostępności refleksów symetrycznych dwu rzędów na płaszczyznach (111).

W zaproponowanej metodzie mierzono kąt między maksimami krzywych dyfrakcyjnych w układach  $620_{Si}, -444_{YAG}$  i  $620_{Si}, -888_{YAG}$ . W przypadku refleksu 888 spektrometr pracuje w układzie prawie równoległym. Drugi z układów, z refleksem 444 jest nierównoległym układem (+,-), dla którego poszerzenie krzywej jest umiarkowane, a maksimum stosunkowo intensywne. Możliwa jest więc również fotograficzna kontrola odbijających obszarów próbki.

Pewną trudność stanowi wyznaczenie stałej sieci z mierzonej różnicy położień

odbijających  $\Delta\Theta_{(h_2-h_1)} = \Theta_{888} - \Theta_{444}$ . Mierzoną różnicę możemy wyrazić

$$\Delta\Theta_{(h_2-h_1)} = \Delta\Theta_{\tau h_2} - \Delta\Theta_{\tau h_1} + \arcsin \frac{\lambda}{2d_2} - \arcsin \frac{\lambda}{2d_1} \quad (61)$$

$\Delta\Theta_{\tau h_i}$  oznaczają poprawki refrakcyjne, które można traktować za niezależne od zmian stałej sieci. W szczególnym przypadku refleksów 888 i 444 struktury regularnej można mierzoną różnicę kątową wyrazić jako funkcję parametru sieciowego  $a$

$$\Delta\Theta_{(h_2-h_1)}(a) = \Delta\Theta_{\tau h_2} - \Delta\Theta_{\tau h_1} + \arcsin \frac{\lambda 4\sqrt{3}}{a} - \arcsin \frac{\lambda 2\sqrt{3}}{a} \quad (62)$$

Zakładając szukany parametr stałej sieci w postaci sumy wcześniejszego przybliżenia  $a_0$  i małej poprawki  $\Delta a$

$$a = a_0 + \Delta a \quad (63)$$

stąd

$$\Delta\Theta_{(h_2-h_1)}(a) = \Delta\Theta_{(h_2-h_1)}(a_0) + \frac{\partial \Delta\Theta_{(h_2-h_1)}(a)}{\partial a} \Big|_{a=a_0} \Delta a \quad (64)$$

i po zróżniczkowaniu

$$\Delta\Theta_{(h_2-h_1)}(a) = \Delta\Theta_{(h_2-h_1)}(a_0) - (\tan\Theta_{888} - \tan\Theta_{444}) \frac{\Delta a}{a} \quad (65)$$

Traktując wartość po lewej stronie jako mierzoną i oznaczając górnym indeksem  $m$ , a po prawej stronie jako obliczane teoretycznie z (62) dla  $a = a_0$ :

$$\Delta a = \frac{\Delta\Theta_{(h_2-h_1)}^m - \Delta\Theta_{\tau h_2} + \Delta\Theta_{\tau h_1} - \arcsin \frac{\lambda 4\sqrt{3}}{a} + \arcsin \frac{\lambda 2\sqrt{3}}{a}}{\tan\Theta_{444} - \tan\Theta_{888}} a_0 \quad (66)$$

Powyższe wzory dają procedurę iteracyjną, którą można stosować wychodząc np. z literaturowych wartości, otrzymując dokładne wartości stałej sieci po dwóch, trzech krokach, pod warunkiem dużej dokładności obliczeń teoretycznej różnicy kątowej.

Współczynniki  $\Delta\Theta_{\tau}$  można wyznaczać z teoretycznych krzywych dyfrakcyjnych, obliczanych w omówiony wyżej sposób. Do mniej dokładnych pomiarów można stosować wzory przybliżone

$$\Delta\Theta_{\tau} = - \frac{e^2 N \lambda^2}{m c^2 \pi} \frac{1}{\sin 2\Theta} \quad (67)$$

gdzie  $\frac{e^2}{mc^2}$  jest comptonowskim promieniem elektronu, a  $N$  jest liczbą elektronów w jednostce objętości

Błąd pomiaru spowodowany jest przez podobne czynniki jak dla metody Bonda [127]. Może on być nawet nieco mniejszy w związku z wzajemnym odejmowaniem się poprawek refrakcyjnych. Aktualna dokładność wyznaczania stałej sieci z czterema miejscami po przecinku odpowiadała dokładności określania położenia maksimum około 1".

#### 4.4. BADANIA STANU ODKSZTAŁCEŃ SIECI

Istotnym elementem badań odkształceń sieci w warstwach epitaksjalnych była ocena deformacji przez bezpośredni pomiar kąta międzypłaszczyznowego [12, 11, 39].

Metoda ta została rozwinięta i zastosowana do próbek, zarówno słabo wygiętych na podłożach 0.5-1.5 mm, jak i płytkach o promieniach krzywizny osiągających 20 m i mniej.

Dla wykonania pomiaru konieczne jest wyjustowanie układu jednocześnie dla dwu płaszczyzn odbijających o jednakowych lub zbliżonych odległościach międzypłaszczyznowych. Dla oddzielenia różnicy odległości międzypłaszczyznowych wykonywany jest drugi cykl pomiarowy po obrocie próbki o 180° wokół osi prostopadłej do powierzchni. Oznaczając mierzone w dwu cyklach kąty między pozycjami odbijającymi obydwu płaszczyzn  $\varphi_I$  i  $\varphi_{II}$ , możemy znaleźć wartość kąta międzypłaszczyznowego z następującego wzoru.

$$\varphi = \frac{\varphi_I + \varphi_{II}}{2} + \frac{1}{2}(\varphi_{r1} - \varphi_{r2} + \varphi_{r3} - \varphi_{r4}) \quad (68)$$

poprawki  $\varphi_{ri}$  odpowiadają przesunięciom kolejno lokalizowanych maksimów względem ich warunków Bragga, których wyznaczanie było dyskutowane w podrozdziale 3.3.

W aktualnym przypadku badania warstw epitaksjalnych do wyznaczania poprawek obliczano numerycznie krzywe teoretyczne (rysunek 4) Krzywe splatane dają różnice  $\varphi_{r1} - \varphi_{r2}$  i  $\varphi_{r3} - \varphi_{r4}$ , wystarczające do wyznaczenia kąta międzypłaszczyznowego. W aktualnym przypadku refleksów 531 i 135 na próbce o grubości warstwy epitaksjalnej 12  $\mu m$  obydwie różnice są równe 3.95".

W przypadku próbek o promieniach krzywizn mniejszych niż 100 m stosowano rejestrację fotograficzną, naświetlając film przy skokowo zmienianych pozycjach

kątowych. Z uzyskanych prążków drogą interpolacji wyznaczano pozycje kątowe maksimów odbić w danym miejscu próbki, które lokalizowano bądź w oparciu o obrys próbki (posługując się odpowiednio narysowanymi elipsami), bądź o namalowane pastą przewodzącą znaczniki.

Rozważając układ trójkątów sferycznych utworzony odpowiednio przez wiązkę padającą, oś główną obrotu i bieguny płaszczyzn odbijających, można wykazać, że popełniany w każdym z cykli błąd wynikający z niedokładnego justowania wyraża się wzorem

$$\Delta\varphi_{adj} = \frac{\varepsilon_1\varepsilon_3}{\sin\Theta_1} + \frac{\varepsilon_2\varepsilon_3}{\sin\Theta_2} - \frac{\varepsilon_1\varepsilon_2}{\sin\varphi} + \frac{\varepsilon_3^2}{\sin(\Theta_2 - \Theta_1 + \varphi)} \quad (69)$$

gdzie  $\varepsilon_1$ ,  $\varepsilon_2$ ,  $\varepsilon_3$  są odpowiednio odchyleniami wiązki analizującej (odbitej od monochromatora) i biegunów płaszczyzn odbijających od płaszczyzny prostopadłej do osi spektrometru. W aktualnym przypadku, gdy  $\varepsilon_2$  i  $\varepsilon_3$  są rzędu sekund, a  $\varepsilon_1$  rzędu minut,  $\Delta\varphi_{adj}$  jest zaniedbywalny.

Dokładność metody przetestowano na podłożach krzemowych. Uzyskano zgodność mierzonych i teoretycznych wartości na poziomie zakładanej dokładności rzędu 0.3". Dokładność ta przy pomiarach próbek wygiętych osiągała około 1".

#### 4.5. BADANIA UZUPEŁNIAJĄCE

Ważnymi metodami uzupełniającymi badań topograficznych były badania katodoluminescencyjne i polaryskopowe. Katodoluminescencyjne badania diamentu Sumitomo zostały przez autora wykonane na mikroskopie skaningowym Jeol z przystawką opisaną przez Langa i Meadena [128]. Obraz katodoluminescencyjny wzbudzano przy napięciu 35 kV i wartościach prądu w granicach 0.14-0.35  $\mu\text{A}/\text{mm}^2$ . Różne wartości prądu powodowały zmiany obrazu katodoluminescencyjnego, w wyniku różnego rozgrzewania się próbki.

Inne próbki diamentów były badane przez autora na urządzeniu Cambridge CCL z zimną katodą. W urządzeniu tym zastosowano próżnię 0.05-0.08 Tora, której zmiana zapewniała regulację prądu. W przypadku badań *GaAs* prowadzonych w *ITME* równoległe badania katodoluminescencyjne wykonywane były przez M. Pawłowską.

Dyskutowane w niniejszej pracy badania polaryskopowe próbek *GaAs*, *GaP* i krzemu zostały wykonane *ITME* przez G. Adamkiewicz i A. Bajora w układzie polaryskopu płaskiego. W ramach badań przeprowadzono pomiary różnicy naprężeń

głównych  $\sigma_r - \sigma_\theta$  zmodyfikowaną metodą Robertsona z zastosowaniem promieniowania polichromatycznego [129]. Badania polaryskopowe diamentów syntetycznych zostały wykonane przez autora przy użyciu mikroskopu Vickersa.

Podobnie, jak w [126] wykonywano mikrofotografie przez fioletowy filtr Kodak 47 b, pomiary pochłaniania w podczerwieni dla liczby falowej  $1130 \text{ cm}^{-1}$  oraz obserwacje reliefu spowodowanego różnicami podatności mechanicznej przy polerowaniu. Filtr fioletowy posiada maksimum przepuszczalności w obszarze odpowiadającym żółtawemu zabarwieniu wywołanemu przez podstawieniowy azot, przez co zwiększa się kontrast wywołany różnicami jego koncentracji.

## 5. BADANIA REALNEJ STRUKTURY MONOKRYSTAŁÓW I WARSTW EPITAKSJALNYCH

### 5.1. BADANIA MONOKRYSTAŁÓW ZWIĄZKÓW $A^{\text{III}}B^{\text{V}}$

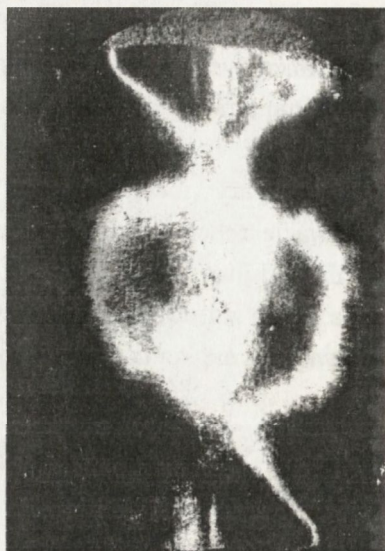
Podstawowym rezultatem badań *GaAs* opublikowanych dotychczas w [130, 131, 132, 133, 134], było określenie obrazu defektów charakterystycznych dla różnych typów monokrystałów. Zaobserwowano przy tym większą zależność od rodzaju domieszkowania niż zastosowania innej metody wzrostu.

Kryształy słabo domieszkowane i niedomieszkowane odznaczały się koncentracją dyslokacji na poziomie  $10^4/\text{cm}^2$  oraz występowaniem struktury komórkowej ułożenia dyslokacji. Struktura komórkowa z reguły nie występowała w górnych partiach monokrystałów.

Na rysunku 31 pokazano topogramy dwukrystaliczne próbek wyciętych z początkowych części kryształów półizolacyjnych. Można zaobserwować podobieństwo deformacji sieci w próbkach pochodzących z początkowych części różnych monokrystałów. Najsilniejsza krzywizna płaszczyzn sieciowych występuje w pobliżu naroży, natomiast wzdłuż osi prostopadłych do płaskich boków deformacja sieci jest znacznie mniejsza. Quasi-prostokątny przekrój górnych części kryształów może być wynikiem niskich osiowych gradientów temperatury [135]



a.

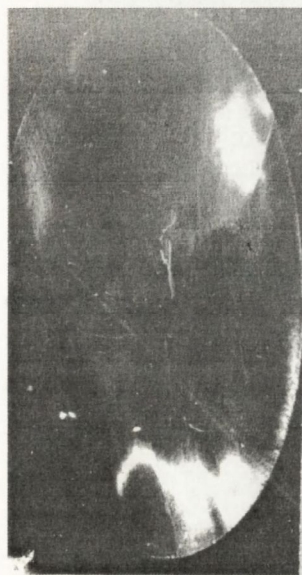


b.

Rys. 31. Topogramy dwukrystaliczne w układzie  $511\text{Ge}, -511\text{GaAs}$  i promieniowaniu  $\text{Cu K}\alpha_1$  próbek wycinanych z początkowych części monokryształów  $\text{GaAs}$  : a.- próbka niedomieszkowana, b. - próbka domieszkowana Cr.

W dolnych partiach monokryształów słabo domieszkowanych obserwowano z reguły strukturę komórkową ułożenia dyslokacji. Występowała ona w środkowej części próbek, podczas gdy w częściach brzegowych obserwowano pasma poślizgu o różnej gęstości.

Odbiciowe topogramy dwukrystaliczne wykazały, że z występowaniem struktury komórkowej łączy się silna deformacja, którą badano [130, 131, 132] za pomocą serii topogramów ze skokowo zmienianym ustawieniem kątowym spektrometru i dla różnych azymutów. Na rysunku 32 przedstawiono jedną z czterech serii topogramów próbki ze strukturą komórkową dla pozycji kątowych zmienianych o  $0,005^\circ$  i azymutów różniących się o  $180^\circ$ . Na rysunku 33 pokazano z kolei uzyskane na podstawie wykonanych topogramów mapy konturów jednakowej dezorientacji. Kontury te są średnią konturów dla azymutów różnych o  $180^\circ$ . Obszary występowania zmian odległości międzypłaszczyznowych zostały zakreskowane, najczęściej pokrywają się one z występowaniem struktury komórkowej o najmniejszych wymiarach komórek.



a.

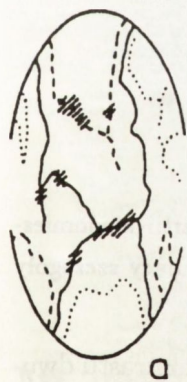


b.



c.

Rys. 32. Seria topogramów dla azymutów różniących się o  $180^\circ$  płytki z dolnej partii słabo domieszkowanego kryształu  $GaAs$  zawierającego strukturę komórkową, w układzie  $400_{GaAs}$ ,  $-400_{GaAs}$  w pozycjach kątowych zmieniających skokowo o  $0.005^G$ .



a



b

.....  $\Delta\Theta = -0,005^G$

————  $\Delta\Theta = 0,0^G$

-----  $\Delta\Theta = +0,005^G$

Rys. 33. a,b. - Mapy konturów równej dezorientacji z zakreskowanymi obszarami wyraźnych zmian odległości międzypłaszczyznowych dla dwóch prostopadłych kierunków.

Powiększone topogramy struktury komórkowej uzyskane odbiciowymi metodami: dwukrystaliczną i Berga-Barretta przedstawiono na rysunkach 34 i 35. Na powiększeniu topogramu dwukrystalicznego można zauważyć, że pomiędzy większością komórek nie występuje dezorientacja większa od około  $0.1''$ . Dezorientacja w granicach  $1-2'$  (minut kątowych) pojawia się między ziarnami obejmującymi większą liczbę komórek, lub narasta w sposób ciągły.

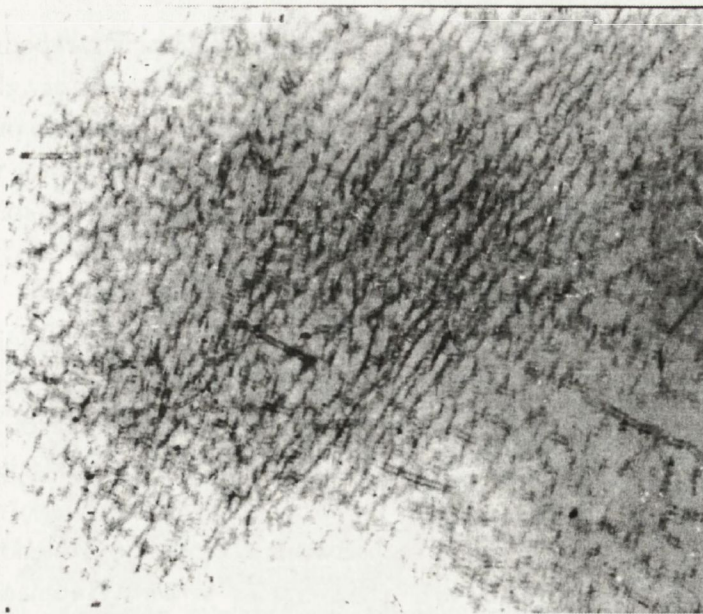
Struktura komórkowa jest defektem subtelniejszym od struktury mozaikowej, a minutowe dezorientacje nie są ujawniane metodą Berga-Barretta. Znalaziono jednak przypadek wystąpienia na tle struktury komórkowej rozwiniętej struktury mozaikowej z dezorientacją bloków  $1-2^\circ$ . Ta dezorientacja jest dobrze widoczna na topogramie Berga-Barretta pokazanym na rysunku 36.



Rys. 34. Powiększony fragment topogramu próbki wyciętej z dolnej partii niedomieszanego kryształu  $GaAs$ , wykonany w układzie  $511Ge, -511GaAs$  i pokazujący szczegóły struktury komórkowej.

Zachowanie się kontrastu w równoważnych refleksach i szczegóły kontrastu dwukrystalicznego w dużym stopniu potwierdza, że w ścianach komórek występują zarówno dyslokacje jak i wtrącenia. Argumenty rentgenograficzne uzyskano m.in. drogą symulacji obrazu teoretycznego dyslokacji.





Rys. 35. Powiększony fragment topogramu Berga-Barretta w refleksie  $511 \text{ Cu } K\alpha_1$  środkowej części płytki wyciętej z innego monokryształu domieszkowanego chromem, pokazujący granice komórek.



Rys. 36. Powiększony fragment topogramu Berga-Barretta w refleksie  $511 \text{ Cu } K\alpha_1$  środkowej części płytki wyciętej z niedomieszkowanego monokryształu  $\text{GaAs}$  zawierającej rozwiniętą strukturę blokową z dezorientacją bloków dochodzącą do  $2^\circ$ . Na tle bloków widoczna jest struktura komórkowa.

Jak można stwierdzić na podstawie symulacji diskutowanych w podrozdziale 3.4, ważną cechą obrazu dyslokacji jest m.in. to, że tworzące go sektory zbiegają się w punkcie wyjścia dyslokacji, oraz występuje silna zmienność kontrastu przy zmianach azymutu lub w równoważnych refleksach. Cech tych nie posiada obraz wtrąceń. Jak można stwierdzić na rysunku 32, wśród obiektów tworzących obrazy komórek można zauważyć zarówno takie o kontrastach tworzących rozety zbliżone do dyslokacji, jak i inne w postaci np. zaczernienia otoczonego jaśniejszym polem.

W przypadku monokryształów otrzymywanych metodą "gradient freeze", domieszkowanych krzemem na poziomie  $10^{18}$ - $10^{19}$  at/cm<sup>3</sup>, obserwowano próbki o bardzo niskiej koncentracji dyslokacji (rysunek 37 a). W niektórych przypadkach obserwowano większe gęstości dyslokacji, w tym związane ze strukturą komórkową. Komórki te były znacznie drobniejsze niż w półizolacyjnym *GaAs*, otrzymywanym metodą Czochralskiego. Ponadto zaobserwowano tendencję występowania swego rodzaju sektorów (rysunek 37 b), gdzie granica sektora grupującego komórki związana jest z kilkuminutową dezorientacją. Obraz struktury komórkowej na rysunku 37 b. jest podobny do pokazanego w pracy [55] w pobliżu dendrytycznego wzrostu w domieszkowanym krzemem kryształ *GaAs* otrzymanym metodą *LEC*

Monokryształy *GaAs* silnie domieszkowane indem, otrzymywane metodą Czochralskiego, wykazywały obniżoną gęstość dyslokacji około  $10^2$ /cm<sup>2</sup> w obszarze środkowym. W obszarze zewnętrznym występowała gęsta sieć pasm poślizgu. Na topogramach widać również intensywne pasma wzrostu, związane z segregacją indu. Przykład topogramu dwukryształicznego próbki kryształu silnie domieszkowanego indem przedstawiono na rysunku 38. Charakterystyczne pionowe zawężenie odwzorowanego obszaru w środkowej części można interpretować jako wynik wykrzywienia sieci spowodowanego przez zewnętrzny obszar, działający jako zewnętrzny naprężający pierścień. Jak stwierdzono drogą bezpośredniego pomiaru, obecność 1 % indu powoduje wzrost stałej sieci do 5.657 Å.

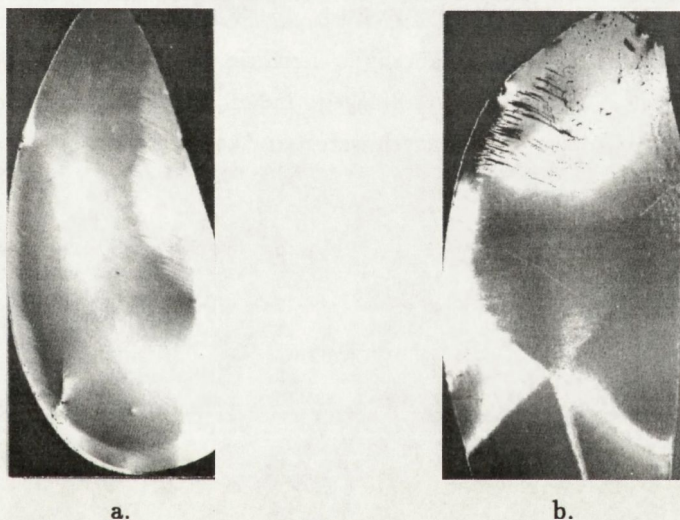
W kryształach *HGF* domieszkowanych podwójnie krzemem w koncentracji  $10^{19}$  at/cm<sup>3</sup> i 0.3-1 % indu zaobserwowano stosunkowo niewiele dyslokacji. Widoczne były natomiast gęste prążki wzrostu. W wielu próbkach układ tych prążków wykazywał istnienie sfer o różnym kierunku konwekcji roztopu.

W monokryształach z największą koncentracją indu, otrzymywanych zarówno metodą *HGF* jak i Czochralskiego, zaobserwowano defekty o charakterystycznym kształcie kopert, pokazane na rysunku 38. W przypadku monokryształu otrzy-

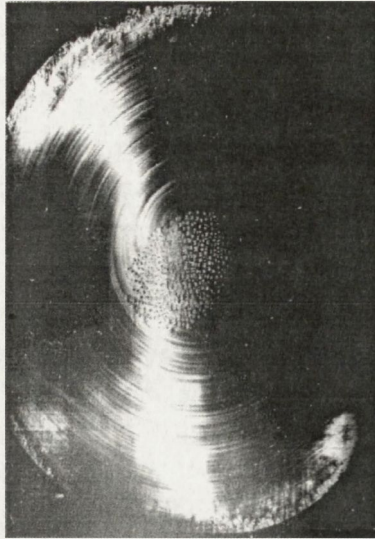
manego metodą Czochralskiego poszczególne koperty były od siebie porozdzielane.

Defekty te, podobne do opisanych przez Schumanna i innych [67, 68], mogą być interpretowane jako rezultat wzrostu komórkowego, który jest rezultatem niestabilności powierzchni wzrostu w wyniku przechłodzenia wywołanego zmianą składu ("constitutional supercooling"). Wzrost kryształu następuje wówczas w oddzielnych komórkach, tworzących długie kanały, o kierunkach bliskich osi wzrostu, pokazywanych m.in. w [67, 68, 69, 70].

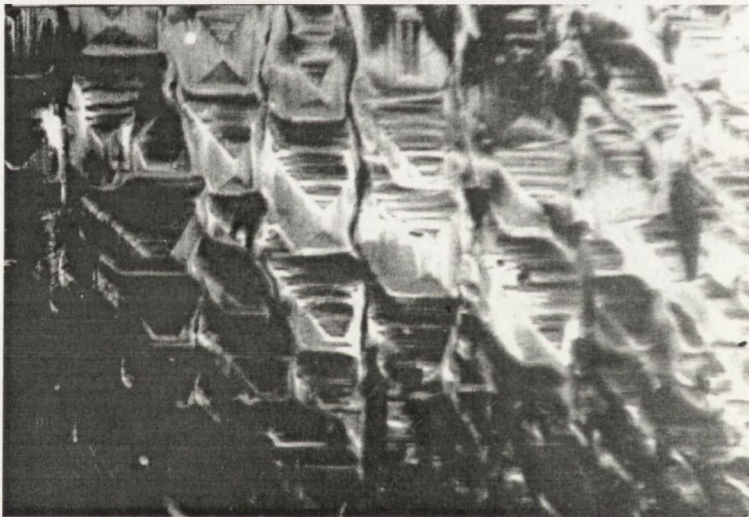
Również w obecnym przypadku potwierdzono podobny wygląd komórek wzrostu na próbkach wycinanych wzdłuż osi wzrostu (rysunek 40). Zarys koperty spowodowany jest wynikiem tworzenia się w komórkach "facet" odpowiadającym wzrostowi wzdłuż różnych płaszczyzn {111}. Piramida złożona z czterech "facet" jest wypukła względem frontu krystalizacji.



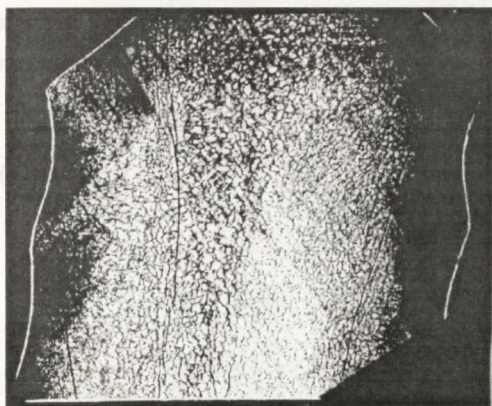
Rys. 37. a.- Topogram dwukrystaliczny w układzie  $^{511}\text{Ge}$ ,  $-^{511}\text{GaAs}$  praktycznie bezdyslokacyjnej próbki silnie domieszkowanego krzemem monokryształu  $\text{GaAs}$  otrzymywanego metodą *HGF*. b. - Topogram próbki podobnie domieszkowanego monokryształu jak na rys. 37 a, z sektorową deformacją związaną z występowaniem drobnej struktury komórkowej.



Rys. 38. Topogram dwukrystaliczny w układzie  $511_{Ge}$ ,  $-511_{GaAs}$  półizolacyjnego monokryształu  $GaAs$ , silnie domieszkowanego indem, otrzymanego metodą Czochralskiego, ze strukturą "kopert" wywołanych wzrostem "komórkowym".



Rys. 39. Powiększony fragment topogramu dwukrystalicznego płytki wyciętej z podwójnie domieszkowanego monokryształu  $GaAs$  z metody HGF, o koncentracji indu dochodzącej do 1%, zawierającej defekty o zarysie kopert, również wywołane wzrostem komórkowym.

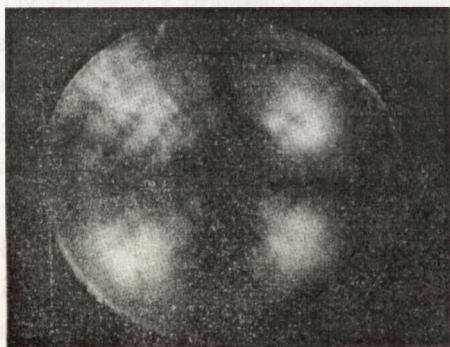


a.

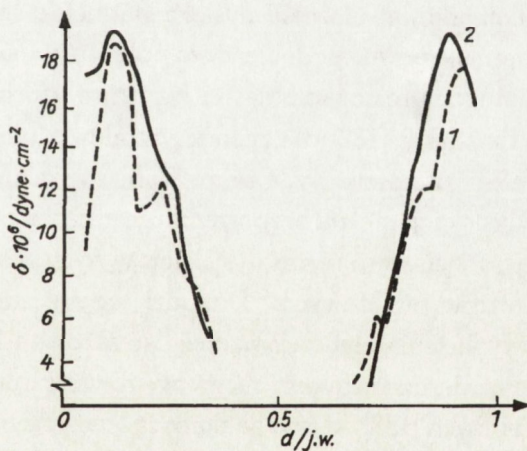


b.

Rys. 40. Porównanie przekrojów wzdłuż osi wzrostu kryształu ze strukturą komórkową - a. i kryształu z kanałami utworzonymi przez wzrost komórkowy - b. (topogramy transmisyjne Langa w symetrycznym refleksie  $220 \text{ Cu K}\alpha_1$  wykonane przez K. Mazur)



a.



b.

Rys. 41. a. - Zdjęcie polaryskopowe, b. - mierzone metodą Robertsona rozkłady naprężeń (wykonane przez G. Adamkiewicz i A. Bajora) w monokryształe z rozwiniętą strukturą blokową, którego topogram przedstawiono na rysunku 36.

Według teorii sformułowanej przez Hurlego [136], warunkiem stabilnego wzrostu jest zastosowanie odpowiednio wysokiego gradientu temperatury, spełniającego warunek:

$$G_L > \frac{(-m)fC_L}{D} \frac{(1-k)}{k + (1-k)\exp(-fd/D)} \quad (70)$$

gdzie:

$G_L$  - gradient temperatury w roztopie w pobliżu powierzchni wzrostu

$m$  - nachylenie krzywej likwidusu na diagramie fazowym

$f$  - szybkość wzrostu

$k$  - równowagowy współczynnik segregacji

$d$  - grubość granicznej warstwy koncentracji

$D$  - współczynnik dyfuzji domieszki w roztopie.

Schumanowi [67, 68] udało się potwierdzić zależność wystąpienia niestabilności od gradientu, szybkości wzrostu i koncentracji domieszki. Również w przypadku aktualnych badań stwierdzono, że struktura komórkowa wystąpiła przy większych koncentracjach domieszki.

Należy zwrócić uwagę na istotną różnicę omawianej wcześniej struktury komórkowej ułożenia dyslokacji i defektów związanych ze wzrostem komórkowym. Istnieje pewne podobieństwo pokroju komórek ułożenia dyslokacji na płytkach wycinanych prostopadle do osi wzrostu i i form wzrostu komórkowego opisanych przez Takahashi [137] dla monokryształów aluminium. Jest to jednak prawdopodobnie efekt przypadkowy. Obecne wyniki wskazują, że tworzenie się struktury komórkowej dyslokacji nie ma bezpośredniego związku z niestabilnością powierzchni wzrostu, lecz jest wynikiem ruchu dyslokacji w rosnącym kryształ pod wpływem naprężeń i defektów punktowych. Dowodzi tego szczególnie widoczny na rysunku 40 a brak wydłużenia komórek wzdłuż osi wzrostu i ich związku z powierzchnią krystalizacji. Potwierdzeniem tego mogą być również opublikowane ostatnio wyniki prac Pauflera i innych [138], którzy za pomocą transmisyjnej mikroskopii elektronowej obserwowali tworzenie się komórkowego ułożenia dyslokacji przy deformacji plastycznej, prowadzonej w temperaturze 570°.

Istotnym elementem badań *GaAs* i innych monokryształów było równoległe zastosowanie metody topografii dwukryształicznej i metod polaryskopowych dla uzyskania poszerzonej informacji o deformacji i naprężeniach [130]. Metody oparte o spektrometr dwukryształiczny potrafią w wielu wypadkach zapewnić większą czułość

wykrywania naprężeń monokryształów niż metody polaryskopowe. Ocena naprężeń jest w tym wypadku wykonywana pośrednio, gdyż metoda topografii dwukrystalicznej ujawnia zmiany orientacji i odległości międzypłaszczyznowych. Kontrast na zdjęciach polaryskopowych jest natomiast bezpośrednio wynikiem różnic naprężeń głównych.

W dużej liczbie kryształów uzyskanych metodą Czochralskiego, obrazy w układzie polaryskopu płaskiego ujawniają układ prostopadłych izoklin (miejsc geometrycznych punktów, w których naprężenia główne są prostopadłe lub równoległe do płaszczyzny przepuszczania polaryzatora). Układ izoklin nie ulega zmianom przy obrocie próbki i dowodzi radialnej symetrii naprężeń.

W przypadku próbek o nieradialnym układzie naprężeń na obrazach polaryskopowych pojawiały się układy izochromat (miejsc geometrycznych punktów w których skręcenie płaszczyzny polaryzacji jest całkowitą wielokrotnością  $\pi$ ). Układy izochromat obracają się lub istotnie zmieniają przy obrotach próbki.

W przypadku próbek o przekroju quasiprostopadłym, podobnych do pokazanych na rysunku 31, dobrze ukształtowany krzyż zaobserwowano przy położeniu osi polaryzatora wzdłuż kierunków  $\langle 110 \rangle$ . Oznacza to, że tylko dla tych kierunków oba naprężenia główne są do nich prostopadłe lub równoległe.

Taką symetrię potwierdza obraz rentgenowski, w którym niewielkie wygięcie płaszczyzn obserwowane jest wzdłuż kierunków  $\langle 110 \rangle$  prostopadłych do spłaszczonych części obwodu. Symetria odkształceń sieci i symetria obrazów polaryskopowych jest 4-krotna z płaszczyznami zwierciadlanymi wzdłuż większej i mniejszej osi próbki.

Rozkłady naprężeń wzdłuż osi próbek miały kształt litery "M", jak w próbkach o symetrii radialnej, z tym że maksymalne wartości wzdłuż krótszej osi były nieco wyższe (odpowiednio  $1.2 \cdot 10^7$  dyn/cm<sup>2</sup> i  $0.7 \cdot 10^7$  dyn/cm<sup>2</sup>). Serie topogramów dla azymutów różnych o 180° ujawniały zmiany stałej sieci rzędu  $10^{-5}$  w obszarze występowania maksimów naprężeń.

Ilustracją różnic obu metod są wyniki dla monokryształu ze strukturą mozaikową. Monokryształ, którego topogram Berga-Barretta pokazano na rysunku 36, nie pozwalał na naświetlenie poprawnego topogramu dwukrystalicznego. Obrazy polaryskopowe wykazały obraz naprężeń o symetrii radialnej oraz regularny rozkład naprężeń osiągających maksymalną wartość  $2.0 \cdot 10^7$  dyn/cm<sup>2</sup>. Przedstawiono je na rysunku 41.

W pracy [130] zamieszczono porównanie map dezorientacji z dwuwymiarową mapą naprężeń dla czeskiego kryształu  $GaAs$  otrzymanego metodą Bridgmana. Kontury jednakowej dezorientacji uzyskano z topogramów w symetrycznych refleksach 333 dla pozycji kątowych zmienianych o  $0.07^\circ$ . Mapę naprężeń uzyskano zmodyfikowaną metodą Robertsona dla sieci punktów pomiarowych rozstawionych o 1 mm. Elementy zgodności wyników obu metod polegają na pokrywaniu się miejsc występowania największych naprężeń i występowania zmian odległości międzypłaszczyznowych wraz z największą gęstością linii równej dezorientacji. W obszarach największych naprężeń występuje struktura komórkowa o najmniejszych wymiarach komórek.

Wyniki badań innych materiałów typu  $A^{III}B^V$  były przez autora publikowane jedynie w [134, 139]. W pracy [139] stwierdzono, że w przypadku monokryształów  $GaP$  o orientacji (111) obraz defektów i naprężeń zmieniał układ z symetrii radialnej do trójkrotnej, na co składały się systemy płaszczyzn poślizgu i zjawiska na powierzchni krystalizacji.

## 5.2. BADANIA PÓLPRZEWODNIKOWYCH WARSTW EPITAKSJALNYCH

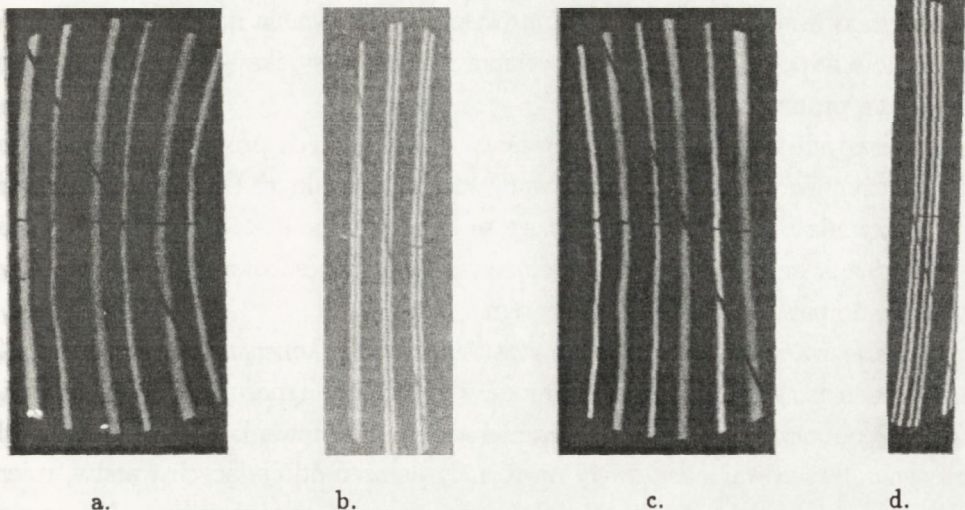
Przykład serii topogramów wykorzystanych do oceny zmian kąta między płaszczyznami (531) i (135) na próbce z  $6\mu m$  warstwą  $pp^+$  na podłożu domieszkowanym borem o koncentracji  $10^{19} \text{ at/cm}^3$  [140] przedstawia rysunek 42. Każdy pasek zebry wykazuje strukturę odpowiadającą kolejnym maksimum krzywej dyfrakcyjnej. Z odstępów pasków można łatwo znajdować lokalny promień krzywizny  $\rho$

$$\rho = \frac{l}{\Delta\Theta_r} \quad (71)$$

gdzie  $l$  jest odległością między równoważnymi miejscami kolejnych pasków naświetlonych przy zmianie kąta ustawienia próbki o  $\Delta\Theta_r$ .

W próbce, której topogramy przedstawiono na rysunku 42 stwierdzono zmianę kąta między płaszczyznami (531) i (135) o  $\Delta\varphi = -6.5''$  w warstwie i około  $1''$  w podłożu. Znak ujemny odpowiada tu ścisnieniu warstwy. Promień krzywizny jest równy około  $60 m$ . Topogramy ujawniają wahania tych parametrów w różnych miejscach próbki, nie przekraczające 15 %.





Rys. 42. Układ topogramów badania zmian kąta między płaszczyznowego dla krzemowej warstwy epitaksjalnej  $pp^+$  w refleksach odpowiednio: a.-  $531^V$ , b.-  $135^R$ , c. -  $135^V$  i d. -  $531^R$ . Skok kątowy między poszczególnymi prążkami wynosi  $0.01^G$ .

Zmierzone wartości  $\Delta\varphi$  mogą być zastosowane do oceny naprężeń w oparciu o następujący wzór:

$$\sigma_{\perp} = \frac{\Delta\varphi}{\sin\varphi(1+N)S} \quad (72)$$

gdzie  $\sigma_{\perp}$  oznacza naprężenie normalne w płaszczyźnie próbki, a  $N$  i  $S$  wyrażają się następująco przez stałe elastyczne:

$$N = \frac{2c_{11} + 4c_{12} - 2c_{44}}{c_{11} + 2c_{12} - 4c_{44}} \quad ; \quad S = \frac{2}{3}(S_{11} + 2S_{12} + \frac{1}{4}S_{44}) \quad (73)$$

Oszacowane aktualnie wartości naprężeń wynoszą około  $100 \text{ kN/m}^2$  w podłożu i -  $600 \text{ kN/m}^2$  w warstwie. Oszacowanie oparte o promień krzywizny, stosowane przez Reinharta i Logana [141] w wielu wypadkach prowadzi do błędnych rezultatów, np. w aktualnym przypadku do wartości około trzykrotnie mniejszych. Jest to rezultatem stanu tylnej strony płytki, na której narasta często warstwa epitaksjalna tworząca się z polikrystalicznego krzemu, osadzanego na grafitowe podłoże reaktora.

Potwierdzono natomiast poprawność prostszego oszacowania naprężeń opartego o wyznaczenie współczynnika niedopasowania i korekcję wynikającą z nakładającego się wygięcia próbek.

W opisanych w [142] badaniach warstw epitaksjalnych prowadzono oszacowania współczynnika niedopasowania w warstwach epitaksjalnych *GaP* przewidzianych do wytwarzania diod Gunna. Struktury te otrzymywane metodą chemicznego osadzania próżniowego zawierały na podłożu warstwę domieszkowaną siarką i warstwę podwójnie domieszkowaną siarką i azotem.

Uzyskane warstwy oznaczały się stosunkowo dużą koncentracją defektów. Z tego względu przyjęto uproszczony model dyfrakcyjny, ignorujący pojawianie się maksimum pobocznych i wzajemną interferencję promienowania w podłożu i dwóch warstwach. Oszacowania bazowały na różnicy położenia odbijających warstw, mierzonej przy rejestracji licznikowej lub wyznaczonej z topogramów. Na uwagę zasługuje fakt, że w niektórych przypadkach widoczne były wszystkie trzy maksima, pomimo grubości dwu warstw, przekraczającej łącznie  $20\ \mu\text{m}$ .

W przeprowadzonych oszacowaniach wykorzystano następującą zależność dla refleksów asymetrycznych:

$$\Delta\theta = \tan\varphi\{f - [(1 + M)\sin^2 - m]f_1 - 0.5[1 + M]f_1\sin 2\varphi\} \quad (74)$$

gdzie  $\Delta\theta$  jest różnicą kątową położenia odbijających, natomiast  $M$  wyrażone jest przez stałe elastyczne  $C_{ii}$ :

$$M = (C_{31} + C_{32})/C_{33} \quad (75)$$

W powyższych wzorach  $f$  jest szukanym współczynnikiem niedopasowania, natomiast  $f_1$  ma sens współczynnika niedopasowania pomniejszonego o deformację plastyczną. W ogólnym przypadku możliwe było wyznaczenie obu tych wartości przy wykorzystaniu dwu refleksów różniących się kątem  $\varphi$ .

Uzyskane wyniki oszacowań były konsyistentne zarówno z przewidywaniami technologów, jak i z pomiarami stałych sieci prowadzonymi metodą Bondi. W szczególności stwierdzono zanedbywalną różnicę między  $f$  a  $f_1$  dowodzącą niewielkiego udziału deformacji plastycznej. Duża, jak na wymagania spektrometryczne niedoskonałość warstw i uproszczony model spowodowały jednak obniżenie dokładności pomiarów.

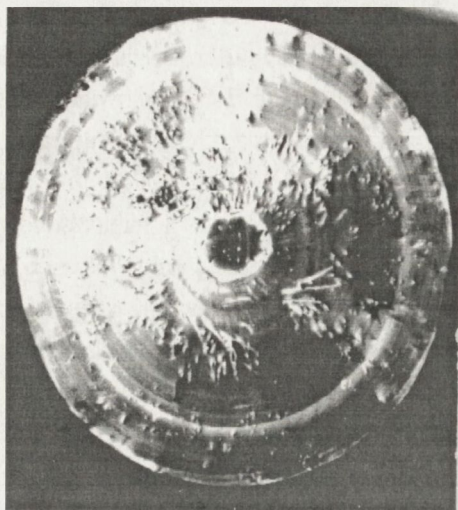
Istotny z punktu widzenia materiałowego wynik osiągnięto w ramach kierowanych przez autora badań propagacji defektów z warstw do podłoży GaAs.

Potwierdzono istotną różnicę stanu doskonałości warstw otrzymywanych metodą *MOCVD* w stosunku do metody *CVD*. W aktualnym przypadku badano warstwy o grubościach sięgających  $5\ \mu\text{m}$ . W warstwach na podłożach domieszkowanych krzemem przy niewielkim niedopasowaniu większość wykrywalnych topograficznie defektów stanowiły dyslokacje przebijające warstwę, odtwarzane z podłoża. W warstwach na podłożach silnie domieszkowanych indem, w związku z większą różnicą stałych sieci, obserwowano powstawanie dyslokacji niedopadowania. Stwierdzono niewielki udział tworzenia się dyslokacji niedopasowania z dyslokacji przebijających warstwę, przy tworzeniu się kilkukrotnie większej liczby dyslokacji niedopasowania z defektów powstających w warstwie i uszkodzeń powierzchni podłoża. Przyczyną utrudnienia procesu formowania się dyslokacji niedopasowania z dyslokacji przebijających warstwę może być intensywniejsza dyfuzja domieszek z podłoża wzdłuż linii dyslokacyjnej i jej dekoracja [117]. Stosowane jako etap wstępny procesu epitaksji trawienie powierzchni usuwało większość drobnych zarysowań, ujawnianych na topogramach niektórych próbek podłożowych.

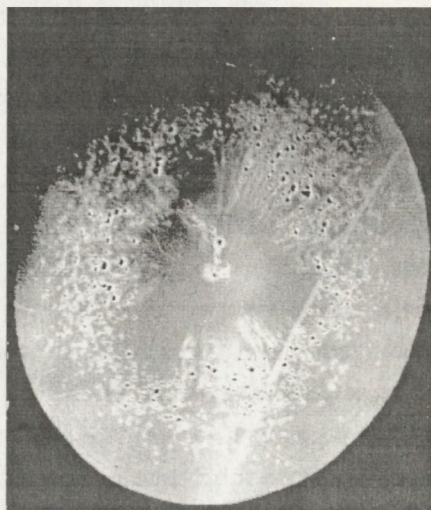
### 5.3. BADANIA STAŁEJ SIECI I DEFECTÓW W MONOKRYSTAŁACH YAG

Badania domieszkowanych neodymem monokryształów *YAG*, są przedmiotem publikacji [143, 144, 145]. W znacznej części badanych kryształów ujawniano jedynie prążki wzrostu i biegnący wzdłuż osi kryształu rdzeń. Powstawanie rdzenia związane jest ze zjawiskami konwekcji przy powierzchni wzrostu. Rdzeń krystalizuje w głębi roztopu, w strudze płynącej w głąb tygla. Wewnątrz rdzenia obserwowano występowanie facet {112}.

Ważnym obiektem prowadzonych badań były charakterystyczne defekty objętościowe, podobne do opisywanych przez Belouet [85], Cockayne [84] i Bagdasarova [92]. W wymienionych pracach interpretacja tych defektów była różna, podobnie jak wnioski odnośnie składu fazowego. W obecnym przypadku defekty takie występowały głównie w początkowych fragmentach kryształu, wyciąganych z większą prędkością, choć spotykano przypadki ich wystąpienia w dolnych partiach kryształów. Przykłady topogramów odbiciowych *YAG* z omawianymi defektami przedstawiono na rysunkach 43 i 44.

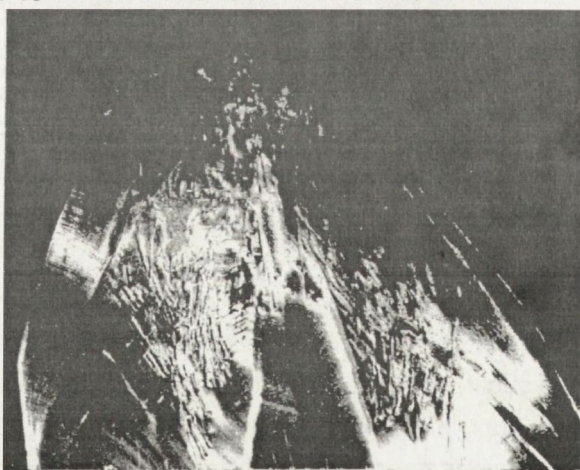


a.



b.

Rys. 43. a. - Topogram dwukrystaliczny  $620S_i, -888YAG$   $Cu K\alpha_1$  płytki wyciętej prostopadle do osi wzrostu z początkowej części monokryształu  $YAG$  domieszkowanego neodymem. b. - Topogramu Berga-Barretta w refleksie  $333$   $Cu K\alpha_1$  podobnej płytki  $YAG$  pokazujący "odbijające" i "nieodbijające" defekty objętościowe.



Rys. 44. Przykładowy topogram dwukrystaliczny płytki wyciętej wzdłuż osi wzrostu z początkowej części monokryształu  $YAG$ .

Bardzo ważny wynik w badaniach omawianych defektów uzyskano za pomocą metody Berga-Barretta, który ilustruje rysunek 43 b. Można zauważyć, że obszar wewnętrzny dużej części defektów objętościowych znajduje się w zakresie odbicia, który wynosi aktualnie kilkanaście minut kątowych. Dowodzi to występowania wewnątrz większości wspomnianych defektów objętościowych monokrystalicznego YAG, różniącego się nieznacznie stałą sieci. Wynik ten potwierdzono serią topogramów dwukrystalicznych, wykazując że materiał defektów ma stałą sieci większą o około  $0.005 \text{ \AA}$ .

Część defektów widocznych na rysunku 43b zawiera materiał nieodbijający. Dotychczasowe próby dyfraktometryczne i mikro-Lauego nie doprowadziły do wykazania innej fazy. Jedyne pozytywne wyniki w zakresie rentgenograficznego ujawnienia dodatkowych refleksów dostarczyła próba transmisyjnego synchrotronego zdjęcia Lauego. Wykazało ono dodatkowe zdeformowane (silnie rozciągnięte) plamki Lauego, które dowodzą występowania zdeformowanych ziaren krystalicznych. Nie musi to jednak oznaczać występowania innej fazy. Prowadzone za pomocą mikroanalizatora rentgenowskiego badania nie wykazały istotnych zmian składu chemicznego, poza lokalnym wzrostem koncentracji neodymu.

Najbardziej prawdopodobną interpretacją jest, że obserwowane defekty są tzw. "solute trails", czyli śladami rozpuszczenia. Defekty takie, o formie długiej rurki, powstają w wyniku opóźnionej krystalizacji materiału po lokalnym rozpuszczeniu krystalizującego monokryształu przez zanieczyszczenie, lub wskutek "constitutional supercooling".

Pomiary stałych sieci przeprowadzone metodą opisaną w podrozdziale 3.3 wykazywały wzrost stałej sieci o  $\Delta a = 0.001 \text{ \AA}$  między początkiem, a końcem kryształu. Systematyczny wzrost stałej sieci obserwowano również w kolejnych kryształach wyciąganych kolejno z jednego wsadu. Zestawienie stałych sieci zmierzonych w próbkach pochodzących z dwóch serii kryształów, odpowiednio po trzy i cztery sztuki, zawiera tabela 2. Dla każdego kryształu badano próbki wycinane z jego górnej i dolnej części.

Tabela 2.

Zestawienie wartości parametru sieciowego próbek wycinanych z początkowych i końcowych części dwóch serii kryształów wyciąganych z jednego załadowania tygla, z uzupełnieniem  $Y_2O_5$  i  $Al_2O_3$ .

Próbka	Pozycja	Kryształ	Stała sieci [ $\text{\AA}$ ]
1	początek	I	12.0106
2	koniec	I	12.0109
3	początek	II	12.0102
4	koniec	II	12.0113
5	początek	I	12.0095
6	koniec	I	12.0105
7	początek	II	12.0100
8	koniec	II	12.0111
9	początek	III	12.0102
10	koniec	III	12.0110

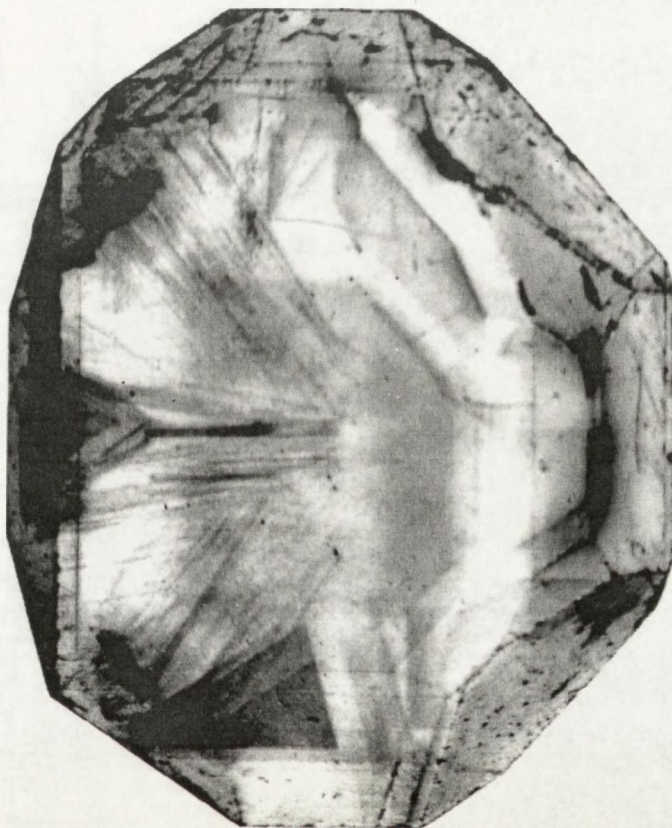
#### 5.4. BADANIA STRUKTURY DYSLOKACYJNEJ I RÓŻNIC PARAMETRU SIECIOWEGO W MONOKRYSTAŁACH DIAMENTÓW SYNTETYCZNYCH

Prowadzone w *RHC* i Daresbury Laboratory badania defektów diamentów syntetycznych, były dotychczas przedmiotem publikacji [146, 147, 148, 149, 150, 151, 152, 118, 120, 121, 122]. Przykładowe topogramy transmisyjne diamentów syntetycznych pokazano na rysunkach 45 i 46.

W diamencie Sumitomo większość dyslokacji tworzy szereg wiązek wychodzących z okolic zarodki, która była usytuowana w odległości około 1 mm od aktualnej powierzchni próbki. Większość z dyslokacji biegnie w kierunkach  $\langle 112 \rangle$ , pewna część wzdłuż  $\langle 011 \rangle$ , a pojedyncze wiązki w środku kryształu wzdłuż  $\langle 001 \rangle$ . Podobny rozkład kierunków linii dyslokacyjnych obserwowano w diamencie De Beersa.

Wiązki są związane z układem sektorów wzrostu, zgodnie z regułą, że najkorzystniejsze energetycznie jest położenie dyslokacji prostopadłe do rosnących ścian [151]. Część z wiązek opuściła początkowe sektory wzrostu. Związek dyslokacji z sektorami wzrostu był mniej wyraźny w diamencie De Beersa.

Identyfikację wektorów Burgersa prowadzono na podstawie topogramów w refleksach typu 111 i 220. Ponieważ większość dyslokacji była zorientowana w typowych kierunkach krystalograficznych  $\langle 011 \rangle$ ,  $\langle 112 \rangle$  i  $\langle 001 \rangle$ , określanie orientacji i lokalizacji ujść dyslokacji prowadzono przez porównywanie topogramów z diagramami przedstawiającymi teoretyczne położenia tych kierunków na topogramach.



Rys. 45. Topogram transmisyjny Langa w refleksie typu 111  $\text{Mo K}\alpha_1$  diamentu Sumitomo. Wektor dyfrakcji jest skierowany w prawo, płaszczyzna dalsza od zarodki jest powierzchnią wyjściową dla wiązki dyfrakcyjnej.



Rys. 46. Topogram transmisyjny Langa w refleksie typu 111  $\text{Mo K}\alpha_1$  płytki wyciętej z diamentu De Beersa, bliższej zarodzi, z zaznaczonymi dyslokacjami i błędami ułożenia, których identyfikacja przedstawiona została w tabelach 3 i 4.

W diamencie Sumitomo cztery wiązki nachylone pod kątem  $54.7^\circ$  do płaszczyzn (001) zawierały dyslokacje typu mieszanego  $30^\circ$  i krawędziowego. Dyslokacje w kierunkach  $\langle 112 \rangle$ , odpowiadającym sąsiednim sektorom  $\{113\}$  są typu  $30^\circ$  i  $54.74^\circ$ .



W diamentcie De Beersa zidentyfikowano około siedemdziesięciu dyslokacji na obydwu płytkach. Identyfikacja dyslokacji w obszarach o ich większej koncentracji była możliwa na podstawie serii czterech topogramów dwukrystalicznych  $1\bar{4}32_{\text{Quartz}}$ ,  $-\{113\}_o$  w równoważnych refleksach. W tym wypadku istotne było porównywanie rozległości kontrastu w równoważnych punktach krzywej odbicia i odniesienie ich do możliwych zmian wielkości  $\cos\vec{g} \cdot \vec{b}$ . W tabeli 3 zestawiono identyfikację 18 dyslokacji zaznaczonych na rysunku 46.

Znaleziono szereg przypadków zarodkowania dyslokacji na wtrąceniach, np. dyslokacji oznaczonych 2 a,b,c,d na rysunku 46. Wiele z wtrąceń tworzyło intensywne kontrasty z nieodbijającą centralną częścią. Kontrasty te były znacznie bardziej rozległe od rzeczywistych wymiarów wtrąceń obserwowanych za pomocą mikroskopów optycznych i na rentgenogramach cieniowych.

Porównując topogramy obydwu płytek z diamentu De Beersa można wnioskować, że duże skupiska dyslokacji były wygenerowane przez dwa duże metaliczne wtrącenia usytuowane w pobliżu zarodki. Pierwotnym źródłem wiązek dyslokacji w diamentcie Sumitomo mogą również być wtrącenia metaliczne w pobliżu zarodki. Powstawanie takich wtrąceń i zarodkowanie na nich dyslokacji zostało stwierdzone jako reguła w badanej serii kryształów nieoddzielonych od zarodki [149].

Obserwowane błędy ułożenia były ograniczone zarówno dyslokacjami prostoliniowymi (zwykle w kierunkach  $\langle 011 \rangle$  i  $\langle 112 \rangle$ ), jak i wygiętymi. W części przypadków zachodziło rozszczepienie dyslokacji dochodzącej do błędu ułożenia, a w innych zarodkowanie dyslokacji i błędu na wtrąceniu.

Identyfikacja błędów ułożenia została potwierdzona przez analizę ich wygaszeń w refleksach transmisyjnych i odbiciowych. Wygaszenia mają miejsce gdy  $\vec{g} \cdot \vec{f} = m$ , gdzie  $m$  jest liczbą całkowitą, a  $\vec{f}$  jest wektorem błędu ułożenia. W strukturze diamentu  $\vec{f}$  jest równy  $\frac{1}{3} \langle 111 \rangle$  dla wewnętrznego błędu ułożenia, lub  $\frac{2}{3} \langle 111 \rangle$  dla zewnętrznego.

Poszczególne błędy ułożenia ulega wygaszeniu tylko w jednym z czterech refleksów typu 111 i trzech z sześciu refleksów typu 022. Spośród czterech równoważnych refleksów odbiciowych typu 111 błąd ułożenia znika w dwu z nich, gdy jego przecięcie z płaszczyzną dyfrakcji jest równoległe do powierzchni próbki. Dziesięć błędów ułożenia zostało oznaczonych na rysunku 46 literą  $s$  z kolejnymi numerami, a ich zidentyfikowane wektory  $\vec{f}$  przedstawiono w tabeli 4.

Tabela 3.

Identyfikacja dyslokacji zaznaczonych na rysunku 46.

Ozn. linii	Kierunek lini dysl.	Wektor Burgersa	Typ dyslokacji
1a	$[\bar{2}\bar{1}1]$	$[110]$	$30^\circ$
1b	$[0\bar{1}1]$	$[110]$	$60^\circ$
2a	$[\bar{2}\bar{1}1]$	$[110]$	$30^\circ$
2b	$[\bar{1}01]$	$[110]$	$60^\circ$
2c	$[1\bar{2}1]$	$[110]$	$30^\circ$
2d	$[0\bar{1}1]$	$[110]$	$60^\circ$
3	$[\bar{2}11]$	$[\bar{1}01]$	$30^\circ$
4	$[110]$	$[01\bar{1}]$	$60^\circ$
5a	$[\bar{2}\bar{1}1]$	$[\bar{1}01]$	$30^\circ$
5b	$[0\bar{1}1]$	$[\bar{1}01]$	$60^\circ$
6	$[\bar{2}11]$	$[\bar{1}01]$	$30^\circ$
7	$[\bar{1}\bar{2}1]$	$[110]$	$73.2^\circ$
8	$[\bar{1}\bar{2}1]$	$[110]$	$73.2^\circ$
9a	$[\bar{1}01]$	$[\bar{1}01]$	śrub.
9b	$[011]$	$[\bar{1}01]$	$60^\circ$
10	$[14\bar{3}]$	$[\bar{1}01]$	kraw.
11	$[110]$	$[110]$	śrub.
12	$[110]$	$[10\bar{1}]$	$60^\circ$
13	$[211]$	$[10\bar{1}]$	$73.2^\circ$
14a	$[211]$	$[110]$	$30^\circ$
14b	$[\bar{1}\bar{2}1]$	$[110]$	$30^\circ$
15	$[\bar{1}\bar{2}1]$	$[110]$	$73.2^\circ$
16	$[\bar{1}\bar{2}1]$	$[\bar{1}01]$	kraw.
17	$[\bar{2}11]$	$[\bar{1}01]$	$30^\circ$
18	$[211]$	$[\bar{1}01]$	$73.2^\circ$

Tabela 4.

Identyfikacja błędów ułożenia zaznaczonych na rysunku 46.

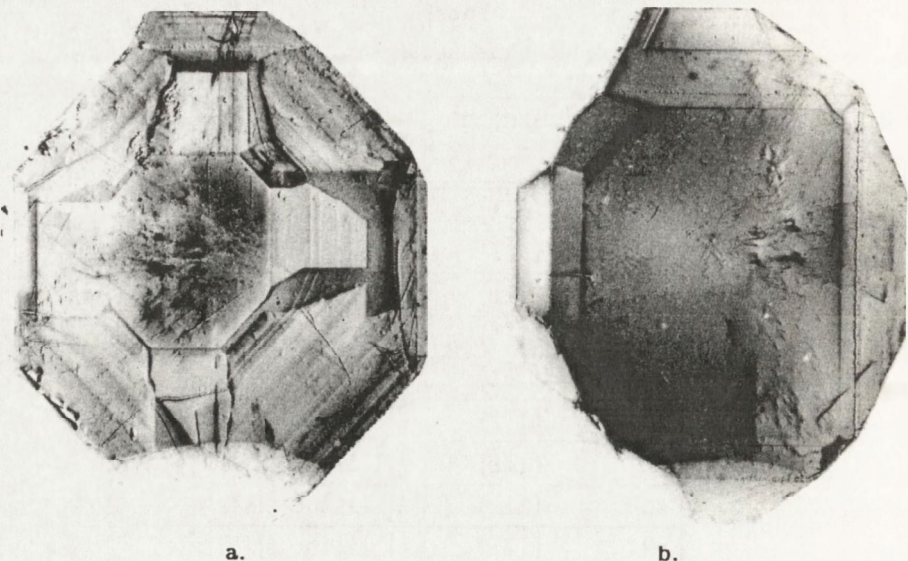
Ozn.	Płaszczyzna błędu	Wektor błędu
s1	$(1\bar{1}\bar{1})$	$\frac{1}{3}[1\bar{1}\bar{1}]$ lub $\frac{2}{3}[1\bar{1}\bar{1}]$
s2	$(1\bar{1}\bar{1})$	$\frac{1}{3}[1\bar{1}\bar{1}]$ lub $\frac{2}{3}[1\bar{1}\bar{1}]$
s3	$(1\bar{1}\bar{1})$	$\frac{1}{3}[1\bar{1}\bar{1}]$ lub $\frac{2}{3}[1\bar{1}\bar{1}]$
s4	$(1\bar{1}\bar{1})$	$\frac{1}{3}[1\bar{1}\bar{1}]$ lub $\frac{2}{3}[1\bar{1}\bar{1}]$
s5	$(1\bar{1}\bar{1})$	$\frac{1}{3}[1\bar{1}\bar{1}]$ lub $\frac{2}{3}[1\bar{1}\bar{1}]$
s6	$(1\bar{1}\bar{1})$	$\frac{1}{3}[1\bar{1}\bar{1}]$ lub $\frac{2}{3}[1\bar{1}\bar{1}]$
s7	$(1\bar{1}\bar{1})$	$\frac{1}{3}[1\bar{1}\bar{1}]$ lub $\frac{2}{3}[1\bar{1}\bar{1}]$
s8	$(1\bar{1}\bar{1})$	$\frac{1}{3}[1\bar{1}\bar{1}]$ lub $\frac{2}{3}[1\bar{1}\bar{1}]$
s9	$(111)$	$\frac{1}{3}[111]$ lub $\frac{2}{3}[111]$
s10	$(111)$	$\frac{1}{3}[111]$ lub $\frac{2}{3}[111]$

Również w diamencie Sumitomo ujawniono szereg błędów ułożenia. Występowały one z reguły w zespołach, m.in. w pobliżu największych ścian  $\{111\}$ .

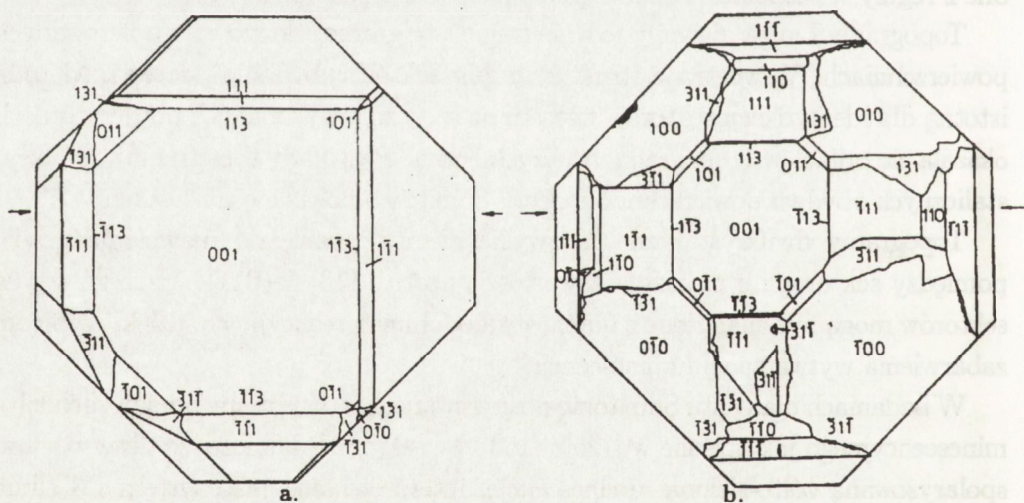
Topogramy Langa ujawniły jedynie fragmenty granic sektorów na polerowanych powierzchniach. Wewnętrzna struktura granic sektorów była niewidoczna. Metodą istotną dla identyfikacji sektorów wzrostu na sztucznie wykonanych powierzchniach okazała się odbiciowa topografia dwukrystaliczna. Przykłady topogramów dwukrystalicznych obydwu powierzchni diamentu Sumitomo pokazano na rysunku 47.

Topogramy dwukrystaliczne są zwykle nie dość czule do ujawnienia granic pomiędzy sektorami z najniższą zawartością azotu  $\{113\}$  i  $\{011\}$ . Szczegóły tych sektorów mogą być znalezione z obrazów katodoluminescencyjnych, dzięki różnicom zabarwienia wytwarzanej luminescencji.

W badaniach diamentu Sumitomo obserwowano podobne cechy obrazu katodoluminescencyjnego jak opisane w [126] i [153]. W sektorach kubicznych obserwowano spolaryzowaną żółto-zieloną luminescencję, interpretowaną jako system H3 (linia zero-fononowa dla 503.4 nm lub 2.464 eV). Sektory  $\{011\}$  wytwarzają stalowo-białą luminescencję, podczas gdy sektory  $\{113\}$  biało-niebieską. Intensywność katodoluminescencji oktaedrycznego diamentu De Beersa była znacznie niższa.



Rys. 47. Topogramy polerowanych wzdłuż (001) powierzchni diamentu Sumitomo w układzie  $224_{Si}$ ,  $-113_0$  i promieniowaniu  $Cu K\alpha_1$ . Wektor dyfrakcji jest skierowany w prawo. a.- powierzchnia bliższa zarodki. b.- powierzchnia dalsza od zarodki.



Rys. 48. Mapy sektorów wzrostu na polerowanych powierzchniach diamentu Sumitomo ustalone na podstawie topogramów dwukrystalicznych i katodoluminescencyjnych a. - powierzchnia bliższa zarodki, b. - powierzchnia dalsza od zarodki.



Najintensywniejsza zielona luminescencja występowała w sektorach {001}, lecz jej intensywność spadała wraz z odległością od zarodki. Istotne było zaobserwowanie słabej, brunatno-zielonej luminescencji w sektorach oktaedrycznych.

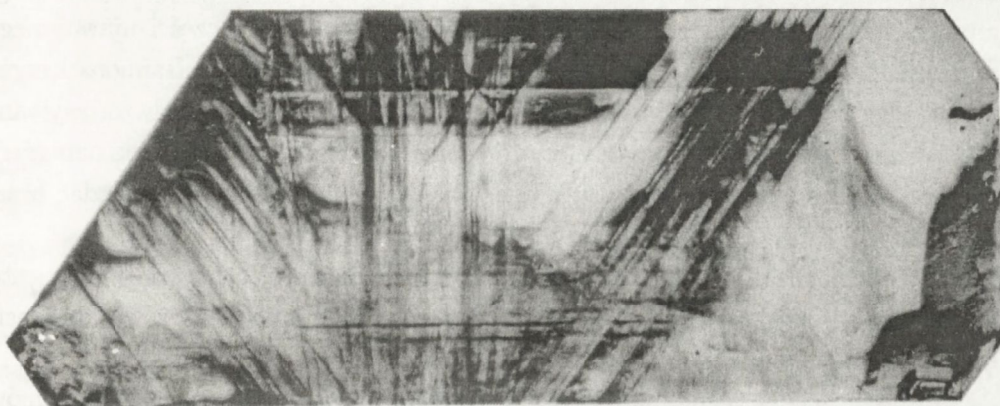
Schematyczne rysunki układu sektorów wzrostu ustalone zarówno na podstawie badań katodoluminescencyjnych jak i topogramów odbiciowych przedstawiono na rysunkach 48 i 49.

Geometria sektorów wzrostu na polerowanych powierzchniach diamentu Sumitomo wykazuje szereg elementów podobnych do opisanych przez Suzuki i Langa [97] dla diamentów zawierających tylko ściany kubiczne i oktaedryczne. Centralny sektor (001) zajmuje większą część objętości kryształu i zajmuje 80% polerowanej powierzchni dalszej od zarodki. Na powierzchni bliższej zarodki centralny sektor jest oktagonalny i otoczony przez wąskie sektory {011} i {113}, oddzielające je odpowiednio od większych sektorów {001} i {111}. Przekroje sektorów {111} na płaszczyznach (001) są prostokątne lub częściowo prostokątne, z wrostami sektorów {113}.

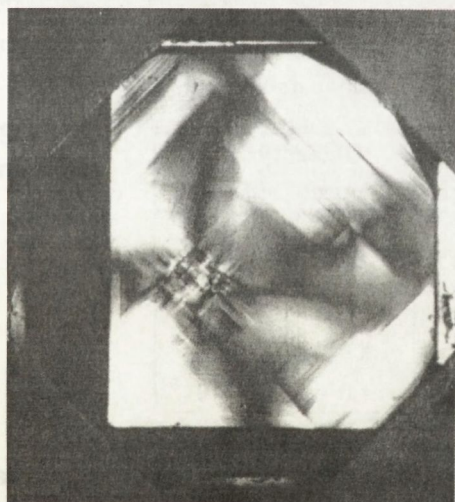
Cztery polerowane powierzchnie dostarczają sekcji diamentu oktaedrycznego na poziomach odległych o 0.7 mm. Istotną obserwacją w tym diamencie jest stwierdzenie występowania sektorów oktaedrycznych dolnej i górnej hemisfery, przedzielonych przez wąskie sektory {011}. Sektory {001} i {113} odpowiadające bocznym wierzchołkom, są bardzo nieregularne.

Wewnętrzna geometria sektorów wzrostu diamentu Sumitomo była częściowo ujawniana przez topogramy sekcyjne. Przykład pokazany jest na rysunku 50. Wiązka promieniowania wchodzi prawie prostopadle do polerowanej powierzchni (001) w pozycji zaznaczonej na rysunkach 48 a i b strzałkami. Z topogramu można m. in. odtworzyć granice centralnego sektora (001).

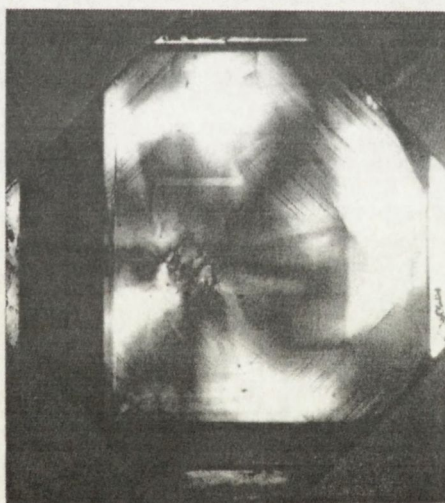
Topogramy katodoluminescencyjne i zdjęcia wykonywane przez filtr Kodak 47 b ujawniły na dalszej od zarodki powierzchni diamentu Sumitomo cechę wzrostu centralnego sektora, podobną do opisanego w [126] - tzw. "krzyż maltański". Silniej absorbujące (bogatsze w azot) ramiona "krzyża" były zorientowane wzdłuż kierunków  $\langle 011 \rangle$ .



Rys. 50. Topogram sekcyjny diamentu Sumitomo w refleksie 444 i promieniowaniu  $Mo K\alpha_1$ , przy położeniu wiązki padającej (płaszczyzny sekcji) prawie prostopadłej do polerowanej powierzchni (001) wzdłuż linii zaznaczonej strzałkami na rysunku 48.



a.



b.

Rys. 51. Obraz polaryskopowy syntetycznego diamentu Sumitomo. Dla polaryzatora ustawionego odpowiednio w kierunkach: pionowym - a. i poziomym - b. oraz analizatora ustawionego prostopadłe do polaryzatora.

Obrazy polaryskopowe diamentu Sumitomo, przedstawione na rysunku 51, ujawniały również obraz w formie krzyża, którego szczegóły w centralnym rejonie sugerowały pewien związek z "krzyżem maltańskim". Niektóre z części ujawnianego polaryskopowo obrazu są jednak związane z wiązkami dyslokacji. Ramiona krzyża równoległe do każdego z dwóch skrzyżowanych polaryzatorów są odwzorowywane jako obszary ciemniejsze, sugerując, że dominuje w nich składowa radialna naprężeń. Niektóre szczegóły obrazu, przedstawionego na rysunku 47, mogą odpowiadać brzegowi ramion "krzyża maltańskiego".

Na topogramach dwukrystalicznych powierzchni dalszej od zarodki diamentu Sumitomo w centralnym sektorze (001) widoczny jest słaby sektorowy kontrast, który może być związany z omawianych wcześniej "krzyżem maltańskim".

Obecne pomiary różnic parametru sieciowego bazowały na seriach topogramów otrzymywanych w układzie  $1\bar{3}25_{\text{quartz}}, -004_0$  z promieniowaniem  $\text{Cu K}\alpha_1$ , eksponowanych przy skokowych zmianach kąta o  $0.75^\circ$ .

Różnice między parametrami sieciowymi różnych sektorów wzrostu w badanych diamentach są podane w tabeli 5. Są to uśrednione wartości, odniesione do sektora {001} (dominującego w diamencie Sumitomo).

Tabela 5.

Oszacowane różnice parametrów sieciowych między sektorami wzrostu w badanych diamentach (odniesione do sektora {001})

Sektor	Kuboktaedryczny diament Sumitomo		Oktaedryczny diament De Beersa	
	$\Delta\Theta_d [^\circ]$	$\frac{\Delta d}{d}$	$\Delta\Theta_d [^\circ]$	$\frac{\Delta d}{d}$
{111}	-1.0	$2.9 \times 10^{-6}$	-2.5	$7.2 \times 10^{-6}$
{001}	0	0	0	0
{113}	4.0	$-1.2 \times 10^{-5}$	3.5	$-1.0 \times 10^{-5}$
{011}	4.0	$-1.2 \times 10^{-5}$	4.0	$-1.2 \times 10^{-5}$

Przytoczone wartości są zbliżone do wartości użykanych z udziałem autora w wysokodispersyjnych pomiarach synchrotronowych [41, 42]. W pracach tych znaleziono następujący związek zmiany stałej sieci z koncentracją podstawieniowego azotu:

$$\frac{\Delta a}{a_0} = (2.95 \pm 0.14) \times 10^{-4} \mu \quad (76)$$



gdzie  $\mu$  jest współczynnikiem absorpcji w  $\text{cm}^{-1}$  dla promieniowania o liczbie falowej  $1130 \text{ cm}^{-1}$ , proporcjonalnym do koncentracji azotu.

Zmierzona w centralnym sektorze (001) diamentu Sumitomo wartość współczynnika absorpcji w podczerwieni dla liczby falowej  $1130 \text{ cm}^{-1}$  była bliska  $3.0 \text{ cm}^{-1}$ . Przy zastosowaniu wzoru (77) można otrzymać wartość  $\frac{\Delta a}{a}$  równą  $9.1 \times 10^{-6}$ .

W diamencie Sumitomo obserwowano mniejszą różnicę parametru sieciowego między sektorami {111} i 001} niż w płytkach wyciętych z diamentu De Beersa. Może to mieć związek z bardziej kubiczną postacią diamentu Sumitomo, charakterystyczną dla wzrostu w niższej temperaturze, co może być potwierdzeniem obserwacji Satoh i. wsp. [154], że kryształy rosnące w niższych temperaturach mają podobną koncentrację azotu w sektorach {001} i {111}. Różnica parametru sieciowego ( $\frac{\Delta d}{d}$ ), między ramionami "krzyża maltańskiego" jest mniejsza niż  $2 \times 10^{-6}$ .

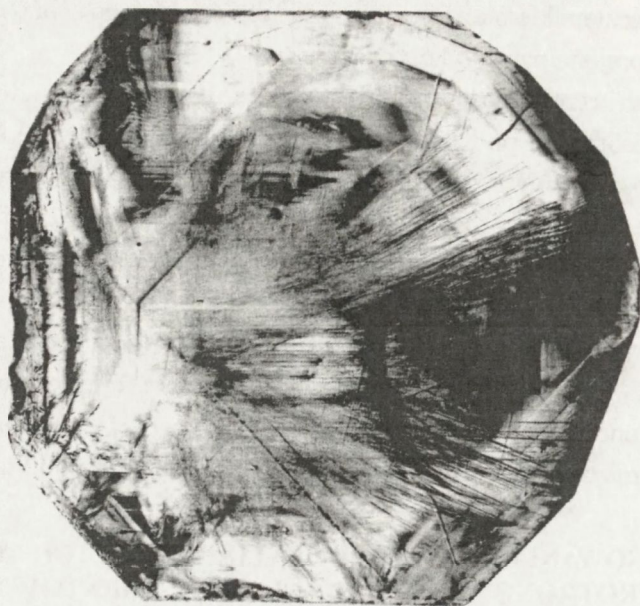
## 5.5. ZASTOSOWANIA NOWYCH MODYFIKACJI METOD TOPOGRAFII SYNCHROTRONOWEJ W BADANIACH DIAMENTÓW

W badaniach diamentów topografię dwukrystaliczną zastosowano również w geometrii transmisyjnej. Przykład synchrotronowego topogramu transmisyjnego diamentu Sumitomo w układzie  $133\text{Si}_i\text{-}022_o$  z promieniowaniem  $1.03 \text{ \AA}$  pokazano na rysunku 52.

Podobnie jak w [155] widoczne jest pewne podobieństwo transmisyjnych topogramów jednokrystalicznych i dwukrystalicznych. Następujące cechy topogramów dwukrystalicznych są jednak różne:

1. obszar wokół defektów dostarczających czarnego kontrastu jest większy; w szczególności obrazy linii dyslokacyjnych są znacznie szersze.
2. obserwuje się liczniejsze prążki interferencyjne i są one bardziej wyraźne.
3. kontrast jest zależny od miejsca krzywej odbicia. Obserwowano silniejsze lub słabsze odwzorowania różnych rejonów kryształu i powstawanie różnych prążków interferencyjnych.

Transmisyjne topogramy dwukrystaliczne nie zapewniały praktycznej możliwości oszacowań różnic stałej sieci.



Rys. 52. Transmisyjny synchrotronowy topogram dwukrystaliczny uzyskany w promieniowaniu  $1.09 \text{ \AA}$  w układzie  $133_{Si,-022}_o$ . Wektor dyfrakcyjny jest położony w płaszczyźnie poziomej w lewo. Powierzchnia bliższa zarodki jest bliższa obserwatora i jest powierzchnią wyjściową dla promieniowania.

Jednym z eksperymentów dotyczących transmisyjnej topografii dwukrystalicznej była obserwacja efektu stereoskopowego, uzyskiwanego metodą Haruta [152] w synchrotronowym układzie  $133_{Si,-022}_o$ . Zasada metody Haruta [156] polega na wykonaniu pary topogramów przy obrocie próbki wokół wektora dyfrakcji w jedną i drugą stronę o pewien mały kąt, w aktualnym przypadku równy  $\pm 2,5^\circ$ . Z powodu silnej zależności obrazu od ustawienia kąтового dla każdej z pozycji wokół wektora dyfrakcji wykonano serie topogramów w różnych punktach krzywej odbicia ze skokiem kątowym  $0.5''$ . Efekt stereoskopowy obserwowano dobierając pary topogramów o równoważnych położeniach kątowych, kierując się przy tym podobieństwem obrazów.

Dobry efekt stereoskopowy zaobserwowano w przypadku kontrastu bezpośredniego, na prążkach interferencyjnych wzdłuż dyslokacji i części prążków związanych z fragmentami wewnętrznymi granic sektorów.

Ciekawy efekt wystąpił w przypadku układu prążków w lewym górnym narożu topogramu na rysunku 52. W obserwacji stereoskopowej widoczne one były

na powierzchni wyjściowej dla promieniowania. Jednocześnie szczegóły geometryczne wskazywały na związek tych prążków z defektami znajdującymi się blisko powierzchni wejściowej. Na podstawie wyników uzyskanych różnymi metodami ustalono, że wspomniane prążki są spowodowane przez fragmenty granicy międzysektorowej i znajdujący się w pobliżu błąd ułożenia.

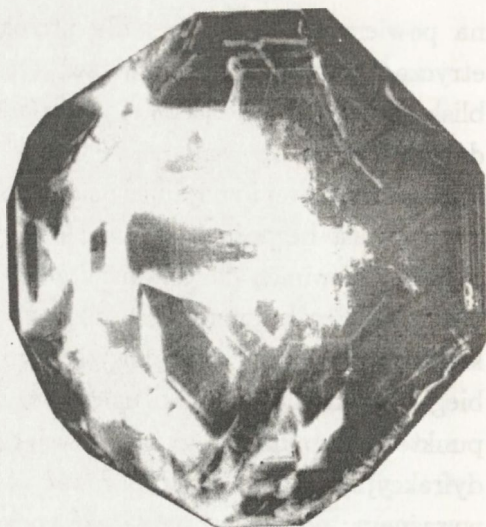
Kontrast bezpośredni transmitowany jest z miejsca powstania wzdłuż wiązki odbitej i powinien dawać dobry efekt przestrzenny, jak dla topografii jednokryształicznej. Prążki interferencyjne są wynikiem interferencji pól falowych. Zarówno kierunek propagacji pól falowych jak i efektów dyfrakcyjnych mogą znacznie odbiegać od kierunku wiązki ugiętej, szczególnie dla pól falowych odpowiadających punktom wzbudzenia w środkowej części hiperboli dyspersji. Szereg efektów dyfrakcyjnych może się propagować w sposób złożony wewnątrz kryształu i ulegać wyraźnemu podziałowi na wiązkę transmitowaną i ugiętą przy samej powierzchni. Kontrast taki powinien być wtedy widoczny na powierzchni, podobnie jak np. odzorowania z kontrastem anomalnym.

Innym eksperymentem dyfrakcyjnym była jednoczesna obserwacja wiązki odbitej i transmitowanej w przypadku odbiciowym. Aktualnie obserwację wiązki transmitowanej w przypadku odbiciowym prowadzono na diamencie Sumitomo [150, 157], który traktować można jako płytkę o grubości 1.5 mm o dwóch dużych polerowanych powierzchniach. Eksperyment przeprowadzono na stacji 7.6 w układzie dwukryształicznym z refleksem  $11\bar{1}5$  na monochromatorze krzemowym i symetrycznym odbiciem 008 na diamencie. Przy kącie Bragga  $65^\circ$  wybierano promieniowanie 0.802 Å. Topogramy w wiązce odbitej  $\vec{K}_h$  i transmitowanej  $\vec{K}_0$  były rejestrowane równolegle. Topogramy naświetlano w dwóch seriach różniących się azymutem obrotu wokół wektora dyfrakcji o  $180^\circ$ . Reprezentatywną parę topogramów pokazano na rysunku 53.

Odpowiedniość między topogramami  $\vec{K}_h$  i  $\vec{K}_0$  nie jest łatwa do oceny z powodu różnego rzutowania obrazu. Dla łatwiejszych porównań topogram  $\vec{K}_h$  pokazano odwrócony w stronę wiązki, podczas gdy topogram  $\vec{K}_0$  odwrócony w stronę przeciwną. Po obrocie o  $180^\circ$  wokół wektora dyfrakcji rzutowanie w wiązce transmitowanej będzie takie same, jak poprzednio w wiązce odbitej, a dla wiązki odbitej, jak poprzednio w wiązce transmitowanej. Pomocne w rozróżnianiu szczegółów, odpowiednie rzuty zarysu geometrycznego i sektorów wzrostu na powierzchniach polerowanych diamentu Sumitomo przedstawiono na rysunku 54.

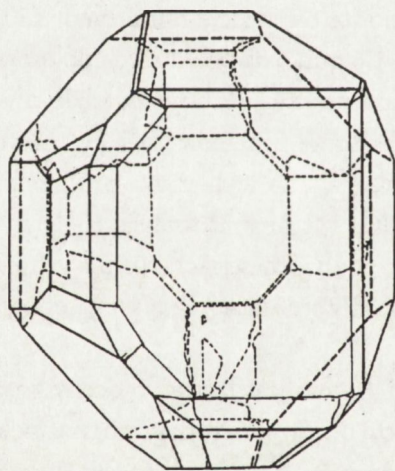


a.

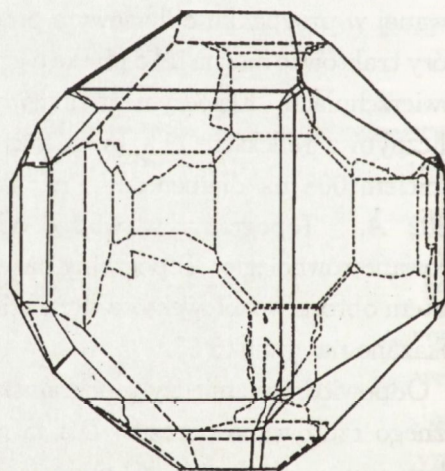


b.

Rys. 53. Przykładowa para topogramów diamentu Sumitomo w przypadku odbiciowym dla wiązki odbitej - a. i transmitowanej - b.



a.



b.

Rys. 54. Szkic diamentu Sumitomo w rzutach odpowiadających rozważanym na poprzednich rysunkach topogramom w wiązki  $\vec{K}_0$  i  $\vec{K}_h$ .

Szerokość połówkowa aktualnych krzywych eksperymentalnych wynosiła 6.5" i była znacznie większa od szerokości krzywej teoretycznej wynoszącej 0.6". Krzywe teoretyczne odbicia i transmisji, z bardzo gęstymi maksimumami pobocznymi przedstawiono wcześniej na rysunku 4. Poszerzenie krzywych eksperymentalnych jest wynikiem obecności sektorów o różnych parametrach sieciowych ( $\frac{\Delta a}{a}$ ) rzędu  $6.3 \cdot 10^{-5}$ , a także ścian bocznych. Pewną rolę mogą grać również wahania parametru sieciowego w centralnym sektorze (001) ujawniane np. na topogramach sekcyjnych. Z kolei można zaobserwować, że maksima dyfrakcyjne niektórych niskoazotowych sektorów są bliskie 1".

Absorpcja fotoelektryczna promieniowania  $0.802 \text{ \AA}$  w diamentcie wynosi około  $2.5 \text{ cm}^{-1}$ . Płytkę diamentu o grubości 1.5 mm pochłania o tej długości fali, padające pod kątem  $65^\circ$  w około 60 %. W grubym przybliżeniu odbicie wiązki powoduje osłabienie intensywności wiązki transmitowanej. Obszary odbijające pojawiać się będą na topogramach  $\vec{K}_0$  jako obszary silniej naświetlone, a na topogramach  $\vec{K}_h$  jako obszary słabiej naświetlone.

Z uzyskanych wyników można wnioskować, że kontrast na topogramach w wiązce transmitowanej produkowany jest w nieco szerszym zakresie niż kontrast na topogramie w wiązce odbitej  $\vec{K}_h$ . Może być to wynikiem dodatniego efektu Borrmanna obecnego po wysokokątowej stronie maksimum dyfrakcyjnego. Wniosek ten wydaje się potwierdzać obserwacja, że topogramy  $\vec{K}_0$  wykazują więcej szczegółów sektorów odbijających promieniowanie pod większymi kątami.

Topogramy w wiązce transmitowanej  $\vec{K}_0$  odwzorowują znacznie wyraźniej szczegóły kryształu znajdujące się bliżej powierzchni wyjściowej, podczas gdy topogramy  $\vec{K}_h$  więcej detali znajdujących się bliżej powierzchni wejściowej. Jednym z tego powodów jest to, że wiązka odbita od dolnych partii kryształu jest pochłaniana silniej.

W kryształach mogą zachodzić zjawiska ekstynkcji, wyginania torów propagacji, rozkładu pól falowych i wymiany energii między wiązką transmitowaną i odbitą. Wszystkie te zjawiska mogą powodować dalsze niekomplementarności topogramów w wiązce odbitej i transmitowanej.

Dowodem redystrybucji energii między wiązką odbitą i transmitowaną jest, że w wiązce  $\vec{K}_0$  niektóre rejony kryształu odwzorowywane są ciemniej niż cień kryształu, a nawet ciemniej niż tło wokół kryształu. Jak można ocenić z krzywej transmisji na rysunku 4 b, efekt Borrmanna jest za słaby dla wywołania takiego efektu.

W aktualnych eksperymentach uzyskano widzialność dyslokacji na topogramach w wiązce transmitowanej  $\vec{K}_0$ . Są one względnie słabe, a ponadto większa część kontrastu wydaje się pochodzić z punktu ich wyjścia na powierzchnię wejściową dla promieniowania. Tylko wyjątkowo można rozróżnić obrazy głębszych partii linii dyslokacyjnych. Dyslokacje są najlepiej widoczne we fragmentach topogramu znajdujących się w położeniu na zboczu krzywej odbicia.

Pary topogramów  $\vec{K}_h$  i  $\vec{K}_0$  dostarczyły również pewnej informacji odnośnie wewnętrznej struktury sektorów wzrostu. Na niektórych z topogramów widoczne były rozdzielone fragmenty wysokoazotowych sektorów wewnątrz kryształu, np. fragmentów sektora {311} na rysunku 53 a. Można również zaobserwować, że pasma wzrostu powodują kontrasty na granicach niektórych sektorów wzrostu.

Otrzymane pary topogramów  $\vec{K}_h$  i  $\vec{K}_0$  nie wykazują wielu prążków interferencyjnych. Dzieje się tak z powodu obecności defektów, szczególnie pasm wzrostu. Pewne szczegóły mogące być interpretowane jako prążki interferencyjne są widoczne w pobliżu ścian bocznych iluminowanych przez wiązkę padającą na topogramach  $\vec{K}_h$ . W tym wypadku wiązka wchodząca przez boczne ściany ulega dyfrakcji w przypadku Lauego. Na jednym z topogramów zaobserwowano prążki Borrmanna-Lehmanna, powstające w wyniku interferencji promieniowania odbitego wstecznie od powierzchni wyjściowej i fali wzbudzonej przez powierzchnię boczną.

## 6. WNIOSKI

Przedstawione badania monokryształów i warstw cienkich za pomocą metod rentgenowskich, z zastosowaniem konwencjonalnych i synchrotronowych źródeł promieniowania rentgenowskiego prowadzono w dwu łączących się aspektach. Pierwszy z tych aspektów dotyczył badań kontrastu teoretycznego zjawisk dyfrakcyjnych występujących przy odwzorowaniach topograficznych i badaniu krzywych dyfrakcyjnych. Drugi aspekt dotyczył zagadnień materiałowych, w których rozwiązaniu w istotny sposób wykorzystywano przeprowadzone obserwacje dotyczące kontrastu teoretycznego różnych defektów.

Pierwszą część pracy poświęcono analizie zjawisk dyfrakcyjnych, z wykorzystaniem symulacji obrazów dyfrakcyjnych. Prowadzono badania teoretycznych obrazów dyslokacji i wtrąceń dla odbiciowej metody spektrometru dwukrystalicznego i porównania ich z obrazami eksperymentalnymi. Do tych celów is-

totnie rozwinięto metodykę badań numerycznych. Opracowano programy numeryczne zakładające skończoną grubość kryształu i uwzględniające rozbieżność wiązki padającej i ewentualną obecność warstwy epitaksjalnej. Opracowano również nowe procedury obliczeń pól deformacji defektów. Dzięki uwzględnieniu rozbieżności wiązki poprawiono zgodność topogramów teoretycznych i eksperymentalnych przez wytłumienie części obrazów interferencyjnych.

Najbardziej skomplikowaną procedurą obliczeń pól deformacji opracowano dla symulacji obrazów dyslokacji wychodzącej na powierzchnię pod dowolnym kątem z uwzględnieniem wszystkich możliwych składowych wektora Burgersa. Umożliwiło to m.in. badanie zmian kontrastu w różnych refleksach. Porównywano również symulowane obrazy ujęć dyslokacji w przypadkach różniących się absorpcją oraz przy obecności warstw epitaksjalnych.

Zaobserwowano zmniejszanie się udziału efektów interferencyjnych na rzecz rozety związanej z bezpośrednim kontrastem dylatacyjno-orientacyjnym w miarę zwiększania się absorpcji. Potwierdzono odpowiedniość rozety z konturami zmian położenia maksimum odbicia, a przez to stosowalność przybliżenia kontrastu zaproponowanego przez Bonsego.

Przeanalizowano zasadnicze różnice topograficznego kontrastu dyslokacji i wtrąceń. Analiza ta umożliwiła m.in. znalezienie argumentów potwierdzających występowanie obydwu tych typów defektów w strukturze komórkowej dyslokacji.

Stwierdzono podobieństwo obrazu dyslokacji wychodzącej na powierzchnię warstwy epitaksjalnej w analogicznych punktach maksimum warstwy i podłoża. Przeprowadzono również symulacje obrazów przecięć dyslokacji niedopasowania i wtrąceń w warstwach epitaksjalnych.

Wykonano synchrotronowe odbiciowe topogramy sekcyjne płytek diamentu syntetycznego, zawierające liczne układy prążków interferencyjnych. Przeanalizowano teoretyczne obrazy dyslokacji i prążków Pendellösung dla odbiciowej topografii sekcyjnej, do otrzymania których zastosowano całkowanie równań Takagi-Taupin ze zmiennym krokiem. Ustalono, że dodatkowa kolimacja powoduje lepszą widzialność szeregu prążków przy dużej szerokości szczeliny.

Otrzymano obrazy prążków interferencyjnych na błędach ułożenia w przypadku Bragga w diamencie za pomocą synchrotronowej topografii dwukrystalicznej. Obrazy te były zgodne z przybliżeniami teoretycznymi uzyskanymi przez zastosowanie teorii fali płaskiej. Stwierdzono możliwość identyfikacji typu

błędu ułożenia na podstawie fazy startowej pierwszego prążka i potwierdzono występowanie w diamentach wewnętrznego typu błędów ułożenia.

W drugiej części pracy przedstawiono obserwacje o charakterze materiałowym uzyskane z wykorzystaniem w istotnym stopniu wyników badań zjawisk dyfrakcyjnych.

Przeprowadzono badania znacznej liczby monokryształów półprzewodników typu  $A^{III}B^V$ , w tym szczególnie monokryształów  $GaAs$  o różnych typach domieszkowania, otrzymywanych metodami Czochralskiego i *HGF*. Stwierdzono, że obraz defektów zależy w pierwszym rzędzie od typu i poziomu domieszkowania.

Na podstawie próbek wyciętych wzdłuż kierunku wzrostu kryształów ustalono, że powstawanie tzw. struktury komórkowej nie wykazuje związku z układem powierzchni wzrostu, jest natomiast wynikiem grupowania się dyslokacji poruszających się pod wpływem naprężeń.

Stwierdzono istotną różnicę struktury komórkowej ze strukturą pojawiającą się wskutek niestabilności powierzchni wzrostu i komórkowym wzrostem kryształu w długich kanałach. Wzrost taki zaobserwowano w przypadku kryształów silnie domieszkowanych indem, zarówno z metody Czochralskiego jak i *HGF*.

Prowadzono badania odkształceń i naprężeń w monokryształach  $A^{III}B^V$  za pomocą równoczesnego stosowania odbiciowej topografii dwukrysztalicznej i metod polaryskopowych. Ustalono, że topogramy dwukrysztaliczne ujawniają w pierwszym rzędzie lokalne zmiany orientacji, a w mniejszym zakresie zmiany odległości międzypłaszczyznowych. Znalaziono odpowiedniość obszarów największych, ujawnianych polaryskopowo naprężeń i obszarów najsilniejszych zmian orientacji.

Opracowano nową metodę pomiaru bezwzględnej wartości stałej sieci dostosowaną do spektrometrów dwukrysztalicznych. Za pomocą tej metody przeprowadzono pomiary stałej sieci w monokryształach *YAG* domieszkowanych neodymem, potwierdzając wzrost stałej sieci wzdłuż wyciąganego kryształu związany z wzrostem koncentracji neodymu. Zastosowanie metod odbiciowych pozwoliło na stwierdzenie, że większość defektów typu "solute trails" w monokryształach *YAG* zawiera materiał różniący się nieznacznie stałą sieci.

Przeprowadzono identyfikację defektów w szeregu próbkach dużych diamentów syntetycznych, w tym dużej liczby dyslokacji i sektorów wzrostu na polerowanych powierzchniach diamentów. Ustalono, że większość dyslokacji w diamentach została wygenerowana przez wtrącenia metaliczne. Za pomocą spektrometru dwukrysztalicz-



nego przeprowadzono pomiary różnic stałej sieci między sektorami zawierającymi różną koncentrację azotu z dokładnością  $1.5 \times 10^{-6}$ .

Przeprowadzono badania efektu stereoskopowego na parach transmisyjnych topogramów dwukrystalicznych wykazując różnice efektu stereoskopowego w przypadku różnych prążków interferencyjnych.

Zarejestrowano pary topogramów w wiązce  $K_0$  i  $K_h$  w synchrotronowej odbiciowej topografii dwukrystalicznej na diamencie syntetycznym. Uzyskano odwzorowania m.in. dyslokacji w wiązce przechodzącej, oraz znaleziono dowody redystrybucji promieniowania między wiązką padającą a odbitą.

Prowadzone w niniejszej pracy badania warstw epitaksjalnych dotyczyły określania rzeczywistego współczynnika niedopasowania oraz oceny odkształceń i naprężeń. Przerobiono bezpośrednio badania odkształceń sieci na drodze pomiaru kąta międzypłaszczyznowego. Metoda ta została udoskonalona w stosunku do wersji zaproponowanej przez autora w ramach pracy doktorskiej [10, 11].

## BIBLIOGRAFIA

- [1] Bonse U., Kappler E.: *Röntgenographisches Abbildung des Verzerrungsfeldes einzelner Versetzungen in Germanium-Einkristallen*. Z. Naturforsch., **214**, 1958, 16
- [2] Bonse U.: *Zur röntgenographischen Bestimmung des Types einzelner Versetzungen in Germanium-Einkristallen*. Z. Physik, **153**, 1958, 278
- [3] Renninger M.: *Beiträge zur doppeldiffraktometrische Kristall-Topographie mit Röntgenstrahlen*. Z. angew. Phys., **19**, 1965, 20
- [4] Bedyńska T.: *Contrast of Dislocation Image in the Bragg-case*. Phys. Stat. Sol. (a), **18**, 1973, 147
- [5] Bedyńska T., Bubàkova R., Šourek M.: *Comparison between experimental and theoretical dislocation image for the Bragg case*. Phys. Stat. Sol. (a), **36**, 1976, 509
- [6] Taupin D.: *Prévision de quelques images de dislocations par transmission des rayons X (cas de Laue symétrique)*. Acta Cryst., **23**, 1967, 25

- [7] Authier A., Malgrange C., Tournarie M.: *Étude théorique de la propagation des rayons X dans un cristal parfait ou légèrement déformé*. Acta Cryst., **A24**, 1968, 126
- [8] Gronkowski J.: *X-ray diffraction contrast of the dislocation image in the Bragg-case*. Phys. Stat. Sol. (a), **57**, 1980, 105
- [9] Riglet P., Sauvage M., J.F. Petroff, Epelboin Y.: *Synchrotron-radiation plane-wave topography II. Comparison between experiments and computer simulations for misfit-dislocation images in III-V heterojunctions*. Phil. Mag., **A42**, 1980, 339
- [10] Wierzchowski W.: *Double-crystal topographic investigation of misfit dislocations in silicon epitaxial layers*. Phys. Stat. Sol. (a), **88**, 1985, 77
- [11] Wierzchowski W.: *Odwzorowywanie dyslokacji w krzemowych warstwach epiktaksjalnych metodami odbiciowymi rentgenowskiej topografii dyfrakcyjnej*. Prace ITME, **11**, 1984
- [12] Wierzchowski W.: *Odwzorowywanie dyslokacji w krzemowych warstwach epiktaksjalnych metodami odbiciowymi rentgenowskiej topografii dyfrakcyjnej*. Praca doktorska, Warszawa - Instytut Fizyki PAN, 1982
- [13] Spirk W., Tanner B.K., Whitehouse C., Barnett S.J., Cullis A.G., Johnson A.D., Keir A., Usher B., Clark G.E., Hogg C.R., Lunn B.: *Simulation of X-ray reflection topographs from misfit dislocations*. Phil. Mag., **A 69**, 1994, 221
- [14] Epelboin Y., Soyer A.: *Simulation of X-ray traverse topographs by means of a computer*. Acta Cryst., **A41**, 1985, 61
- [15] Soyer A., Epelboin Y., Morris F.: *The use of an array processor for the simulation of X-ray topographs*. J. Appl. Cryst., **18**, 1984, 85
- [16] Epelboin Y.: *Problems in the numerical calculation of the contrast on defects in X-ray traverse topographs*. Acta Cryst., **A 33**, 1977, 758
- [17] Carvalho C.A.M., Epelboin Y.: *Simulation of X-ray topographs, a new method to calculate the diffracted field*. Acta Cryst., **A49**, 1993 s. 460
- [18] Carvalho C.A.M., Epelboin Y.: *Simulation of X-ray topographs and synchrotron Laue topographs: application of the reciprocity theorem*. Acta Cryst., **A49**, 1993, 467

- [19] Kato N., Usami K., Katagawa T.: *The X-ray diffraction images of stacking faults*. Adv. X-Ray Analysis, **10**, 1967, 46
- [20] Kato N.: w *X-ray diffraction*. Ed. by L.V. Azároff, R. Kaplov, N. Kato, R.J Weiss, A.J.C. Wilson, R.A. Young, roz. 3-5, 1974, 176-438
- [21] Authier A.: *"Contrast of a stacking fault on X-ray topographs*. Phys. Stat. Sol., **27**, 1968, 77
- [22] Jiang S., Lang A.R.: *Stacking fault contrast in X-ray diffraction: a high-resolution experimental study*. Proc. R. Soc. Lond., **A388**, 1983, 249
- [23] Kowalski G., Lang A.R.: *Developements in computer simulation of X-ray diffraction contrast images of stacking faults*. J. Appl. Cryst., **19**, 1986, 224
- [24] Kowalski G., Lang A.R., Makepeace A.P.W., Moore M.: *Studies of stacking fault contrast by synchrotron X-ray section topography*. J. Appl. Cryst., **22**, 1989, 410
- [25] Fewster P.F.: *A high-resolution multiple-crystal, multiple-reflection diffractometer*. J. Appl. Cryst., **22**, 1989, 64
- [26] Bartels W.J., Hornstra J.: *X-ray diffraction of multilayers and superlattices*. Acta Cryst, **A 42**, 1986, 539
- [27] Speriosu V.S., Vreeland T. Jr.: *X-ray rocking curve analysis of superlattices*. J. Appl. Phys., **56**, 1984, 1591
- [28] Gaca J., Wójcik M.: *X-ray diffractometric characterization of the GaAsP/GaAs and InGaAs/GaAP superlattices grown on offcut GaAs(001) substrate by means of the reciprocal space mapping*. Appl. Phys. Lett., **65**, 1994, 997
- [29] Sass J.: *The evaluation of strain relaxation in GaAsP/GaAs multilayer structure grown on misoriented GaAs substrate*. Proc SPIE **1845**, 1993, 195
- [30] Miltat J.: *Stress/strain distribution around implantation bountaries III. Magnetization distribution around non-implanted discs in ferromagnetic garnet epilayers supporting bubbles*. Phil. Mag., **A 57**, 1988, 702
- [31] Zaus R.: *An improved deviation parameter for the simulation of dynamical X-ray diffraction on epitaxial heterostructures*. J. Appl. Cryst., **26**, 1993, 801

- [32] Fatemi M., Thompson P.E., Chandhuri R., Shah S.: *Double-crystal X-ray analysis of strain distribution in rapid thermal annealed Si-implanted GaAs*. J. Appl. Phys., **68**, 1990, 3694
- [33] Kyutt R.N., Petrashen P.V., Sorokin L.M.: *Strain profiles in ion-doped silicon obtained from X-ray curves*. Phys. Stat. Sol. (a), **60**, 1980, 381
- [34] Wieteska K., Wierzchowski W.: *The Bragg-case diffraction patterns of silicon implanted with high energy  $\alpha$ -particles*. Phys. Stat. Sol. (a) (w druku)
- [35] Wieteska K., Wierzchowski W., Maurin J.: *The investigation of Bragg-case diffraction patterns in ion-implanted layer*. Nukleonika (w druku)
- [36] Wieteska K., Wierzchowski W., Maurin J.: *The Bragg-case diffraction patterns of ion-implanted layer*. Acta Cryst., **A 49** Supplement, 1993, S 365
- [37] Bubáková R.: *Exact adjustment of monocrystals on many-crystal X-ray equipment*. Czech. J. Phys., **B 12**, 1962, 695
- [38] Godwod K., Kowalczyk R. Szmid Z.: *Application of a precise double X-ray spectrometer for accurate lattice parameter determination*. Phys. Stat. Sol. (a), **21**, 1974, 227
- [39] Wierzchowski W.: *Double crystal investigation of silicon epitaxial layers*. Acta Cryst., **A34** Supplement, 1978, S 225
- [40] Robert M.C., Lefauchaux F, Sauvage M., Ribet M.: *Quantitative lattice parameter mapping in  $Sr(NO_3)_2$  and  $Ba(NO_3)_2$  crystals*. J. Cryst. Growth, **52**, 1981, 976
- [41] Lang A.R., Moore M., Makepeace A.P.W., Wierzchowski W., Welbourn C.M.: *On the dilatation of synthetic type Ib diamond by substitutional nitrogen*. Phil. Trans. R. Soc. Lond., **A 337**, 1991, 497
- [42] Lang A.R., Makepeace A.P.W., Moore M., Wierzchowski W.: *Optical and synchrotron X-ray diffractometric studies of nitrogen impurity in synthetic diamond*. Acta Cryst., **A 46** Supplement, 1990, C 431
- [43] Uragami T.: *Pendellösung fringes in Bragg case*. J. Phys. Soc. Japan, **27**, 1969, 147
- [44] Lang A.R., Mai Zhen-Hong: *Pendellösung interference in the Bragg reflexion of X-rays from a crystal surface*. Proc. Roy. Soc., **A368**, 1979, 313

- [45] Uragami T.S.: *Pendellösung fringes in Bragg case in a crystal of finite thickness*. J. Phys. Soc. Japan, **28**, 1970, 1508
- [46] Afanasev A.M., Kohn V.G.: *Dynamical theory of X-ray diffraction in crystals with defects*. Acta Cryst., **A27**, 1971, 421
- [47] Zielińska-Rohozińska E.: *X-ray section topography in the Bragg-case*. Phys. Stat. Sol. (a), **59** 1980, 317
- [48] Misiuk-Bąk J., Gronkowski J., Härtwig J., Wierzchowski W.: *X-ray spherical-wave diffraction in the Bragg-case for bent Si crystals*. Phys. Stat. Sol. (a), **99**, 1987, 345
- [49] Bąk-Misiuk J., Gronkowski J., Härtwig J., Wierzchowski W.: *Interference pattern of bent Si crystals in the Bragg-case of X-ray diffraction*. Proceedings of 7th International School Defects in Crystals, Szczyrk, May 23-30, 1985; Ed. E. Mizera, World Scientific, 1986, 132
- [50] Petrašen P.V.: *Čislennoe postroenie funkcij Grina dinamičeskowo rasiejaniija rentgenovskich lučej*. Fiz. Tverd. Tela, **18**, 1976, 3729
- [51] Epelboin Y.: *A new varying step algorithm for simulation of X-ray topographs*. Acta Cryst., **A37**, 1981, 112
- [52] Kuwamoto H., Holmes D.E.: *Dislocation reduction in large-diameter LEC GaAs growth. II Microstructural characterization*. J. Cryst. Growth, **91**, 1988, 567
- [53] Hoshikawa K., Nakanishi H., Kohda H., Sasaura M.: *Liquid encapsulated vertical Bridgman growth of large diameter, low dislocation density, semi-insulating GaAs*. J. Cryst. Growth, **94**, 1989, 643
- [54] Fornari R., Paorici C., Zanotti L., Zucalli G.: *"Dislocation-free silicon-doped gallium arsenide grown by LEC procedure*. J. Cryst. Growth, **63**, 1983, 415
- [55] Grant-Elliot A., Flat A., Verwater D.A.: *Silicon incorporation in LEC growth of single crystal gallium arsenide*. J. Cryst. Growth, **121**, 1992, 349
- [56] Yamada K., Kohda H., Nakanishi H., Hoshikawa K.: *Elimination of grown-in dislocations in In-doped liquid encapsulated Czochralski GaAs*. J. Cryst. Growth, **78**, 1986, 36
- [57] Nakajima M., Fujii T., Ishida K.: *A study of dislocations in In-doped LEC GaAs crystals*. J. Cryst. Growth, **84**, 1987, 295

- [58] Chabli A., Molva E., George A., Bertin F., Bunod B., Bletry J.: *Photoluminescence studies near residual dislocations in In-alloyed GaAs*. E-MRS, Strasbourg, June 1986, 27
- [59] Ponce F.A., Wang F.C., Hiskes R.: *Structure of defects in semi-insulating LEC GaAs crystals*. Semi-Insulating III-V materials, Kah-nee-ta OR-USA 24-26 April 1984, Shiva publishing 1984, 68
- [60] Kitano T., Ishikawa T., Matsui J.: *Contrast formation around the cell walls in equi-lattice-spacing mapping X-ray topographs for an undoped GaAs crystal*. Phys. Stat. Sol. (a), **115**, 1989, 383
- [61] Franzosi P., Salviati G.: *Investigation of crystal defects in GaAs by X-ray topography and SEM transmission cathodoluminescence*. Materials Chemistry and Physics, **9**, 1983, 321
- [62] Zielińska-Rohozińska E.: *X-ray topographic investigation of cellular structure in semi-insulating GaAs*. J. Cryst. Growth, **87**, 1988, 154
- [63] Korytár D., Daniška V., Prielcel I., Babinský M.: *Large area X-ray and CL study of GaAs*. J. Cryst. Growth, **121**, 1992, 440
- [64] Korytár D.: *Point-like and extended defects in Si and GaAs*. J. Cryst. Growth, **126**, 1993, 30
- [65] Sekiguchi T., Sumino K.: *Interaction between dislocations and non-radiative recombination centers in GaAs*. Jap. J. Appl. Phys., **26**, 1987, L 179
- [66] Kamejima T., Shimura F., Matsumoto Y., Watanabe H., Matsui J.: *Rôle of dislocations in semi-insulation mechanism in undoped LEC-grown GaAs*. Jap. J. Appl. Phys., **21**, 1982, L 721
- [67] Schumann B.: *The defect structure of highly doped gallium arsenide*. Kristall und Technik, **11**, 1976, 41
- [68] Schulz M., Schumann B., Sarodnik R., Schaeffer H.: *Zur Charakterisierung von hochdotierten GaAs-Einkristallen*. Kristall und Technik, **8**, 1973, 1421
- [69] Pichaud B., Burle-Durbec N., Minari F., Duseax M.: *Study of dislocations in highly In doped GaAs crystals grown by liquid encapsulated Czochralski technique*. J. Cryst Growth, **71**, 1985, 648

- [70] Pichaud B., Minari F., Billia B.: *Capabilities of X-ray topography for studying interfacial instabilities during directional solidification*. J. Cryst. Growth, **80**, 1987, 469
- [71] Minari F., Billia B.: *Characterization of the cellular growth structure of GaAs - 0.2 at % In by X-ray topography*. Acta Cryst., **A 49** Supplement, 1993, S 362
- [72] Minari F., Billia B.: *Mixed cells in directional solidification of In-doped GaAs; cellular profile and shape-induced stresses*. J. Crystal Growth, **140**, 1994, 264
- [73] Tanner B.K., Barnett S.J., Hill M.J.: *X-ray double-crystal topographic studies of III-V compounds*. Inst. Phys. Conf. Ser., **76**, 1985, Section 10, 429
- [74] Clackson S.G., Moore M., Kitching S.A.: *X-ray topography of gallium arsenide used for MESFET fabrication*. Semicond. Science. Technol., **7**, 1992, 12
- [75] Jenichen B., Köhler R., Möhling W.: *Double-crystal topography compensating for the strain in processed samples*. Phys. Stat. Sol. (a), **79**, 1985, 79
- [76] Möhling W.: *"Versatility and limitations of double-crystal reflection topography for dislocation imaging*. Cryst. Rev., **2**, 1989, 89
- [77] Möhling W., Weishart H., Bauser E.: *Nature of dislocations promoting growth in a liquid phase epitaxy of gallium arsenide*. J. Cryst. Growth., **130**, 1993, 466
- [78] Ishikawa T., Kitano T., Matsui J.: *Synchrotron plane wave X-ray topography of GaAs with a separate (+,+) monochro-collimator*. Jap. J. Appl. Phys., **24**, 1985, L 968
- [79] Kitano T., Matsui J., Ishikawa T.: *X-ray topography examination of lattice distortions in LEC-grown GaAs single crystals*. Jap. J. Appl. Phys., **24**, 1985, L 948
- [80] Nakajima M., Sato T., Inada T., Fukuda T., Ishida K.: *Study of nonstoichiometry in undoped semi-insulating GaAs using precise lattice parameter measurements*. Appl. Phys. Lett., **49**, 1986, 1251
- [81] Okada Y., Tokumaru Y., Katoda Y.: *Dependence of lattice parameter on elastic strain and composition in Czochralski grown GaAs*. Appl. Phys. Lett., **48**, 1986, 974

- [82] Cockayne B., Roslington J.M., Vere A.M.: *Macroscopic strains in faceted regions of garnet crystals*. J. Mater. Sci., **8** 1973, 382
- [83] Hurle D.T.J., Cockayne B.: *Defects and their detectability in melt-grown crystals*. Proceedings of the Nato Advanced Study Institute of Crystal Growth Defects by X-Ray Methods, August 1979, Durham University, Ed. by B.K. Tanner, D.K. Bowen. Plenum Press, 1980, 46
- [84] Cockayne B.: *Developments in melt-grown oxide crystals*. J. Cryst. Growth, **42**, 1968, 405
- [85] Belouet C.: *About the crystalline perfection of Nd-doped YAG single-crystals*. J. Cryst. Growth, **15**, 1972, 188
- [86] Roberts K.J., Elwell D.: *Correlation between growth hillocks and dislocations on the {110} faces of flux grown yttrium aluminium garnet*. J. Cryst. Growth, **62**, 1983, 449
- [87] Tolksdorf W., Strocka B., Welz B.: *Growth of seeded and unseeded yttrium garnet crystals from high temperature solutions studied by induced striations*. J. Cryst. Growth, **65**, 1983, 549
- [88] Gao D., Li M., Feng Y.: *X-ray double-crystal diffraction topographic study of striations and facets in YAG:Nd single crystals*. Journal of Synthetic Crystals (pismo chińskie), **17**, 1988, 37
- [89] Gao D., Li M., Cui Y., Feng Y.: *Studies on the relative change of the lattice constant in YAG:Nd by X-ray double-crystal topography*. Journal of the Chinese Rare Earth Society, **5**, 1987, 33
- [90] Gao D., Cui Y., Li M., Feng Y., Zhang Z.: *Observations on defects in YAG:Nd single crystals by X-ray double-crystal topography*. Journal of Synthetic Crystals (pismo chińskie), **16**, 1987, 290
- [91] Mai Z., Ge P., Cu I, Shu F., Xiao N., Wu L.: *The observation of defects in YAG single crystal by X-ray transmission topography*. Acta Phys. Sinica, **30**, 1981, 417.
- [92] Bagdasarov H.S.: *Problemy sinteza tugoplavkikh optičeskikh monokristallov*. Rost Kristallov, **XII**, 1977, 179
- [93] Bagdasarov H.S., Bolotina N.B., Kalinin V.I., Kariagin V.F., Kuzmin B.V., Muradian L.A., Riadnow S.N., Uiukin E.M., Černaia T.S., Fedorov E.A.



Čudakov V.C., Simonov V.I.: *Fotoinducirovannyj effiekt i realnaja struktura kristallov ittrij-aluminievogo granata*. Kristallografja, **36**, 1991, 715

- [94] Lang A.R.: *On the growth sectorial dependence of defects in natural diamonds*. Proc. R. Soc. Lond. A, **340**, 1974, 233
- [95] Lang A.R., Kowalski G., Makepeace A.P.W., Moore M.: *On long-range lattice perfection in natural type Ia diamond*. Phil. Mag. A, **64**, 1991, 543
- [96] Hanley P.L., Kiflawi I., Lang A.R.: *On topographically identifiable sources of cathodoluminescence in natural diamonds*. Phil. Trans. R. Soc. Lond., A **284**, 1977, 329
- [97] Suzuki S., Lang A.R.: *The growth sector morphology in cuboctahedral diamond*. Diamond Research, 1976, 39
- [98] Woods G.S., Lang A.R.: *Cathodoluminescence, optical absorption and X-ray topographic studies of synthetic diamonds*. J. Cryst. Growth, **28**, 1975, 215
- [99] Lang A.R., Kowalski G., Makepeace A.P.W.: *Measurement of lattice parameter differences within a mixed habit natural diamond by synchrotron double-crystal topography*. Acta Cryst, A **43** Supplement, 1987 C-205
- [100] Wentorf R.H. Jr.: *Some studies of diamond growth rates*. J. Phys. Chem., **75**, 1971, 1833
- [101] Strong H.M., Wentorf R.H. Jr.: *The growth of large diamond crystals*. Naturwissenschaften, **59**, 1972, 1
- [102] Chrenko R.M., Strong H.M., Tuft R.E.: *Dispersed paramagnetic nitrogen content of large laboratory diamonds*. Phil. Mag., **23**, 1971, 313
- [103] Woods G.S., van Wyk J., Collins A.T.: *The nitrogen content of type I b synthetic diamond*. Phil. Mag., **62** 1990, 58
- [104] Kaiser W., Bond W.L.: *Nitrogen, a major impurity in common type I Diamond*. Phys. Rev., **115**, 1959, 857
- [105] Pinsker Z.G.: *Dynamical scattering of X-rays in crystals*. Berlin, Springer Verlag, 1978
- [106] Zachariasen W.H.: *Theory of X-ray diffraction in crystals*. New York, Pergamon Press, 1945

- [107] Battermann B.W., Hildebrandt G.: *X-ray Pendellösung fringes in Darwin reflection*. Acta Cryst., A **24**, 1988, 150
- [108] Godwod K.: *A modification of the theory of the triple crystal X-ray spectrometer and its application for practical calculations*. Phys. Stat. Sol. (a), **2**, 1970, 235
- [109] Epelboin Y., Gandais M, Willaime C.: *Influence of the elastic anisotropy on the contrast of dislocation images in electron microscopy and X-ray topography*. Phys. Stat. Sol. (a), **44**, 1977, 651
- [110] Shaibani S.J, Hazzledine P.M.: *The displacement and stress fields of a general dislocation close to a free surface of an isotropic solid*. Phil. Mag., A **44**, 1981, 657
- [111] Sen B.: *Note on the stresses produced by nuclei of thermo-elastic strain in a semi-infinite elastic solid*. Q. Appl. Math., **8**, 1951, 365
- [112] Cherns D., Stowell M.J.: *Misfit dislocations sources in epitaxial films: part I: Growth of Pd on (001) Au substrates*. Thin Solid Films, **29**, 1975, 127
- [113] Wierzchowski W., Mazur K.: *The numerical simulation of double-crystal topographic images of dislocations and precipitates in GaAs crystals*. Nukleonika (w druku)
- [114] Wierzchowski W.: *The simulation of Bragg-case double-crystal images of dislocations in GaAs Crystals*. Acta Cryst., A **49** Supplement, 1993, S 372
- [115] Wierzchowski W.: *The Bragg-case images of dislocations at different absorption*. Proceedings of the XVth Conference Applied Crystallography, Cieszyn 1992, Ed. by H. Morawiec and D. Stróż, World Scientific, 1993, 182
- [116] Wierzchowski W.: *Investigation of dislocation outcrop contrast in various Bragg-case reflections*. Proceedings of the 8th International School Defects in Crystals, Szczyrk 1988, Ed. E. Mizera, World Scientific 1989, 84
- [117] Wierzchowski W., Mazur K., Wieteska K.: *The numerical simulation of Bragg-case topographic images of dislocations and precipitates in GaAs epitaxial layers*. J. Phys. D (w druku)
- [118] Wierzchowski W., Moore M.: *The images of dislocations in synchrotron Bragg-case section topography of diamond*. Acta Phys. Pol. A, **82**, 1992, 193.

- [119] Wierzchowski W., Moore M.: *Observation of interference fringes in Bragg-case synchrotron double-crystal images of stacking faults in diamond*. Acta Phys. Pol. A, **82**, 1992, 185
- [120] Wierzchowski W., Moore M.: *Bragg-case images of stacking faults*. Acta Cryst., A **49** Supplement, 1993, S364
- [121] Wierzchowski W., Moore M.: *The Bragg-case images of stacking faults*. praca dostarczona do Acta Cryst. A
- [122] Wierzchowski W., Moore M.: *Bragg-case images of stacking faults*. Diamond Conference Oxford 1991, Proceedings
- [123] Saka T., Katagawa T., Kato N.: *The theory of X-ray crystal diffraction from finite polyhedral crystals. I. The Laue-Bragg cases*. Acta Cryst., A **28**, 1972, 102
- [124] Saka T., Katagawa T., Kato N.: *The theory of X-ray crystal diffraction from finite polyhedral crystals. III. The Bragg-Bragg cases*. Acta Cryst., A **29** 1973, 192
- [125] Gronkowski J., Malgrange C.: *Propagation of X-ray beams in distorted crystals Bragg-case . II The case of strong deformation*. Acta Cryst., A **40**, 1984, 507
- [126] Frank F.C., Lang A.R., Evans D.J.F., Rooney M.-L. T., Spear P.M., Welbourn C.M.: *Orientation-dependent nitrogen incorporation on vicinals on synthetic diamond cube growth surfaces*. J. Cryst. Growth, **100**, 1990, 354
- [127] *Precyzyjne pomiary stałych sieciowych kryształów metodą Bonda*. Praca zbiorowa pod redakcją K. Łukaszewicza Wrocław, INT i BS PAN, 1976
- [128] Lang A.R., Meaden G.M.: *Complementary orientation-dependent distribution of 1.40 and 2.56 eV cathodoluminescence on vicinals on {111} in synthetic diamonds*. J. Cryst. Growth., **108**, 1991, 53
- [129] Bajor A., Adamkiewicz G.: *Fotometryczna metoda pomiaru naprężeń w materiałach półprzewodnikowych*. Prace ITME, **16**, 1985
- [130] Adamkiewicz G., Bajor A., Wierzchowski W.: *Photoelastic and X-ray topographic studies of residual stress and lattice deformation in GaAs single crystals*. Cryst. Res. Technol., **23**, 1988, 901

- [131] Wierzchowski W., Mazur K.: *X-ray topographic investigation of cellular structure and its relation to another defects in various types of GaAs single crystals*. Acta Phys. Pol., A 84, 1993, 789.
- [132] Wierzchowski W., Mazur K.: *Rentgenograficzne badania półzolacyjnych kryształów GaAs*. Materiały Elektroniczne, 3, 1988, 14
- [133] Pawłowska M., Mazur K., Wierzchowski W., Dąbrowska I., Kulesza E., Gładki A.: *Badanie niskodyslokacyjnych monokryształów GaAs*. Prace ITME, 30, 1990
- [134] Wierzchowski W., Mazur K.: *The investigation of GaAs and InP single-crystals by means of X-ray topography*. XII th Conference on Applied Crystallography, Cieszyn, 1986, Proceedings Vol. 2, 269
- [135] Piekarczyk W., Świrkowicz M., Gazda S.: *The Czochralski growth of bismuth-germanium oxide single crystals*. Mat. Res. Bull., 13, 1978, 889
- [136] Hurler D.T.J.: *Supercooling during crystal growth from stirred melt*. Solid-State Electr., 3, 1961, 37
- [137] Takahashi T., Kemio A., Irung N.: *Morphology of the solid-liquid interface and redistributions of solutes in unidirectionally solidified aluminium alloys*. J. Cryst. Growth, 24/25, 1974, 477
- [138] Paufler P., Wagner G., Grosse K.: *Defect structure in Te-doped GaAs single crystals after plastic deformation (II) Dislocation slip and cell formation*. Cryst. Res. Technol., 28, 1993, 2
- [139] Adamkiewicz G., Bajor A., Wierzchowski W.: *Symetria odkształceń sieci monokryształów o orientacji  $\langle 111 \rangle$  otrzymanych metodą Czochralskiego*. Materiały Elektroniczne, 4, 1986, 19
- [140] Wierzchowski W.: *Determination of lattice deformation in epitaxial layers and monocrystals using a double-crystal spectrometer*. Proceedings of the 8th International School Defects in Crystals, Szczyrk 1985, Ed. E. Mizera, 1986, World Scientific, 1987, 125
- [141] Reinhardt F.K., Logan R.A.: *Interface stress of  $Al_xGa_{1-x}$  - GaAs layer structures*. J. Appl. Phys., 44, 1973, 3171
- [142] Strupiński W., Bąk-Misiuk J., Paszkowicz W., Wierzchowski W.: *X-ray investigation of GaP: N,S epitaxial layers applied in light emitting diodes*. J.

- [143] Mazur K., Sass J., Wierzchowski W.: *The growth defects in heavily neodymium-doped YAG single-crystals*. Proceedings of 7th International School *Defects in Crystals* Szczyrk, May 23-30, 1985, Ed. by E. Mizera World Scientific Pub., 1986, 381
- [144] Mazur K., Wierzchowski W.: *Badanie defektów strukturalnych w początkowych częściach monokryształów YAG silnie domieszkowanych neodymem*. Materiały Elektroniczne, 2, 1988, 27
- [145] Mazur K., Wierzchowski W.: *X-ray topographic investigation of growth defects and lattice parameter measurements within crystals of heavily neodymium doped yttrium aluminium garnet*. J. Cryst. Growth (w druku)
- [146] Wierzchowski W., Moore M., Makepeace A.P.W., Yacoot A.: *X-ray topographic studies and measurement of lattice parameter differences within synthetic diamonds grown by the reconstitution technique*. J. Cryst. Growth, 114, 1991, 209
- [147] Wierzchowski W., Coulthard A.J., Lang A.R., Makepeace A.P.W., Moore M., Yacoot A.: *Double-crystal topography of diamonds using conventional and synchrotron sources*. Diamond Conference Bristol 1989, Proceedings s. 15
- [148] Moore M., Waggett R., Wierzchowski W.: *X-ray topography of dislocations and stacking faults in a diamond grown by the reconstitution method*. Diamond Conference Reading 1990, Proceedings P14
- [149] Waggett R., Moore M., Wierzchowski W.: *Synthetic diamonds grown by the reconstitution technique and their seeds*. Diamond Conference Oxford 1991, Proceedings P1
- [150] Wierzchowski W., Moore M., Makepeace A.P.W.: *Bragg-case  $K_0$  and  $K_g$  double-crystal synchrotron studies of synthetic diamond*. Diamond Conference Reading 1990, Proceedings P 23
- [151] Epelboin Y., Zarka A., Klapper H.: *Étude théorique et expérimentale d'énergie de dislocation*. J. Cryst. Growth, 20, 1973, 103
- [152] Moore M., Lang A.R., Wierzchowski W.: *The stereoscopic observation of synthetic diamond with Haruta-pairs of double-crystal synchrotron topographs*. Acta Phys. Pol. A (w druku)

- [153] Burns R.C., Cvetkovic V., Dodge C.N, Evans D.J.F., Spear P.M., Welbourn C.M.: *Growth-sector dependence of optical features in large synthetic diamonds*. J. Cryst. Growth, **104**, 1990, 257
- [154] Satoh S., Sumiya H., Tsuji K., Yazu S.: in Proc. 1st Intern. Conf. on the New Diamond Science Technology, Tokyo, 1988 (Japan New Diamond Forum, Tokyo)
- [155] Kohra K, Yoshimatsu M., Shimizu I.: w "Direct Observation of Imperfections in Crystals" eds. Newkirk, Wernick, Interscience 1962, 461
- [156] Haruta K.: *New method of obtaining stereoscopic pairs of X-ray diffraction topographs*. J. Appl. Phys., **35**, 1964, 1789
- [157] Wierzchowski W., Moore M., Makepeace A.P.W. : w przygotowywaniu do publikacji

## PODZIĘKOWANIA

Autor pragnie bardzo serdecznie podziękować wielu osobom, dzięki pomocy i życzliwości których możliwe było przygotowanie niniejszej pracy.

W pierwszym rzędzie autor chciałby podziękować wszystkim współautorom publikacji, gdyż ich współpraca była bardzo istotna dla uzyskania przedstawionych wyników. Osobno i bardzo serdecznie chciałby podziękować panu dr hab. Jerzemu Gronkowskiemu, którego uwagi były bardzo istotne przy opracowaniu szeregu programów numerycznych.

Autor zwraca się z bardzo serdecznym podziękowaniem do dr M. Moore'a i prof. A.R. Langa za wprowadzenie w dziedzinę topografii synchrotronowej i badań diamentów oraz za umożliwienie realizacji szeregu pomysłów badawczych.

Autor pragnie również bardzo gorąco podziękować wszystkim technologom mającym udział w przygotowaniu badanych próbek, w tym szczególnie dr inż. Andrzejowi Hrubanowi i jego współpracownikom, mgr Zbigniewowi Frukaczowi, dr inż. Włodzimierzowi Strupińskiemu, oraz dr inż. Elżbiecie Nossarzewskiej-Orłowskiej.

Autor bardzo gorąco dziękuje również dyrekcji *ITME*, w tym szczególnie dyrektorowi *ITME* dr Zygmuntowi Łuczyńskiemu, poprzedniemu dyrektorowi prof. dr hab. inż. Wiesławowi Marciniakowi i prof. dr hab. inż. Andrzejowi Jeleńskiemu za ich bardzo daleko idącą pomoc i istotną zachętę do przygotowania pracy.

Autor pragnie wreszcie bardzo serdecznie podziękować swoim przełożonym, kolegom i koleżankom z Zakładu Unikalnych Metod Pomiarowych, w tym szczególnie mgr inż. Jerzemu Sassowi, dr inż. Wandzie Sokołowskiej, mgr Krystynie Mazur, mgr Markowi Wójcikowi i mgr Jarosławowi Gacy za pomoc, zrozumienie i cenne uwagi.

## STRESZCZENIE

W pierwszej części pracy analizowano cechy odwzorowań topograficznych różnych typów defektów w monokryształach i warstwach epitaksjalnych, uzyskiwanych metodą odbiciowej topografii dwukrystalicznej i sekcyjnej, z zastosowaniem obliczeń obrazów dyfrakcyjnych. Metoda numerycznej symulacji kontrastu została zastosowana w szeregu nowych przypadkach, m.in. do symulacji ujęć dyslokacji w różnych refleksach, symulacji ujęć dyslokacji przebijających warstwę epitaksjalną i wtrąceń. Opracowano szereg programów numerycznych, uwzględniających m.in. rozbieżność wiązki w rzeczywistych eksperymentach topograficznych. Uzyskano synchrotronowe odwzorowania odbiciowe błędów ułożenia, zawierające prążki interferencyjne, których poprawny opis teoretyczny uzyskano w oparciu o zastosowania dynamicznej teorii dyfrakcji fali płaskiej.

W dalszej części pracy przedstawiono badania grupy monokryształów i warstw epitaksjalnych o istotnym zastosowaniu w technologii przyrządów elektronicznych, w tym szczególnie arsenku galu, granatu itrowo-aluminiowego i diamentów syntetycznych, prowadzone z wykorzystaniem wniosków z pierwszej części. Uzyskano szereg wyników dotyczących prawidłowości obserwowanej struktury defektowej i przyczyn generacji defektów.

## ABSTRACT

In the first part of the present work, characteristic features of the images of various defects in bulk crystals and epitaxial layers, obtained with back-reflection double-crystal and section topography, were analysed. The numerical simulation of the images was applied to a number of new cases as *e.g.* simulation of dislocation out-crops images in various reflections, images of threading dislocations in epitaxial layers and images of inclusions. A number of numerical programs was revealed which also took into account the beam divergence in real topographic experiments. The synchrotron back-reflection images of stacking faults with distinct interference fringes were obtained and explained using plane-wave dynamical diffraction theory.

In the following part of the paper, a number of crystalline materials applied in electron technology, particularly gallium arsenide, synthetic diamond and yttrium aluminium garnet, were studied using the conclusions from the first part. A number of observations concerning to the general scope of defects and to the origins of defects was found.



## СОДЕРЖАНИЕ

В первой части работы рассмотрены особенности топографических изображений дефектов разных типов в монокристаллах и эпитаксиальных плёнках, полученных с помощью двухкристалльной отражательной и секционной топографии. Численный метод моделирования контраста был применён для ряда новых случаев, а именно для моделирования выходов дислокаций в разных рефлексах, выходов сквозных дислокаций в эпитаксиальных плёнках и примесей. Написан ряд программ учитывающих расширение рентгеновского пучка в реальных топографических экспериментах. Получены синхротронные отражённые изображения искажений в положениях атомов, которые включают интерференционные круги. Получено их теоретическое описание на основе динамической теории дифракции плоской волны.

В дальнейшей части работы представлены исследования группы монокристаллов и эпитаксиальных плёнок применяемых в технологии электронных приборов. В исследованиях использовались результаты полученные в первой части работы. В их число входили арсениды галлия, иттриево-алюминиевый гранат и синтетические алмазы. Наблюдения подтвердили предполагаемую дефектную структуру. Были найдены причины генерации дефектов.

Tekst dostarczono 1.08.1994

Przyjęto do druku 15.9.1994







<http://rcin.org.pl>