

SZILÁRDTESTEK RÁCSHIBÁINAK LÁTHATÓVÁ TÉTELE RÖNTGEN-TOPOGRÁFIAI MÓDSZEREKKEL

SZÁNTÓ ISTVÁN

A MŰSZAKI TUDOMÁNYOK KANDIDÁTUSA
A MAGYAR TUDOMÁNYOS AKADÉMIA MŰSZAKI FIZIKAI KUTATÓ INTÉZETE

[Beérkezett 1968. május 17-én]

A tanulmány bemutatja a röntgendiffrakciós vizsgálatok legújabb ágának, a különböző fizikai effektusok: az extinkció és az anomális abszorpció hasznosításán alapuló topográfiai eljárásoknak a fejlődését. Ezek a metodikák gyakorlatilag főleg a félvezető-technológiában váltak be, mint az ott használatos anyagok, elsősorban a Si, Ge és GaAs szennyeződéseinek és hibastruktúrájának feltérképezésére alkalmas korszerű minőségellenőrző módszerek. A szakterületen végzett alkalmazások kritikai áttekintése a legújabb irodalom, illetve a saját kísérleti tapasztalatok felhasználásával készült.

I. Bevezetés, célkitűzés

Századunk harmincas éveitől kezdve egyre nyilvánvalóbbá vált, hogy a látható fénnel dolgozó mikroszkópia már képtelen megbirkózni a szilárdtest-kutatás aktuális feladataival; alig tudja kellőképpen segíteni az atomi szerkezetek terén felmerülő ipari minőségellenőrzés korszerűbb követelményeit. Ekkorra ugyanis már tudták, hogy a szilárdtestek kritikus tulajdonságait sok esetben legfeljebb néhány száz vagy ezer ångström méretű idegen atomcsoportok (szennyezők, kiválások, zárványok) vagy rács hibák (vakanciák, diszlokációk, réteghibák) jelenléte és eloszlási módja határozza meg.

Abban az időben úgy látszott: a mikroszkópia alkalmatlan arra, hogy az anyagok finom szerkezetét láthatóvá tegye. Hosszú ideig, a második világháborút követő évtizedig a fizikusok, anyagszerkezetkutatók bizakodó érdeklődése a közvetett eljárások, főleg a röntgendiffrakciós módszerek felé fordult. Legelterjedtebbek voltak a Debye—Scherrer-, ill. a Laue-felvételek különböző változatai. Kiderült azonban, hogy a rácsrendezetlenségeket (pl. a diszlokációkat) így sem lehet egyszerűen észlelni. Elég, ha a szemcseméret-, ill. rács-torzulás-effektusok elkülöníthetőségének máig is vitatott problémájára utalunk. A kényes műveletek sorozata, valamint a röntgen-evidenciák fizikai értelmezése számos további kérdést vetett fel. A röntgenfelvételek és általában a közvetett, áttételes következtetések sohasem hatottak olyan meggyőző erővel, mint a rácsszerkezet közvetlen megfigyelése.

Ekkor, a legutolsó másfél évtizedben terjedt el új reménységként a kutatólaboratóriumokban az elektronmikroszkópos szerkezetvizsgálat. Bár ez a módszer ragyogó új fejezetet nyitott az élő és élettelen anyagok szer-

kezetvizsgálatának fejlődéstörténetében, a szilárdtest-kutatók számára ez sem bizonyult korlátlan lehetőségeket nyújtó megoldásnak. Igaz, egy korszerű elektronmikroszkóp képes arra, hogy 5—10 Å nagyságrendű részletekről képet adjon. De ez egyben hátrány is, mert az elektronnyalábbal egyszerre besugározható, ill. átvilágítható rácestérfogat oly csekély, hogy a vizsgált kristályos próba egészére jellemzőnek aligha lehet elfogadni. Másrészt az elektronmikroszkópos leképezéssel kapcsolatban nem szabad figyelmen kívül hagyni azt a feltevést sem, hogy a kristályos minta rácshibáinak elrendezését, konfigurációját a nagy energiájú elektronnyaláb erőteljesebben megváltoztathatja, mint amekkora hatást a diszlokációkat előidéző vagy mozgató mechanizmus egyáltalán okoz. Meg kell gondolni: lehetséges-e a kristályos anyag ilyenfajta megfigyelése az eredetileg vizsgálni szándékozott állapot megzavarása nélkül.

Indokoltnak látszik tehát az a törekvés, amelynek eredményeképpen a legutóbbi években új röntgeneljárások kerültek a fémfizikusok, szerkezetkutatók érdeklődésének előterébe. Főleg a félvezetők fizikájának és technológiájának rohamos fejlődése hozta szükségképpen magával azoknak a módszereknek a kidolgozását és elterjedését, amelyek által a kristályrács szerkezetében végbemenő szubmikroszkópos változásokat közvetlen módon, kisebb sugárzási energiák bevezetése révén, főleg pedig egyszerre nagyobb kiterjedésű térfogatokban lehet észlelni.

A röntgendiffrakciós módszerek reneszánszának tekinthetjük ezeket a topográfiai vagy diffrakciós mikroszkópiai eljárásokat, amelyek részleteinek és alkalmazási területeinek ismertetését e tanulmány célkitűzéséül választottuk.

II. A szerkezetérzékeny tulajdonságok hatása a félvezető gyártmányokra

A félvezetők számos tulajdonsága szerkezetérzékeny. Az e célra használatos kristályokban található, rendszerint szubmikroszkópos hibák befolyásolják mind a villamos jellemzőket, mind a metallurgiai, mechanikai sajátosságokat. A legutolsó évtized technikai gyakorlataiban egyre nagyobb tért hódított a szilícium, a germánium, valamint a galliumarzenid. Ezek egykristályai nagy tökéletességű rácsszerkezettel valósulnak meg, amely már közel jár az ideálisan hibátlan struktúrához; nagyméretű egykristályt azonban ilyen minőségben nem könnyű előállítani. Erősáramú egyenirányító vagy híradástechnikai félvezető-alkatrészek céljára a kristály csak az esetben rendelkezik a megkívánt tulajdonságokkal, ha abba meghatározott mérvű és eloszlású idegen atom-mennyiséget építenek be. A kristályokban ezáltal definiált minőségű és sűrűségű rácshibák képződnek. Ezenkívül a gyártás

közben velük együtt keletkező, egyébként nem kívánatos rácshibák határozzák meg a félvezetők paramétereit üzem közben [112]. Így a félvezető szerkezeti elemek technológiájának problémáit lényegében a valódi kristályok hibastruktúrájának tulajdonságváltozásaira lehet visszavezetni [135].

A rácshibákat SEEGER [127] nyomán szokás osztályozni. E nomenklátúra szerint megkülönböztetünk kétdimenziós (szemcse-, iker- és kisszögű-határok, valamint rétegeződési hibák), egydimenziós (diszlokációs vonalak) és nulla-dimenziós hibastruktúrákat (vakanciák, intersticiálisok). Ezek a hibák megbontják az atomok rácsszerkezetének térbeli rendjét, eltolódhatnak a szemcsehatárok, és oly nagy mértékű torzulás keletkezhet, amely végül is repedésre, felhasadásra vezet.

Leggyakoribbak a diszlokációk. Ezek olyanfajta rácshibák, amelyek az egyensúlyi helyzetükből valamilyen kényszer folytán kimozdított atomok lineárisan felsorakozó együtteséből állanak, és a tökéletes kristálykörnyezettől eltérő, valamilyen rendhagyó (él-, hurok- vagy csavar-jellegű) alakzatot vesznek fel. A diszlokációk közvetlen közelében megváltoznak az atomsíksorok egymástól való távolságai, és a feszültségmezők hatására a síkok ki is görbülhetnek.

A félvezető anyagok strukturális tökéletessége, homogenitása és egykristályos volta elsősorban a kristálynövesztési eljárás fejlettségén múlik [59], mert az alapanyag közvetlenül hat az előállított villamos szerkezeti elemek minőségére. Általában már a kristály-húzás folyamata során keletkeznek vonalas és pontszerű rácshibák, amelyek közül azonban a diszlokációkat tisztán és gondosan beállított experimentális körülmények között ma már minimális értékre lehet korlátozni.

A kristálynövesztőknek azonban a visszamaradó deformációs torzulások problémáival is meg kell küzdeniük. Jelenleg már jól ismert, hogy a CZOCHRALSKI szerint növesztett kristályok befagyott nyomófeszültséget tartalmaznak, amelyek a kristály körül mintegy héjat képeznek [106]. E visszamaradó torzulások forrása az, hogy a valóságban a tényleges növesztés alatt érvényesül egy preferált deformációs hajlam [58]. Ez a deformáció ugyan csökkenthető, de teljesen kiküszöbölni sohasem lehet.

A félvezető egykristályokba torzulásokat visznek be a szubsztitúciósan beépülő atomok is [7]. Ha összehasonlítjuk a Si-atom méretét egyéb ötvöző elemekével (mint pl. a B, P, Al, Ge és Sb), akkor a mátrix-anyag atomi méretéhez viszonyítva a szándékolt szennyező (dópoló) elemek atomjai kisebbek vagy nagyobbak lehetnek. Ennek megfelelően az alaprácsba történő behelyettesülés rácskontrakcióra vagy expanzióra vezet, az ötvöző koncentrációjában történő helyi változások is mikrotorzulásokat idéznek elő [122].

További nehézség a félvezető eszközök előállítása során lép fel. A modern tranzisztor-technológia olyan nagy kristályszeleteket igényel, amilyen csak lehetséges (85 mm átmérő és 150 μ vastagság körül) [123]. Az eszköz-előállítás

legalább 30 különböző műveletet foglal magában. A gyakorlat azt mutatja, hogy minden egyes technológiai lépés torzulásokat vihet be, elsősorban a fűrészelés, csiszolás és polírozás [114]. Ezek hatására deformált zónák, mozaik-szerű polikristályos réteg keletkezik, feszültség-terek helyi csúcspokkal, amelyekből esetenként mikrorepedések indulhatnak ki.

A torzult, „meggyötört” réteg eltávolítandó. De a felesleges anyagvesztések elkerülésére csakis a feltétlenül szükséges mértékben szabad a szeletkét vékonyítani. A megmunkálás folyamán előidézett feszültségek főleg az ép és roncsolt kristálytérfogot határfelületének környezetében érik el csúcserőértéküket. Döntő fontosságú az eltávolítandó anyagvastagság optimális mértékének meghatározása [3]. Meggondolandó, hogy a rugalmas deformációt meg nem haladó igénybevételi helyeken a lemaratás után helyreállhat az eredeti, rendezett rácsszerkezeti állapot.

További elkerülhetetlen szükségszerűség: a kristályból vett mintákat a vizsgálathoz be kell fogni [93]. Még ha a kristály teljesen tökéletes lenne is, akkor sincs biztos mód arra, hogy a szeletke befogása valamiféle torzulás „becsempészése” nélkül megtörténhet. Ezért a korszerű tranzisztorteknológiához alkalmazott ellenőrző eljárás olyan technikát kíván meg, amely képes nagy területű kristályok topográfiai regisztrálására, még abban az esetben is, ha a kristály kissé görbült, vagy ha megvetemedett [124].

A mikrominiaturizálás elterjedésével a planar-junctionokat alkalmazó félvezető-technológia újabb problémákat vetett fel. A planar-junctionok olyan nagyfelszínű átmenetek, amelyeket csekély mélységbe hatoló diffúziós folyamatokkal állítanak elő. A félvezető anyagok tömegében található strukturális hibák és oldott inhomogenitások lényeges szerepet játszanak a planar-junctionok hatékonysága, továbbá az eszközök előállítására és megbízhatóságára tekintetében. Ez különösen az integrált áramkörök esetében fontos [118], minthogy azok megnövekedett területe összehasonlítva az egyedi eszközzel, nyilvánvalóan a strukturális hibák és inhomogenitások megnövekedésével jár együtt. Az eszközök előállítási módja összefügg megbízhatóságának fokával is. A gyártási folyamat egy bizonyos fázisában keletkező hiba az előállítási technológia következő művelete során újabb hiba kiindulási oka lehet. Például, az a tartomány, ahol szennyező atomok szegregálhatnak, nagy rácstorzulású, ill. nagy diszlokációsűrűségű zóna lesz [74]. A szegregációk a gyártás közben keletkeznek, az eszköz valószínűleg nem lesz megfelelő a szivárgási áram megengedett mértéke vagy a rákapcsolható feszültség szempontjából. De még akkor is, ha az eszköz eredetileg megfelel az előírásoknak, van valószínűsége annak, hogy túl hosszú időtartamú hőigénybevétel vagy villamos feszültség hatására a szennyezők vándorolni fognak és precipitáció következik be [47], amely ugyancsak az eszköz meghibásodására vezet.

Jól ismert tény, hogy a fémes szennyezők jelenléte a félvezető tömegében nagymértékű junction-szivárgási áramot okoz. Ezeket a szennyezőket

getter-anyaggal elnyelve, gyakran egy nagyságrenddel csökkenthető a szivárgási áram [48]. Hozzáteesszük, hogy fémprecipitátumok olyan nagy villamos terű zónákat hozhatnak létre, amelyekből letörés indulhat ki. A tranzisztorokban előforduló „szekunder letörés” jelensége világosan mutatja bizonyos hibák jelenlétét az anyagban [115]. Amikor ez előfordul, általában az az elfogadott feltevés, hogy a kristályban egy vagy több helyi melegpont keletkezett és ezeken a pontokon keresztül olyan koncentrációjú áram halad át, amelynek az a következménye, hogy a félvezető helyileg megolvad és az eszköz emiatt teljesen tönkremegy.

Ismeretes, hogy a szilíciumban karbon, bór vagy oxigén beépülése következtében ponthibák halmozódnak fel; ezek olyan viszonylag szűk zónákra koncentrált inhomogenitásokat idéznek elő a rácásban, amelyek erőteljes zavarhelyeknek tekinthetők [135]. Hatásukra a félvezető elemek üzeme során váratlan károsodásra lehet számítani. Más esetben, a gondosan lefolytatott diffúziós eljárás éppen a tranzisztor minőségét javítja. Újabb tanulmányok kimutatták, hogy a rács hibák minősége, mennyisége és eloszlása mennyire befolyásolja a félvezető szerkezetek élettartamát [122], átütési feszültségét [115], diffúziós tulajdonságait [63, 68, 125] és záróáram-karakterisztikáját [47]. A diszlokációs vonalak mentén felgyűlhetnek szegregációs szennyeződések is, szivárgási túláramok léphetnek fel ezekben a zónákban, megváltozhat a félvezető típusa is (konverzió). Már régebben megfigyelték [31] a $p-n$ átmenetek kialakulását ilyen belső rács hibák körül. A növesztés hibái döntőek lehetnek a rávitt epitaxiális réteg minőségének szempontjából is [126], mert egyrészt a szubsztrátum tökéletességének fokától, másrészt a lecsapatási eljárástól függ, mennyire lesz egykristályos, továbbá összetételében homogén és folytonos a réteg [98].

A félvezetők struktúra-érzékeny tulajdonságainak fenti ismertetésével a kérdéskomplexumot nem a teljesség igényével tárgyaltuk. De már az eddigiekből is megállapítható: az anyag pontról pontra változó tulajdonságai partikuláris helyeken a feszültség letörését vagy az áram túlságos koncentrációját okozhatják. Ezek a krisztallográfiai tökéletlenségek az eszköz meghibásodásának potenciális forrásai. A probléma tehát az, hogy az eszköz-gyártás folyamán a szerkezeti imperfekciók és szennyezések hatását fel kell ismerni. Hogy ezt a problémát megoldhassuk, szükséges, hogy legyen olyan technikánk, amely képes a hibák okozta szerkezeti defektusok és szennyező szegregációk jelenlétének kimutatására.

III. A röntgendiffrakciós módszerek áttekintése

A röntgendiffrakció, ezen belül pedig főleg a topográfiai módszer éppen ilyen technika [137]. Azon a jelenségen alapul, hogy az egyébként tökéletes kristályban levő hibás térfogatrész nagyobb intenzitással hajlítja el a sugara-

kat, mint a környezete. A kristályrácsban levő zavarhelyek ezért fényérzékeny lemezen vagy számlálócsöves regisztrálással megkülönböztethetők; a hibás pontok, rácestartományok láthatóvá válnak. Minthogy a röntgendiffrakciós módszerek roncsolásmentesek, ezért akár minden egyes gyártási fázis után meg lehet valósítani a kristályszeletkéek felülvizsgálatát, a röntgen-minőség-ellenőrzést.

Tekintsük át először vázlatosan, hogy a félvezetőeszköz-előállítás területén mire használhatók általában a röntgendiffrakciós eljárások, majd rátérünk ezek, különlegesen a röntgentopográfiai módszerek előnyeinek és korlátainak részletesebb tárgyalására.

Milyen információkat nyújt a tranzisztor-technológusok számára a röntgendiffrakció [118]?

a) Identifikálja a vizsgálandó szilárd test összetevő fázisait és szennyezőit;

b) tájékoztat

a kristályszerkezet alaptulajdonságairól (monokristály vagy sokkristályos-e az anyag),

egykristály esetén a rácsrendszeréről és annak orientációs geometriájáról, polikristályos halmaz esetén a testet felépítő részecskék (koherens rácestartományok) nagyságáról, alakjáról és eloszlásáról;

c) érzékeli a krisztallográfiai hibákat (diszlokációkat, részecskehatár-és szubhatár-zónákat, réteghibákat stb.);

d) mutatja a kristályos anyagokban előforduló feszültségtereket, pontosabban az általuk okozott rácestorzulások nagyságát és irányát.

Az *a)* információt mindenkor a hagyományos, Debye—Scherrer-elv szerint dolgozó diffraktométeres eljárással nyerik [134]. A *b)* alatt felsorolt harmadik, továbbá a *c)* és *d)* problémák megoldására csak polikristályos minták esetén nyújt a Debye—Scherrer-módszer lehetőséget, kombinálva a megfelelő vonalprofil-analitikai eljárással [131]. A *b)* alatt felsorolt első és második vizsgálatfajtához a klasszikus, elsősorban hátsóreflexiós elrendezésben dolgozó Laue-felvételek által juthatunk [39].

A *c)* és *d)* információk megszerzésére egykristályokkal kapcsolatban a következő röntgendiffrakciós módszerek állnak rendelkezésre:

A) Minősítés a diffraktált vonalak félérték-szélessége (ún. rocking-curve-felvételek) alapján [26, 27, 73];

integrált reflexióképesség összehasonlítása diffraktált görbék alatti területek meghatározásával [5, 145].

E műveleteket két-kristályos [74] vagy hagyományos diffraktométerrel lehet végrehajtani, ellentétben a *B)* alatt következő topográfiai eljárásokkal, amelyekhez külön kamera-konstrukciók szükségesek [12, 34, 124, 142, 143, 144].

B) A hibák „feltérképezésére” alkalmas ún. röntgentopográfiai módszerek különböző változatai egy-egy különleges effektust használnak fel a kristály-minta pontról pontra való leképezéséhez. Nevezetesen eljárás normál abszorpciós kontraszt alapján (mikroradiográfia) [90]; módszer az extinkciós effektus hasznosítására [78, 80]; anomális abszorpció jelenségének alkalmazása kollimált röntgennyalábal [8, 24];

anomális transzmisszió divergens röntgennyaláb felhasználásával [138]; orientációkülönbségek, dőlt szubhatárok detektálása az ideális reflexiós helyzettől való eltérés alapján [18].

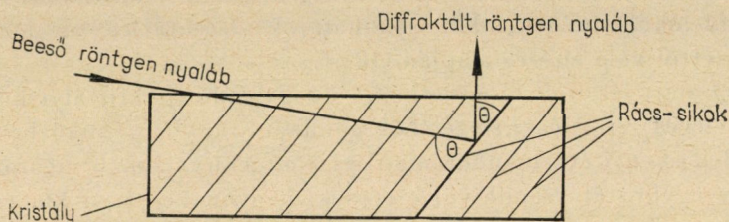
Az *A)* alatt felsorolt első esetben a vizsgálandó egykristályt kissé elforgatjuk, névleges reflexiós helyzetéből mindkét irányban, miközben szalagvékonyra lekeskenyített monokromatikus röntgennyalábal sugározzuk be. A tökéletes egykristály rendkívül meredek, nagyon keskeny, kb. egy ezred foknyi széles diffrakciós vonalat produkál. Ha a szélessége növekszik, vagy egynél több csúcsa van a görbének, ez arra utal, hogy az egykristályon belül rácshibák, elorientált blokkok fordulnak elő. A félvezető kristályszeletek megmunkálása által mechanikai torzulást szenvedett felszíni rétege kerül ilyen állapotba. A roncsolt felszín ún. mozaik-struktúrájának közvetlen és leg-egyszerűbb röntgen-evidenciája a „rocking-curve” kiszélesedése, ill. a görbe felhasadása. Alkalmazásának részleteiről a vonatkozó szakirodalom megfelelő tájékoztatást ad [28]. Itt arra kell rámutatnunk, hogy a *B)* alatt felsorolt topográfiai eljárások mindegyikéhez szükséges a „rocking-curve” előzetes felvétele, amely a beállítás kifogástalanságát hivatott biztosítani, a *B)* alatt felsorolt első eljárás kivételével.

Az *A)* alatt felsorolt második módszer lényegében a topográfiai eljárásoknál alkalmazásra kerülő integrált intenzitás-arányok, ill. kontrasztosság problematikájával analóg elvi megoldásra épül. Eltérést ezektől csak a diffraktométeres regisztrálás jelent. A kérdés részleteire a VI. fejezet ad választ.

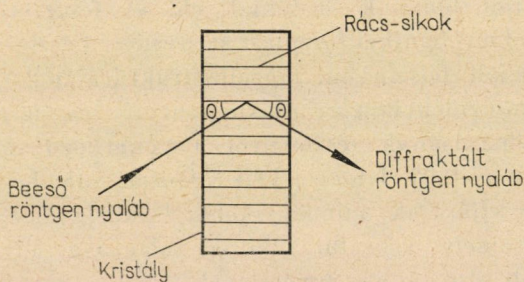
A kristályrácsok topográfiai bevizsgálása a *B)* alatt felsorolt effektusok valamelyikét hasznosító eljárással történik. A *B)* alatt elsőnek felsorolt mikroradiográfia kivételével, amely évtizedek óta ismert, hagyományos eljárásnak tekinthető, és amely a minta egyes fázisait egymástól eltérő röntgenabszorpciós viselkedésük révén az átbocsátott sugárnyaláb helyi intenzitás-ingadozásaival teszi észlelhetővé, a többi effektust hasznosító módszerek a rácshibák láthatóvá tételét célozzák. Mindegyik módszernél azok a tulajdonságváltozások játszanak szerepet, amelyek folytán a rácshibák környezetében a torzult mező kialakul [95]. Megjegyzendő, hogy ezek a röntgentopográfiai eljárások csak az esetben bizonyulnak hatékony eszköznek az egyedi rácshibák (legtöbbször diszlokációk) kimutatására, valamint eloszlásuk feltérképezésére, ha sűrűségük 10^6 vonal/cm² nagyságrendnél nem nagyobb [109]. Ez a határ-

érték szorosan összefügg a topográfiai felvételek felbontóképességének korlátaival, amelynek részleteire a VII. fejezet 4. pontjában visszatérünk.

Tájékoztatóként megemlítjük, hogy a félvezető iparban szokásos minőségű Si és Ge egykristályokban előforduló diszlokációsűrűség $10^2 \div 10^6 \text{ cm}^{-2}$, amivel szemben a kilagyított állapotú közönségesebb fémek $10^6 \div 10^8 \text{ cm}^{-2}$ vonalsűrűséget tartalmaznak. Megmunkált, deformált állapotban ez az érték több nagyságrenddel megnőhet [132].



1. ábra



2. ábra

A röntgentopográfiai eljárások metodikai elrendezés szempontjából két főcsoportra oszthatók:

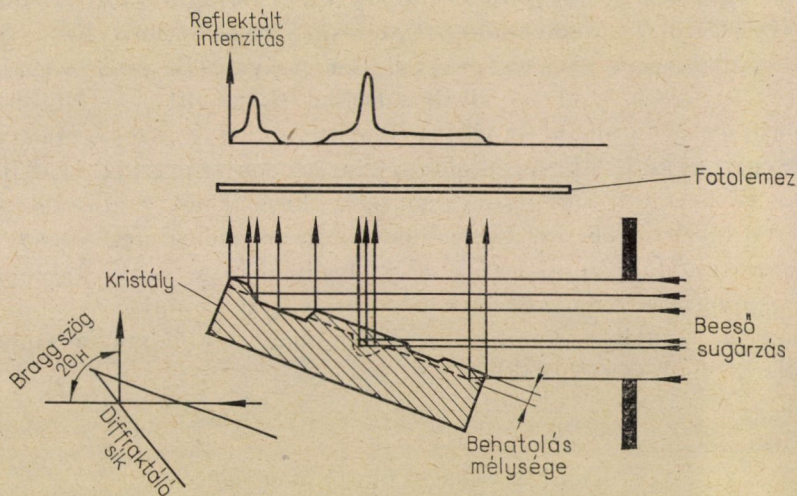
A kristály felszíni rétegéből való visszaverődés *reflexiós elrendezésben* megy végbe (ún. Bragg-eset);

a lemezke alakú kristályok átvilágítása *transzmissziós elrendezésben* történik (ún. Laue-eset).

A *B*) alatt felsorolt első, harmadik és negyedik effektuson alapuló vizsgálatok csakis transzmissziós elrendezésben hajthatók végre, míg a *B*) alatt felsorolt második és ötödik típusú röntgentopográfiai felvételek készülhetnek mind reflexiós, mind pedig transzmissziós elrendezésben. Mindkét esetben a kristályrács alkalmasan indikáló atomsíksorait ideális reflexiós helyzetbe kell hozni és az elhajlított sugárnyaláb filmen vagy fényérzékeny lemezen kerül regisztrálásra. Reflexiós elrendezés esetében (1. ábra) a szekunder sugár ugyanazon az oldalon hagyja el a kristályt, ahol a primer nyaláb belépett. Átvilágítás esetén (2. ábra) a diffraktáló atomsíkok közelítően merőlegesek a kristály felszínére, a szekunder nyaláb a kristály hátsó oldalán lép ki.

IV. A röntgentopográfiai módszerek fejlődése

Az egykristályokban előforduló helyi rács hibák tanulmányozásának technikai koncepciója BERG [13] nevéhez fűződik, aki a röntgendiffrakciós kontrasztok információ tartalmára már a harmincas évek elején rámutatott. Elgondolásait azóta számosan felhasználták és továbbfejlesztették. Ezek közül az első döntő lépést BARRETT [9] tette, aki mikrofokuszú röntgenső alkalmazásával sikeresen növelte meg a reflektált kép feloldóképességét és ezzel



3. ábra

megteremtette az újfajta „mikroszkópia” alapjait. Ennél az extinkciós effektuson alapuló módszernél a karakterisztikus sugárnyaláb pontszerű vagy vonal alakú fókuszból érkezik a kristály felületére és annak azon a síksorán hajlik el, amely a kristályfelszínnel kis szöget zár be. A diffraktált sugárnyaláb fotolemezre esik, amelynek intenzitás-eloszlását a kristályfelület mentén regisztrálják (3. ábra). Ez a módszer alkalmas a mozaik-blokkok nagyságának és dezorientációjának tanulmányozására.

Lehetséges továbbá a kristály nagyobb deformációinak követése, amelyek a felszínen mutatkoznak mint csúszási zónák, ill. a felület megmunkálása közben keletkező karcok. A Berg—Barrett-technika ebben a formában eléggé érzékeny ahhoz, hogy a kristályrács dezorientációját a fél ívperc nagyságrendjében érzékelje; néhány 10μ nagyságrendű felbontóképessége miatt azonban egyedi diszlokációk vizsgálatára kielégítően nem alkalmazható [109].

A finomított Berg—Barrett-metodikát NEWKIRK [104], továbbá BONSE és KAPPLER [20] alkalmazták először diszlokációk tanulmányozására. NEWKIRK [105] megfelelő felbontóképességet azzal ért el, hogy a próbát a fókuszponttól

eltávolította és a filmet olyan közel vitte a próbához, amennyire az csak lehetséges. A felbontóképesség így a néhány μ nagyságrendbe került [20, 132]. BONSE [18] úgy ért el jó felbontóképességet, hogy a vizsgált kristályt akképpen helyezte el, mintha kettős kristályspektrométer lenne párhuzamos elrendezésben. A módszer nagyon érzékeny kis rácsfordulásokra, ezért feszültségmezők és egyedi diszlokációk tanulmányozására is alkalmas.

Az eddig ismertetett módszerek reflexiós elrendezésben működnek, azaz csak a kristályfelszín képezik le, ill. egy nagyon vékony, közvetlenül alatta fekvő réteget. Nagyobb kristályok egész térfogatára kiterjedő topográfiai vizsgálatot transzmissziós elrendezésben végezhetünk. Ez egyrészt az anomális abszorpció jelenségének felhasználásával (BORRMANN [22]), másrészt az extinkciós effektus alkalmazásával (LANG [81]) került első ízben megvalósításra. Az előbbi módszert BORRMANN, HARTWIG és IRMLER [24], majd SCHWUTTKÉ [120], az utóbbit szintén SCHWUTTKÉ [124] fejlesztette tovább. E kétfajta topográfiai módszert kiemelkedő fontosságukra való tekintettel részletesebben is tárgyaljuk. Említésre méltó még AULEYTNER [6] és RENNINGER [113] munkássága, akik legújabbban a kétkristály-diffrakto méteres topográfia terén végeztek jelentős fejlesztő munkát.

Ezt a technikát kombinálta legújabbban anomális transzmisszióval WEISSMANN és KALMAN [138].

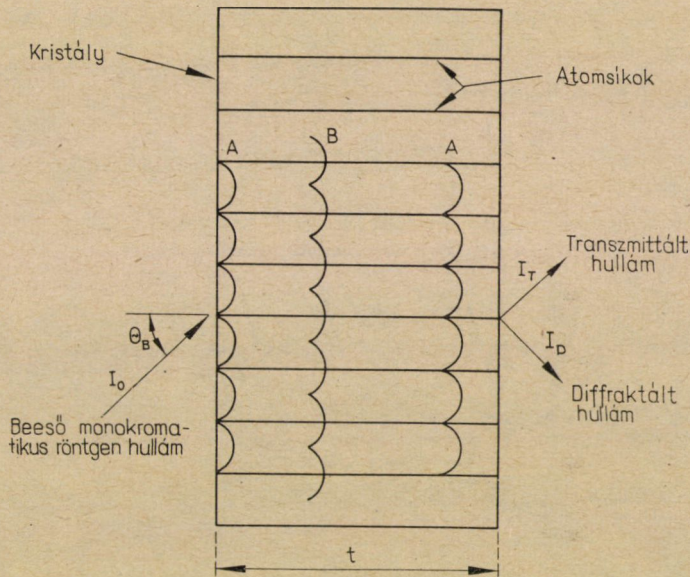
V. Kontrasztosságot okozó alapjelenségek

A röntgensugarak reflexióképessége nagymértékben a kristályrács atomsíkjainak minőségétől függ. A hibátlan atomsíkok más intenzitással verik vissza a röntgensugarakat, mint a rácshibás síkok. A megzavart és a hibátlan rács közt várható kontraszt-különbségek kialakulását tekintve a III. fejezet B) alatt felsorolt effektusok érvényesülnek döntően, amelyek mind a megzavart rácsrendszerben, mind pedig az ideálisan tökéletes kristályban erőteljesen kifejezésre jutnak. A topográfia szempontjából a legfontosabbak a következők.

1. A röntgensugarak anomális abszorpciója

A röntgensugarak anomális abszorpciója közelítően hibamentes kristályokban jön létre. Úgy jelentkezik, mint felerősödött transzmissziós sugárzás, ha a kristály Laue-elrendezési helyzetbe kerül. Az effektust BORRMANN [23] fedezte fel, majd ezt követően LAUE [89] értelmezte a kristályon belüli elektromágneses tér csomópontjainak, ill. atomhelyzeteinek egybeesése következtében, a létrejövő normál fotoelektromos abszorpciócsökkenés révén. Az effektust legjobban a hullámmező-moddellel lehet illusztrálni (4. ábra). E modell

szerint, ha a diffrakciós helyzetben levő tökéletes kristálydarabba monokromatikus röntgen-síkhullámvonulat lép be, két állóhullám-alakzat képződik. Az energiafolyam leginkább az atomsíkok mentén halad és az állóhullámok merőlegesen ennek irányára. Egyszerű rács esetére az állóhullámok egyikének (A) csomópontjai olyan síkon helyezkednek el, amely egybeesik valamely $[hkl]$ rács-síksor helyzetével; a másik (N) álló hullám csomópontjai ezek között középen vannak. Ha az atomokról feltételezzük, hogy pontszerű elnyelők és a kristály eléggé vastag, akkor az N hullám hamarosan teljesen abszor-

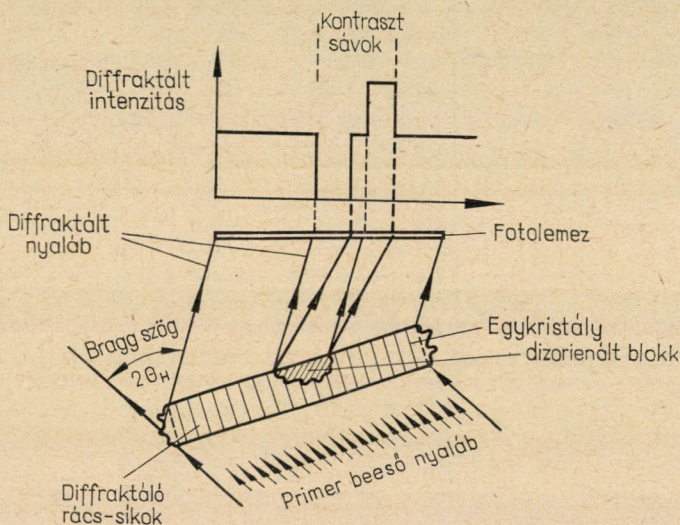


4. ábra

bealódik az atomokkal való erős egymásra hatás következtében; az A hullám lényegében teljes intenzitással áthalad a kristályon, függetlenül annak vastagságától. Elhagyva a kristályt, az A hullám felbomlik két egymással egyenlő nyalábra, éspedig a transzmittált R_0 és a diffraktált R nyalábra. Adott valódi atomok és ismert struktúrafaktorok esetében az A hullámnak véges abszorpció együtthatója van. Gyengülésének mértéke függ a röntgensugár polarizációjától is. A kristályt elhagyó röntgennyalábok ezért nagymértékben monokromatikusak, párhuzamosak, erősen polarizáltak és meglepően nagy intenzitásuk van. Ez az intenzitás azonban kritikus mértékben függ a kristály rendezettségének fokától. Az atomsíkok periodicitásában előforduló hibák erősen csökkentik az A hullám intenzitását. Valójában azt találták, hogy az imperfekciók az A hullámmezőben árnyékot vetnek éppúgy, mint a fénysugár útjában található akadályok. Ezért ezt a jelenséget fel lehet használni közelítően perfekt és erősen abszorbeáló kristályokban (pl. germániumban) levő rács hibák megfigyelésére.

2. A röntgensugarak primer extinkciója

Az atom elektronhéján szóródó röntgensugárzás a primer sugárnyalábhoz képest $\pi/2$ fáziseltolódást szenved. Ebből következik, hogy a kétszer reflektált sugár a primer nyalábtól π fázisban különbözik; következésképpen a kétszer reflektált és a primer nyaláb között egzakt a fáziskülönbség. A primer nyaláb a kristályon való keresztülhaladása közben a kétszer reflektált nyalábbal destruktív interferenciát hoz létre és ennek révén gyengül. Ugyanez



5. ábra

fordul elő minden olyan két-két sugár esetében, amelyek n -, ill. $(n-2)$ -szeresen reflektálódnak. Ha a kristály tökéletes, meghatározott fázisviszony alakul ki a primer, a kétszer reflektált és a sokszorosan reflektált sugarak között. Ennek a folyamatnak az eredménye az a dinamikus egyensúly, amely kioltja vagy legalábbis gyengíti a primer nyalábot a kristály belsejében megtett út mentén [77]. Ez a primer extinkció jelensége.

A rácshibák a reflektáló síkok periodicitásában koherencia-zavart idéznek elő. A torzulások és hajlások (kigörbülések), amelyek rácshibáknak tekinthetők, csökkentik a röntgensugarak primer extinkcióját. Ezért valamely imperfekciót tartalmazó kristály adott kicsiny térfogatának diffraktált röntgenszóróképesége lényegesen meghaladja a perfekt kristály hasonló térfogatáét [123].

Mindkét tárgyalt effektus hasznosítható a rácshibák láthatóvá tételére. Transzmissziós esetben egy dezorientált blokk okozta kontraszt-sáv képző-

désének sematikus vázlatát az 5. ábra szemlélteti. A kontraszt-kialakulás lehetőségeinek korlátait a következőkben elméleti megfontolások alapján egymással szembeállítva tárgyaljuk.

VI. A diffraktált röntgensugárzás integrált intenzitása

A legtöbb röntgeneljárás divergens primer sugárnyalábbal dolgozik. Ezeknél a nyaláb divergenciáját úgy állítják be, hogy a kristály atomsíkjai a Bragg-reflexiók helyzetben visszaverődő hullám olyannyira monokromatikus legyen, hogy a λ_{21} komponens mellett már biztosan ne tartalmazza a λ_{22} -t. Ezért annak a kontrasztnak a becslése végett, amelyet az ideális kristályon belül megzavart kristálytartomány okoz, érdemes az integrált intenzitásokat figyelembe venni. Határesetként felvesszük, hogy egy diszlokációs vonal közelében fekvő kristálytartomány oly mértékben válik megzavarttá, mintha valójában ideális mozaikkristály lenne, vagyis a primer és reflektált sugárzás közt fellépő mindenfajta kölcsönhatást elhanyagolhatónak tekintjük; sem extinkció, sem anomális abszorpció nem keletkezik. Ehhez a kvalitatív becsléshez két integrált intenzitás ρ arányát adjuk meg, nevezetesen az ideális mozaikkristályét (R') az ideálisan perfekt kristályéra (R_i) vonatkoztatva. A valóságos kísérletek során ezt az arányt biztos kvantitatív módon nem lehet meghatározni, de a számítás mégis jól tájékoztat a hullámhossz, a struktúra-amplitúdó, a kristályvastagság és más tényezők hatásáról.

Tárgyalásunk folyamán a Laue-esettel kapcsolatban ZACHARIASEN [146] klasszikus művében található szimbolikát alkalmazzuk, míg a Bragg-esetre HIRSCH és RAMACHANDRAN [56] meg gondolásait vesszük át, ill. fejlesztjük tovább. (E tanulmányban használt szimbólumok összesítő táblázatát a Függelékben lehet megtalálni.)

Egy bizonyos $H = (hkl)$ reflexióra az R_H integrált intenzitást a következő egyenlet definiálja:

$$R_H = \int_{\Theta_H - \Delta\Theta}^{\Theta_H + \Delta\Theta} \frac{P_H(\Theta)}{P_0} d\Theta, \quad (1)$$

ahol a monokromatikus primer nyaláb energiafluxusa:

$$P_0 = \iint_{S_0} I_0 dS, \quad (2)$$

a reflektált szekunder nyaláb energiafluxusa:

$$P_H = \iint_{S_H} I_H dS. \quad (3)$$

Az ideális mozaikkristály intenzitásának kiszámítását a kinematikai elmélet alapján lehet elvégezni. Eszerint diffrakciós kontraszt ott keletkezik, ahol a helyi ráctorzulás elég nagy $\Delta\theta_H$ szögváltozást okoz ahhoz, hogy a kristályon elhajló sugárnyaláb intenzitása ne csak a transzmisszió miatt normálisan bekövetkező abszorpció révén szenvedjen gyengülést. Ettől még ugyanis egyenletes maradhatna a nyaláb intenzitása. Egy bizonyos helyen az intenzitás azért csökken, mert a nyaláb iránya lokálisan kissé eltér, és pedig $\Delta\theta_H$ értékkel az ideális reflexiók helyzettől, amelyet szükséges és elégséges feltételként a Bragg-törvény ír le a következők szerint:

$$n \cdot \lambda = 2d_H \cdot \sin \theta_H. \quad (4)$$

Tapasztalható, hogy a diffraktált sugár intenzitása rendkívül érzékeny a legcsekélyebb reflexiók szögváltozásra is. A teljes eltolódást a

$$\Delta\theta_H = \delta\theta_H + \tan \theta_H \frac{\delta d}{d_H} \quad (5)$$

összefüggés írja le. Az (5) kifejezés jobb oldalának első tagja a diffraktáló atomsíkok helyi újraorientálódásának (elfordulásának), a második tag a síkok egymás közti távolságában mutatkozó helyi változásoknak a járuléka a Bragg-szög eltolódásához.

Az (5) összefüggés elemzése során kialakul az intenzitások változására, a kontrasztképződésre vonatkozó helyzetkép, amelyből látható módon a reflektált intenzitást befolyásoló $\Delta\theta_H$ szögeltolódást a rácshibák által torzított mező okozza, egyrészt a torzulás folytán bekövetkező $\delta\theta_H$ orientáció-módosulás, másrészt a rácspériodicitás δd változása miatt.

Az ideálisan tökéletes kristályról feltesszük, hogy a rácsszerkezete teljesen hibamentes. Ennek következményeként a primer és a reflektált hullá-

I.

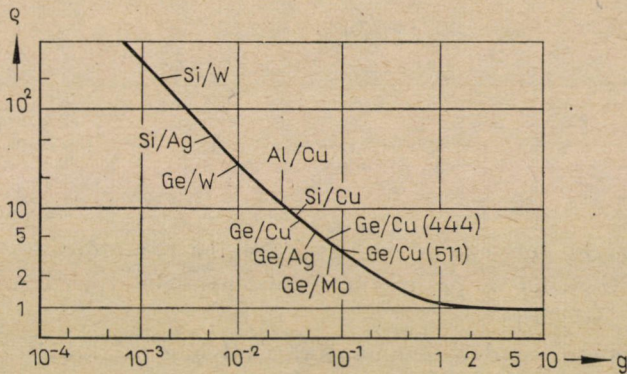
Elem	V [cm ³]	K_{α}	λ [Å]	μ_0 [cm ⁻¹]	$\frac{\sin \theta}{\lambda}$ [Å ⁻¹]	F
Si	$160,1 \cdot 10^{-24}$	Ag	0,561	8,1	0,25	70,4
		Mo	0,714	15,75		
		Cu	1,544	141,7		
		Cr	2,294	451,2		
Ge	$178,5 \cdot 10^{-24}$	Ag	0,561	181	0,25	182
		Mo	0,714	342,4		
		Cu	1,544	374,8		
		Cr	2,294	1058		

mok között igen erős kölcsönhatás lép fel. A monokromatikus sugárzás egy atomsíksoron történő reflexiójának esetére a probléma a röntgeninterferenciák Darwin-féle dinamikus felfogása szerint értelmezhető [41], amelyre vonatkozólag JAMES [64] és LAUE [89] klasszikus elméleti fejtegetéseire utalunk.

1. Bragg-eset

Az integrált intenzitások aránya egy félempirikus formula szerint írható le adott esetben. Nevezetesen:

$$\rho = 1 + 0,294 \cdot \frac{e^{-g}}{g}, \quad (6)$$



6. ábra

ahol a $\rho(g)$ összefüggést a 6. ábra szemlélteti. A g változó a következők szerint adott (számszerű adatai az I. táblázatban):

$$g = \frac{t_{\text{ext}}}{4t_{\text{abs}}}. \quad (7)$$

táblázat

t_{ext} [cm]	t_{abs} [cm]	g	$\frac{A}{t_0}$ [cm ⁻¹]	κ_{220}	$\frac{\kappa A}{t_0}$ [cm ⁻¹]
$14,24 \cdot 10^{-4}$	$6,09 \cdot 10^{-2}$	$0,584 \cdot 10^{-2}$	703	$5,54 \cdot 10^{-3}$	3,9
$11,12 \cdot 10^{-4}$	$3,12 \cdot 10^{-2}$	$0,891 \cdot 10^{-2}$	901	$8,45 \cdot 10^{-3}$	7,6
$4,82 \cdot 10^{-4}$	$0,33 \cdot 10^{-2}$	$3,71 \cdot 10^{-2}$	2078	$35,1 \cdot 10^{-3}$	73
$2,88 \cdot 10^{-4}$	$0,09 \cdot 10^{-2}$	$7,88 \cdot 10^{-2}$	3480	$75,2 \cdot 10^{-3}$	262
$6,15 \cdot 10^{-4}$	$2,73 \cdot 10^{-3}$	$5,63 \cdot 10^{-2}$	1626	$53,4 \cdot 10^{-3}$	86,8
$4,79 \cdot 10^{-4}$	$1,44 \cdot 10^{-3}$	$8,33 \cdot 10^{-2}$	2086	$79,2 \cdot 10^{-3}$	165
$2,08 \cdot 10^{-4}$	$1,23 \cdot 10^{-3}$	$4,23 \cdot 10^{-2}$	4815	$40,2 \cdot 10^{-3}$	194
$1,24 \cdot 10^{-4}$	$0,39 \cdot 10^{-3}$	$8,10 \cdot 10^{-2}$	8070	$76,1 \cdot 10^{-3}$	614

A t_{ext} a sugárzás behatolási mélységének a mértékszám, ha az extinkciós effektus dominál adott mérési körülmények közt. Leglényegesebb itt a primer extinkció, vagyis az a jelenség, amely közben a kristályba behatoló primer röntgensugár intenzitása a kétszeresen reflektált és így π fáziseltolódást szenvedett hullámmal interferálva erőteljesen csökken. Behatolási mélysége ezért már akkor is korlátozott, ha az abszorpciós hatások egyébként elhanyagolhatóak lennének.

A t_{abs} a sugárzás behatolási mélységét közelítően adja meg akkor, ha az intenzitásgyengítést kizárólag abszorpciós effektusok váltják ki, ami pl. a statisztikusan rendezetlen, ideális mozaikkristály esete. Formulákban kifejezve:

$$t_{\text{ext}} = \frac{\cos \Theta_H}{K} \cdot \frac{m \cdot c^2}{e^2} \cdot \frac{V}{\lambda \cdot |F|} \quad (8)$$

és

$$t_{\text{abs}} = \frac{\cos \Theta_H}{2} \cdot \frac{1}{\mu_0}, \quad (9)$$

ahol K polarizációs tényező értéke egységnyi, ha \mathbf{E} merőleges a beesési síkra; és $K = |\cos 2\Theta_H|$, ha \mathbf{E} párhuzamos vele; nem polározott sugárzása pedig $K = 1/2[1 + |\cos 2\Theta_H|]$.

Statisztikusan rendezetlen mozaikkristályban t_{ext} korlátozást nem szenved; emiatt dominál a t_{abs} mint behatolási mélység. Hasonló a helyzet ideálisan perfekt kristály esetén, ha pl. a szerkezeti amplitúdótól függően $t_{\text{ext}} \gg t_{\text{abs}}$, vagyis ha $g \gg 1$. Ezekben az esetekben ρ értéke a (6) képlet szerint adódik.

Ha viszont $t_{\text{ext}} \ll t_{\text{abs}}$, azaz $g \ll 1$ ideális kristályban fordul elő, akkor a behatolási mélységet az extinkciós úthossz determinálja. Ez esetben a kontrasztra jellemző viszonyszám így fejezhető ki:

$$\rho \approx \frac{t_{\text{abs}}}{t_{\text{ext}}} = \frac{1}{4g}. \quad (10)$$

A reflexióra és hullámhosszra vonatkozó adatokat felvéve, g értéke különböző anyagokra kiszámítható, amelyek közül néhányat a 6. ábrán szemléltetünk. További értékek az I. táblázatból olvashatók ki. Megállapítható, hogy a kis atomsúlyú elemek keményebb röntgennyalábbal történő besugárzásakor a ρ megnő, ami azt jelenti, hogy Bragg-esetben egy mozaikkristály az ideálisan perfekt kristálynál mindig erősebben reflektál.

Megjegyzendő, hogy a (8) és (9) képletek olyan esetekre érvényesek, ahol a reflektáló atomsíkok vagy feltétlenül párhuzamosak a felszínnel (szimmetrikus Bragg-eset), vagy pedig pontosan merőlegesek a kristályfelületre (szim-

metrikus Laue-eset). A nem szimmetrikus esetekre történő felírás csak lényegtelen változást okoz. Emiatt a g nagyságának szögfüggését (eltérően az egzakt tárgyalásmódtól) nem vettük figyelembe.

2. Laue-eset

A két integrált intenzitás ρ arányának kvalitatív kiszámítására elegendőnek véljük, ha itt is csak a szimmetrikus változatot tárgyaljuk. A sugárnyaláb keresztmetszete mentén feltételezve az egyenletes intenzitás-eloszlást, az integrált intenzitás elvileg a következőképpen írható fel:

$$R_H \approx \int_{\Theta} \frac{I_H(\Theta)}{I_0} d\Theta. \quad (11)$$

Zachariasen [146] szerint ideálisan tökéletes kristályra

$$R_i = \left(\frac{K}{\pi \cdot \sin 2\Theta_H} \cdot \frac{e^2}{m \cdot c^2} \cdot \frac{|F| \cdot \lambda^2}{V} \cdot e^{-\frac{\mu_0 \cdot t_0}{\cos \Theta_H}} \right) \cdot \int_{-\infty}^{+\infty} \left[\frac{\sin^2 A \cdot \sqrt{1+y^2}}{1+y^2} + \frac{\sinh^2 \left(\frac{\kappa \cdot A}{\sqrt{1+y^2}} \right)}{1+y^2} \right] dy, \quad (12)$$

ahol az integrál-kifejezésben szereplő y mennyiség szimmetrikus esetre

$$y = (\Theta_H - \Theta) \cdot \frac{\sin 2\Theta_H}{K} \cdot \frac{m \cdot c^2}{e^2} \cdot \frac{\pi \cdot V}{|F| \cdot \lambda^2}, \quad (13)$$

amelynek alapján y lényegében a Θ szögváltozóval arányos.

A (12)-ben még szereplő mennyiségek:

$$A = \frac{t_0}{t_{\text{ext}}} \quad (14)$$

és

$$\kappa = g \cdot K \cdot \frac{\mu_H}{\mu_0}. \quad (15)$$

A μ_H értéke csak kevésbé különbözik μ_0 -tól viszonylag nagy d_H atom-síktávolságok, ill. alacsony indexű reflexiók esetében. Ha azonban az atom-síkok „simasága” csökken, vagy miként a gyémántrács típusnál az {111} atomsíkok kettős síkossá alakulnak, ekkor a μ_H kisebb lesz. Hasonló módon csökken μ_H értéke magasabb indexű reflexiók alkalmazásakor. A μ_H/μ_0 arányt

kísérletileg kell meghatározni; germániumra Cu—K α sugárzás esetében néhány adatot a II. táblázat tartalmaz.

A (10), (14) és (15) egyenletek felhasználásával

$$\kappa \cdot A = \frac{t_0}{4t_{\text{abs}}} \cdot K \cdot \frac{\mu_H}{\mu_0} \quad (16)$$

II. táblázat

$H = (hkl)$	220	400	422	440	444	333
μ_H/μ_0	0,952	0,90	0,86	0,78	0,73	0,61
Mérést végezte	HUNTER [60]				BONSE [19]	

lényegében a kristályvastagságnak az abszorpciós úthosszra vonatkoztatott viszonyszámát fejezi ki. A $\kappa_1 A/t_0$ és $\kappa A/t_0$ értékekre, $H = (220)$ atomsík-sorra vonatkoztatva olyan numerikus adatokat találhatunk az I. táblázatban, amelyeket Si és Ge kristályokon különböző hullámhosszú monokromatikus röntgensugarak felhasználásával mértek.

A (12) egyenletben található integrál-kifejezést i_1 és i_2 rész-integrálokra bonthatjuk. ZACHARIASEN idézett munkája szerint

$$i_1 = \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{\sin^2 A \cdot \sqrt{1+y^2}}{1+y^2} dy = \int_0^{2A} J_0(x) dx, \quad (17)$$

ahol tehát $J_0(x)$, a nulladrendű Bessel-függvény szerepel megoldásként. $A \ll 1$ értékekre $i_1 \approx \pi \cdot A$, viszont A nagy értékeire az egyre csökkenő és előjelét alternáló amplitúdókkal az integrál $\pi/2$ eredményhez közelít.

A (12) egyenletben szereplő második részintegrál

$$\sin \varphi = \frac{1}{\sqrt{1+y^2}} \quad (18)$$

helyettesítéssel alakíthatjuk alkalmasan át a következők szerint:

$$i_2 = \int_0^{\pi/2} \cosh(2\kappa A \cdot \sin \varphi) d\varphi - \frac{\pi}{2}. \quad (19)$$

Ennek megoldása MEIER [97] nyomán

$$i_2 = \frac{\pi}{2} \cdot [I_0(2\kappa \cdot A) - 1]. \quad (20)$$

A (20) kifejezésben $I_0(2\kappa A)$ olyan módosított Bessel-függvényként adódik, amely ebben a nulladrendű esetben $J_0(2\kappa Ai)$ kifejezéssel egyértelmű; zérus argumentumhoz tartozó kezdő értéke 1, és ez monoton emelkedik, amíg a nagyobb argumentumok tartományában meg nem közelíti az

$$e^{\frac{2\kappa A}{\sqrt{2\pi(2\kappa A)}}}$$

értéket.

Ezzel a (12) szerint felírt ideális hibátlan kristály integrált intenzitása a következők szerint fejezhető ki:

$$R_i = \left[|F| \cdot \frac{e^2}{m \cdot c^2} \cdot \lambda^2 \cdot \frac{K}{2 \sin 2\Theta_H} \cdot e^{-\frac{\mu_0 t_0}{\cos \Theta_H}} \right] \cdot \left[\int_0^{2A} J_0(x) dx + I_0(2\kappa A) - 1 \right]. \quad (21)$$

A teljesen rendezetlen mozaikkristály integrált intenzitása ezzel szemben

$$R' = |F|^2 \cdot \left(\frac{e^2}{m \cdot c^2 \cdot V} \right)^2 \cdot \lambda^3 \cdot \frac{K^2}{\sin 2\Theta_H} \cdot e^{-\frac{\mu_0 t_0}{\cos \Theta_H}} \cdot \frac{t_0}{\cos \Theta_H}. \quad (22)$$

A két intenzitás-összefüggés egymásra vonatkoztatásából kiderül, hogy a kristály röntgensugárral való átvilágítása esetén ρ milyen mennyiségekkel arányos, vagyis hogyan alakulnak a kontraszt-viszonyok a különböző tényezők együttes hatására.

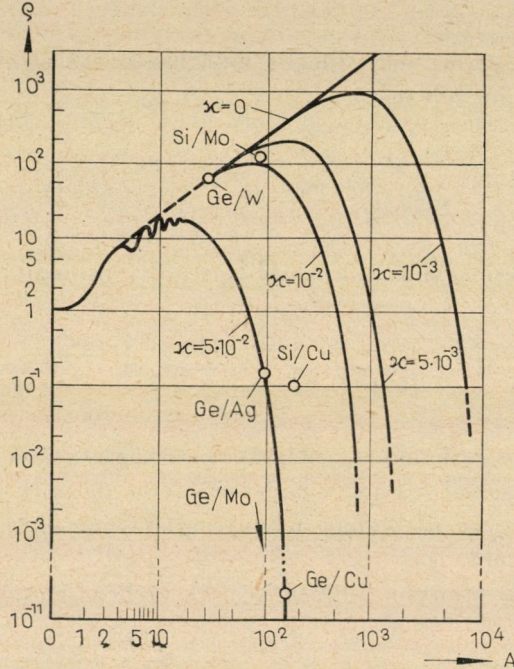
A (21) és (22) arányba állítása következtében írható, hogy

$$\rho = \frac{R'}{R_i} = \frac{|F| \cdot \frac{e^2}{m \cdot c^2 V} \cdot \lambda \cdot (1 + \cos 2\Theta_H) \cdot \frac{t_0}{\cos \Theta_H}}{\int_0^{2A} J_0(x) dx + I_0(2\kappa A) - 1}. \quad (23)$$

A 7. ábrán néhány ρ görbét szemléltetünk állandóként választott κ értékekre az A vastagsági viszonzyszám függvényében.

A görbék κ minden értékére $\rho = 1$ pontból indulnak ki, ezután következik egy csökkenően ingadozó emelkedésű szakasz, amely kisebb κ paraméterű görbék esetén nagyobb A (azaz vastagabb kristályszeletekhez tartozó) értékek felé fut le, mint a nagyobb κ -hoz tartozó görbék. A kristályvastagságoknak ebben a nagyobb κ -hoz tartozó zónájában mutatkozik ideálisan tökéletes kristály esetén az ún. *Pendellösung-effektus* [50], amelyet KATO és LANG [72] mutatott ki először Si, LiF és kvarc-kristályokon. A $\kappa =$ konstans görbék maximum-értéküket kb. $\kappa \cdot A = 0,8$ helynél érik el. A $\rho > 1$ tartományra, hibátlan kristályban az extinkciós effektus dominál, ezért az integrált intenzitást felfogva az átvilágítás után, az jóval kisebbnek mutatkozik, mint

a rácshibákkal telített, ideális mozaikkristály esetében. A görbék meredeken lefelé tartanak a nagyobb kristályvastagságok tartományához közeledve, ahol már az ideálisan tökéletes kristályra az anomális abszorpció jelensége a mérvadó. A kontraszt itt ellenkezőjére fordul, mert a hibátlan kristályon áthaladó sugár integrált intenzitása a mozaikkristályon áthaladó sugárét szembetűnő mértékben felülmúlja.



7. ábra

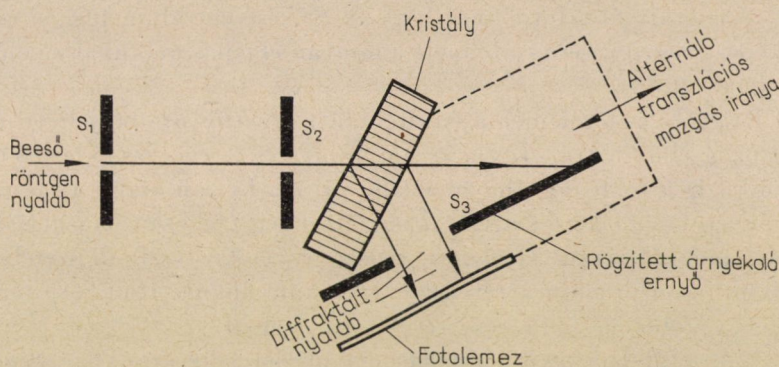
A kontraszt-képződés elméletének részletesebb tárgyalása ennek a tanulmánynak a kereteit meghaladja. Ebben a tekintetben a vonatkozó legújabb összefoglaló dolgozatra utalunk [10]. Megjegyezzük azonban, hogy a félvezetőtechnológiai gyakorlatban előforduló kristályok a két említett véglet között vannak. A valóságban ideálisan hibátlan, vagy hibákkal extrém módon telített kristályok alig kerülnek elő; túlnyomó részben többé-kevésbé rácshibás valódi kristályokkal van dolgunk. Ennek megfelelően a topogramokat egyrészt a kinematikai elmélet alapján „direkt kép” gyanánt, másrészt a Darwin-elmélet [41] érvényességét fogadva el, mint dinamikus képet interpretáljuk [41].

Nézzük, hogyan valósítható meg a gyakorlatban a kontrasztképződésen alapuló két legfontosabb topográfiai eljárás, nevezetesen
 az extinkciós effektust felhasználó *Lang-féle módszer*, és
 az anomális abszorpciót hasznosító *Borrmann—Schwuttké eljárás*.

VII. Lang-módszer

A félvezető anyagok vizsgálata céljából eddig legsokoldalúbban alkalmazhatónak a LANG által kidolgozott módszer, ill. kamera [142] bizonyult. Elvi elrendezését a 8. ábra szemlélteti, amely lényegében megegyezik a 2. ábrán már bemutatott transzmissziós (Laue-eset) vázlatával; annak tökéletesített változata. Adott körülmények között ugyanezt a kamerát fel lehet használni anomális transzmisszió alapuló topográfiai vizsgálatokra is [123].

A Lang-módszer olyan egykristály-mintákhoz alkalmazható, amelyek keskeny lemezke alakúak, ép, mechanikai károsodásoktól mentes sík határolólapokkal és eleget tesznek a $\mu_0 \cdot t_0 \leq 1$ kontraszt-feltételnek.



8. ábra

A gyakorlati megvalósítás további jellemzői:

a) A röntgen-sugárforrás vonalfókuszja vertikális helyzetben van. Ezen azt értjük, hogy a vonalfókusz és a róla emittálódó szalag alakú primer nyaláb keresztmetszetének hosszabbik mérete merőleges a beeső és diffraktált nyalábok alkotta síkra, a 8. ábra síkjára.

b) A nyaláb vertikális divergenciáját Soller-réssel lehet megfelelően kis értéken tartani.

c) A primer sugár horizontális divergenciáját, azaz a nyaláb monokromatikuságára jellemző $d\theta$ szögdiszperziót az S_1 és S_2 résrendszerrel állítják be a megkívánt mértékűre. Ugyanis

$$d\lambda = \lambda \cdot \frac{d\theta}{\tan \theta_H} \quad (24)$$

összefüggés szerint a nyaláb spektrális szélességének kisebbnek kell lennie annál a különbségnél, ami az alkalmazott sugárfajta K_{x1} és K_{x2} komponenseihez tartozó λ_{x1} és λ_{x2} hullámhosszok között fennáll. Ez $\Delta\theta_H$ -re átszámítva 1–2 ívpercet jelent az alkalmazott reflexiós síksortól függően.

d) A rések magasságát (vertikális méretét) úgy állítják be, hogy a nyaláb az egész kristályt az ábra síkjára merőleges irányban egyszerre bevilágítsa.

e) A vizsgálandó kristályt a próbatest-tartó megfelelő elforgatásával gondosan beállítják az ideális (Bragg-feltételt kielégítő) diffrakciós helyzetbe, majd úgy rögzítik, hogy a CuK_α , MoK_α vagy AgK_α sugárzású primer nyaláb áthatoljon rajta, közben elhajlást szenvedjen, és elhagyva a kristályt, a hozzá mennél közelebb elhelyezett fotolemezt az S_3 résen keresztül merőlegesen érje. A beállítás ellenőrzésére GM-csövet vagy szcintillációs számlálót használnak (rocking-curve felvétel végett). Így megvalósítható, hogy a $\text{K}_{\alpha 1}$ sugárnyaláb a kristályszeletke felületére közelítően merőleges rácscsíkokon diffraktálódjék. A szögbeállítást 10 ív-mp pontossággal kell tudni ellenőrizni.

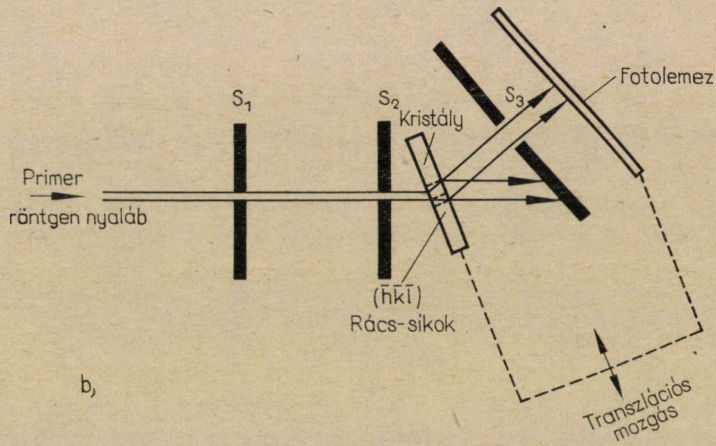
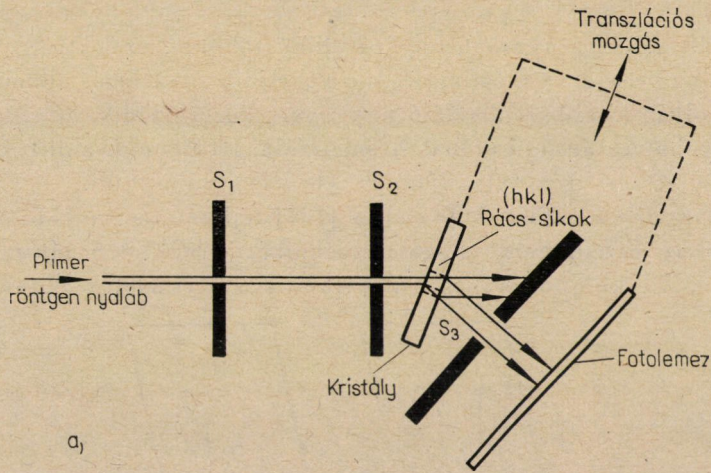
f) A kristály és a fotolemez közt az S_3 rést magában foglaló és a nyalábhöz képest rögzített ernyő felfogja a mintán elhajlás nélkül áthaladó primer sugárzást.

g) Kristály és fotolemez a felvétel alatt a kettős nyíllal jelzett irányban együtt mozog előre-hátra. Így a kristályminta és a regisztráló lemez egyetlen expozíció közben többször elhalad az álló primer nyaláb alatt; a cm^2 nagyságrendű felülettel rendelkező kristályokat ezáltal végig lehet pásztázni (scanning). Az együtt mozgó szerkezeti elemek csúszó vezetékre vannak szerelve; meghajtásuk pl. szelzin-motoráttétellel vagy hidraulikus úton [34] történik a lehető legnagyobb mértékű rezgéscsillapítás végett.

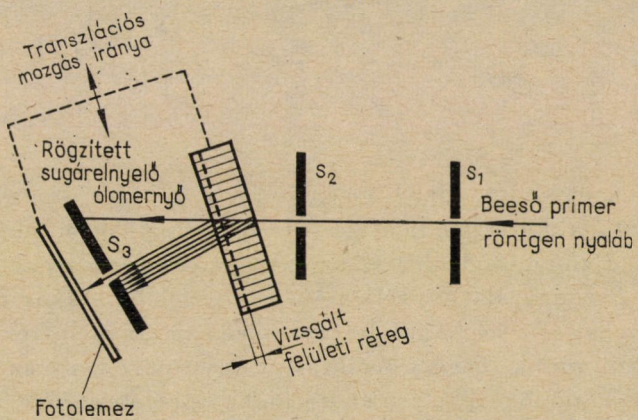
h) A kristályban levő rácshibák a lemezen 1 : 1 arányban képeződnek le a már ismertett kontraszt-kritériumoknak megfelelően. Az így feltérképezett hibaeloszlás a kristály-minta teljes térfogatáról ad tájékoztatást, kivetítve a fotolemez síkjába. Ezt nevezik projekciós topográfiai felvételnek (röntgen-topogramnak), amelyet a részletek jobb tanulmányozása végett még optikai úton felnagyítanak és lefényképeznek [109].

A Lang-módszer lehetőségeket nyújt a rács-zavarhelyek térbeli eloszlásának tanulmányozására, éspedig az ún. *stereo-párok* [54] által. A $[hkl]$ reflexión kívül fotografáljuk a $[\bar{h}\bar{k}\bar{l}]$ reflexiót is, ami azt jelenti, hogy egy és ugyanazon síkot szimmetrikusan a másik oldalról is reflektáltatjuk (9. ábra). A stereoszkópos megfigyelés a próba belsejében levő zavarok plasztikus térbeli képének benyomását kelti. Ez a megfigyelési mód előnyös a diszlokációk közötti reakciók tanulmányozására, ha el akarjuk dönteni, hogy azok ténylegesen vagy csak látszólag — vetületben — metszik-e egymást.

Egy további alkalmazási terület: a *szekciós topográfia* [78], amely lehetővé teszi számunkra, hogy adott esetben a felszíni réteget a próba egyik vagy másik oldaláról vizsgáljuk. Ebben az elrendezésben (10. ábra) az S_3 rés úgy van a próba és a fotolemez közé helyezve, hogy nemcsak az egyenesen áthaladó primer sugárnyalábot, hanem a diffraktált sugárnyaláb egy részét is leernyőzi. Így a próbának csak a kérdéses rétegről kapunk felvilágosítást [17]. Ugyanilyen módon a felszín közelében megfigyelt diszlokációkat eltávolítva, tehát

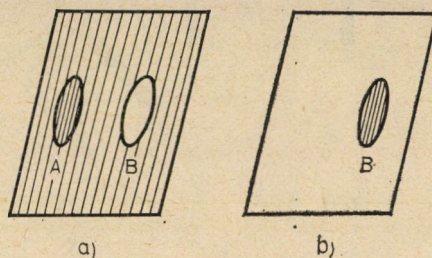


9. ábra



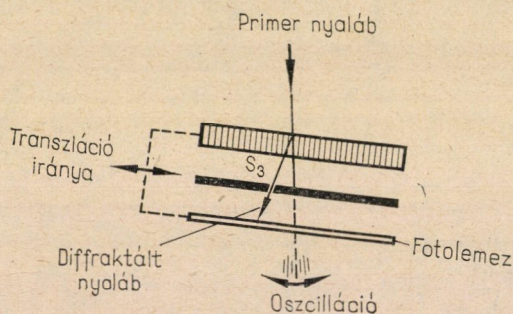
a deformált felszín zavaró befolyását kiküszöbölve, szelektíven beállítva a rést, a próba belsejét is megfigyelés alá vehetjük. A szekciós alkalmazás azonban csak olyan kisebb rendszámú anyagokra korlátozódik, amelyeknél lehetséges nagyobb vastagságú próbák besugárzása. Itt ugyanis a diffraktált sugárnyaláb egy részét viszonylag könnyen le lehet választani.

A Lang-féle eljárást SCHWUTTKKE [124] fejlesztette tovább, amennyiben bevezette az oszcillációs vizsgáló technikát (*SOT = Scanning Oscillator Technique*). Ez különösen nagy átmérőjű kristályszeletek topogramjainak



11. ábra

felvételére vált be. A módszer alkalmazási elve egy példán világítható meg. Tegyük fel, hogy a kristályszelet egy hibákkal telt *A* zónát és egy olyan *B* térfogatrészt foglal magában, amely kissé eltérő orientációjú a matrix többi részéhez képest. Az eredeti Lang-kamerás módszerrel a „wafer”-ről csak

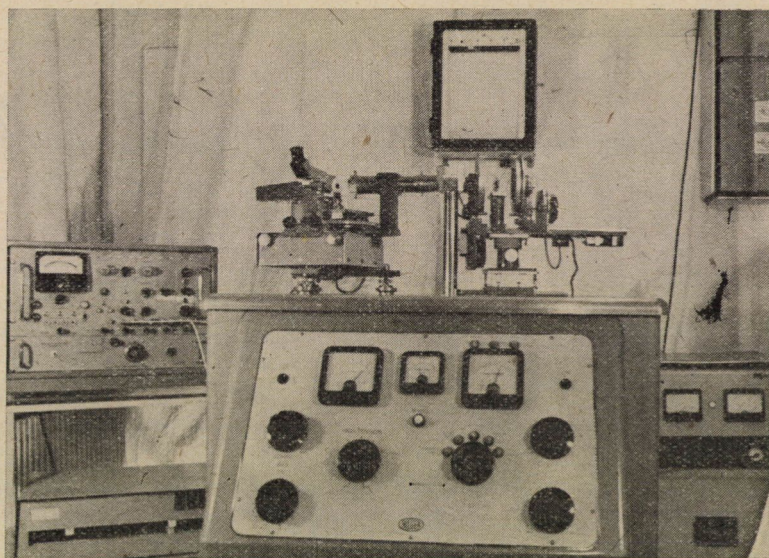


12. ábra

hiányos topogramot kaphatunk. Ha a kristályt a szokásos Bragg-féle reflexiós helyzetbe hozzuk, akkor az elorientált *B* térfogatrész helyén fehér folt marad (11a ábra), az *A* zóna sötétebb lesz az extinkciós kontrasztnak megfelelően. Ha viszont a *B* zónát állítjuk reflexióképes pozícióba, akkor rajta kívül a wafer belseje sehol sem képeződik le; a fotolemez túlnyomó része üres [124] (11b ábra), jeléül annak, hogy a beállítás mennyire érzékeny az ív-mp nagyságrendű mizorientációkra. A felvételtechnika tökéletesítésére szolgál ilyen esetekben a SOT-eljárás, amelynek elvi vázlatja a 12. ábrán látható. A kristály

teljes térfogatát végigpásztázzuk Lang módszere szerint, de egyidejűleg oszcilláltatjuk is a kristályt meg a fotolemezt a beeső és reflektált röntgenyalábok alkotta sík normálisa körül. Az oszcilláció végkitérése átfedi a wafer elorientálódásának lehetséges szögtartományát és ezzel a reflexióképes helyzetek egész sorozata áll elő; az oszcilláción belül minden szögpozícióban leképezés jöhet létre, és így a topogramról leolvasható információ teljes.

Megemlítjük még, hogy legújabbban nagy hőmérsékletű Lang-kamerát fejlesztettek ki [14, 15], amely képes 900 °C-on való tartós működésre. A ka-

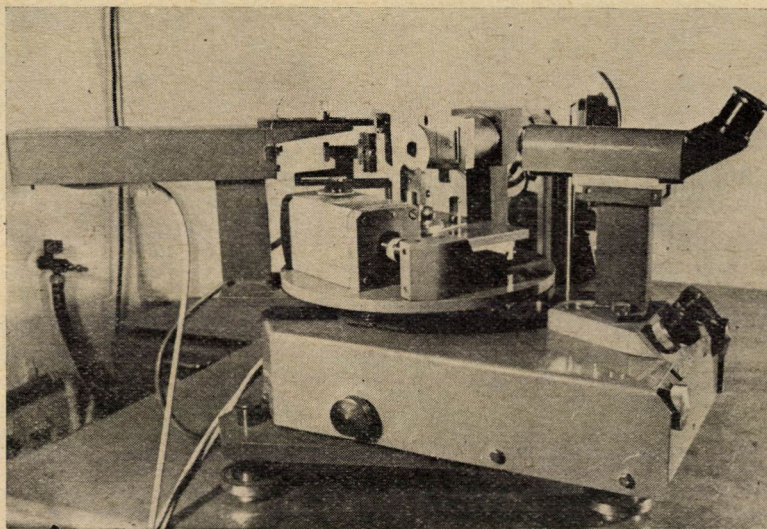


13. ábra

mera vákuum alatt vagy inert-gáz atmoszférába tett kristálypróbákkal dolgozik; követni tudja az izzítás és lehűtés hatását egy sor topográfiai felvétellel, amelyek pl. Si szelektékben a gőzből lecsapatott SiO_2 vékony réteg határfelületén keletkező feszültségváltozásokról adnak képet.

A 13. ábra fényképe a Magyar Tudományos Akadémia Műszaki Fizikai Kutató Intézete röntgendiffrakciós laboratóriumának Hilger-gyártású, cserélhető anódú mikrofókuszos röntgensugár-generátorát mutatja be a ráhelyezett Lang-kamerával, amely az Eötvös Lóránd Tudományegyetem Kísérleti Fizikai Intézetében készült egyedi darab. A fényképen látható még (a bal alsó sarokban) az a vezérlő egység, amely a Lang-kamera kapcsoló és hajtó szerkezetét foglalja magában, egyszersmind szemlélteti a kristály és fotolemeztartó mindenkor mozgását, ill. helyzetét 20-szoros felnagyításban a beszabályozott végállásmutatók között. A helyzetmutatóra erősített mikrokapcsoló a vég-

állásmutatók egyikébe ütközve — jelfogó közbeiktatásával — megfordítja a menetirányt; ezzel valósul meg a Lang-módszerre jellemző váltakozó mozgás. A 13. ábrán látható még a röntgensugár intenzitásának mérésére szolgáló GM-csőves (vagy szcintillációs számlálásra is alkalmas) rate-meter, amelyhez a falon elhelyezett vonalíró-szerkezet csatlakozik; ezzel végezhető el a vizsgálandó egykristály ideális Bragg-helyzetének beállítása, ill. a „rocking-curve” felvétele. A 14. ábra a Lang-kamerát külön szemlélteti. Jól kivehető a kép közepén a primer röntgennyalábot kollimáló cserélhető rések állványa,



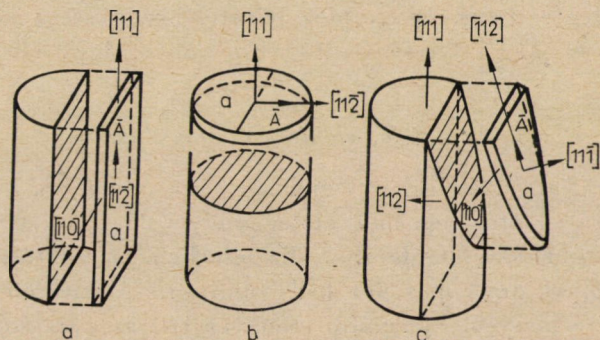
14. ábra

az egykristály-mintatartó, balról a számlálócső-kar, jobbról pedig a kristály beállítását elősegítő optikai rendszer, továbbá a finomállító forgatógombok és fékező-rögzítő csavarok. A kristályt és fotolemezt hordozó kocsi 20 mm lineáris elmozgásra képes, sebessége kb. 17 mm/óra.

1. A próbatest előkészítése

A kristályszeleteket a kompakt egykristályból 1 mm körüli vastagságban vágják ki. A 15. ábrán látható kivágási módozatok mindegyike olyan, hogy a szelet oldalfelülete (a) általában kis indexű sík, amilyen az [111], [110] vagy [112]. Az [111] kristálynövesztési iránnyal párhuzamosan (15a. ábra) vagy rá merőlegesen (15b. ábra), esetleg az [112] iránnyal párhuzamosan (15c. ábra) vágják ki a szeletkét legalább $\pm 0,5^\circ$ orientációs szögpontossággal. Az így kapott lemezek felületi rétegének roncsolódásait korundporral tör-

ténő lappolással, ill. maratással távolítják el. Szerencsés körülmény, hogy a röntgentopográfiai vizsgálathoz nem szükséges a próbatesteket azonos vastagsággal kialakítani. Fontos azonban, hogy a felületi károsodásokat maratással teljesen eltávolítsák, mert ezek a készítendő topogramokon zavaróan hatnak. Ugyancsak el kell kerülni a szeletkék befogása közben előforduló elasztikus torzulásokat, mert azok is szuperponált zavaró kontrasztot okozhat-

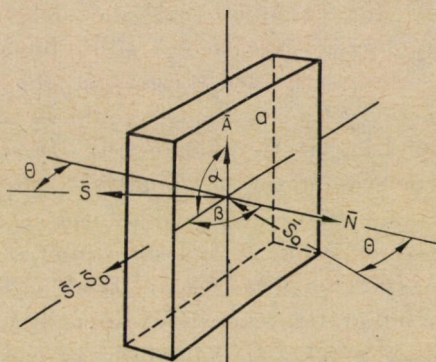


15. ábra

nak a topográfiai felvételen. Maratás után a szeletke néhány tized mm vastag marad, amely a Lang-metodika említett kontraszt-kritériumát a vizsgált anyag rendszámától és a sugárfajtától is függően kielégíti.

2. A kristálylemezkek orientálása

A topográfiai reflexióképesség feltételének precíziós beállításához a műszertechnikai adottságokon kívül az is szükséges, hogy a próbatest-tartóba rögzített kristályszeletke térbeli helyzetét, vagyis saját lapjainak geometriáját a röntgennyaláb irányához viszonyítva is pontosan bemérjük. Egy bizonyos választott (hkl) síksorhoz és θ szöghöz tartozó röntgenreflexió jellemzésére szükséges még néhány további adat ismerete [121], amelyeknek értelmezését



16. ábra

a 16. ábra hivatott megkönnyíteni. Eszerint a lemezke főtengelye A , legnagyobb oldalfelülete a ; e felület normálisa N . Ha a beeső primer nyaláb iránya S_0 , a diffraktált nyalábé: S , akkor α jelenti az $(S-S_0)$ eredő és az \bar{A} vektor által bezárt szöget; β viszont az $(S-S_0)$ és az N normális által közbezárt szög [101]. A beállítások legnagyobb részénél α és β egyenlő 90° -kal, vagyis a beeső, ill. a diffraktált nyalábok által definiált sík a kristályt határoló oldalfelületre merőleges. Lang-topogramok felvételéhez célszerű az α és β szöget ív-perce, míg a θ szög helyességét 10 ív-mp pontossággal ellenőrizni.

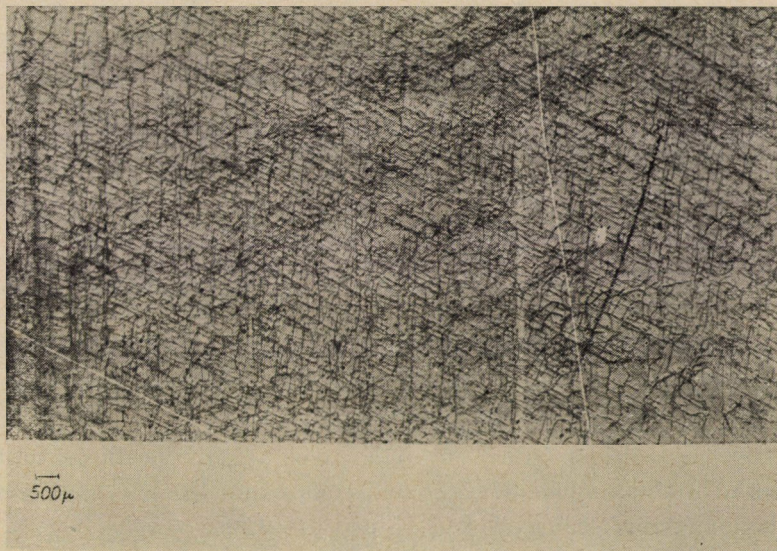
3. Expozíció, előhívás és nagyíthatóság

A topográfiai felvételekhez legjobban bevált az *Iford-L4* típusú finomszemcsés nukleáris fotolemez használata, amelyet 25, 50 és 100 μ vastag emulzióbevonattal hoznak forgalomba. Ez esetben a kristályszélesség minden mm-ére $1/2-1$ óra expozíciót kell számítani. A felvételi időt rövidíteni lehet ugyan érzékenyebb, durvább szemcsézetű, azaz a szokásos technikai röntgen-film alkalmazásával, de csakis a kontraszt és felbontási viszonyok rovására. 100 μ -os emulzióréteget használnak $Ag-K$, 50 μ -osat $Mo-K$, $Co-K$ és $Cu-K$ sugárzáshoz; a 25 μ rétegvastagságú lemezt a $Cr-K$ sugárjáshoz alkalmazzák. Az utóbbiakat kis áthatolókéességük miatt főleg reflexiók, Berg-Barrett-technikával készülő topogramokhoz részesítik előnyben. A transzmissziós Lang-metodikához viszont a kemény $Ag-K$ és $Mo-K$ sugárzás használatos, de ez sincs hátrány nélkül.

A felbontást befolyásoló instrumentális tényezők ugyanis a topogramokon 1 μ körüli szélességű kép-életlenséget, diffúziót okoznak. A nukleáris emulziók előhivatlan szemcséi csak 0,25 μ lineáris méretűek, de az $Ag-K_\alpha$ sugárzás által kiváltott fotoelektronok nyomának hossza 3 μ -ig is felmegy. Ezek a nyomok és a minden egyes felületelemet érő, korlátozott foton-számtól eredő statisztikai sűrűség-ingadozások az okai annak, hogy az $Ag-K_\alpha$ topogramok durvább szemcsézetűnek látszanak [88]. Pl. $Co-K_\alpha$ sugárzás esetén a fotoelektron nyomok elhanyagolható hosszúságúak; a kisebb fotoenergia szükségessé teszi, hogy területegységenként több foton essék be, előidézve egy adott fotográfiai sűrűséget, ill. fedettséget. A jobb statisztika és a rövidebb nyomok teszik lehetővé a $Co-K_\alpha$ topogramoknak az $Ag-K_\alpha$ -énál sokkal nagyobb hasznos nagyítását. Statisztikán értjük itt az expozíció alatt egy négyzetmikron területre beeső fotonok számát.

Az *L4* emulziók nagy sűrűsége miatt a fotoelektron nyomok a lehető legrövidebb idő alatt befoghatók. A nagyon finom szemcseméret meg azt teszi lehetővé, hogy nagy fotonsűrűségek váljanak regisztrálhatóvá anélkül, hogy túl kellene lépni a fotográfiai feketedések lineáris tartományát; $D = 2 \div 3$ nagyságrendig arányosak a feketedéskülönbségek, ami intenzitás-kontraszt vizsgálatoknál döntő fontosságú.

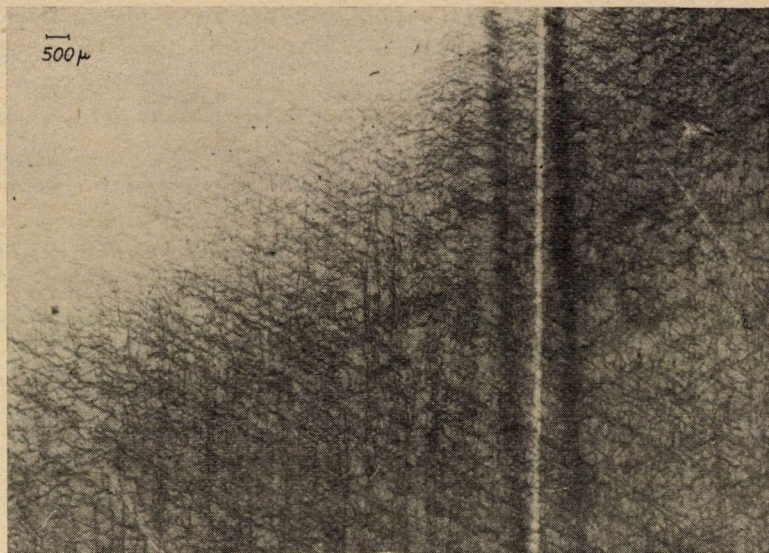
Tág tere van a kombinációs rugalmasságnak az előhívó eljárás során is [86]. Ellenőrizhetjük az ezüstszemcsék növekedését azáltal, hogy széles határok közt változtatjuk a sűrűséget, ami az expozíciós időtartam variálásával érhető el. Egy bizonyos sűrűség megvalósítható rövidebb megvilágítás és erőteljesebb előhívás által, vagy hosszabb expozícióval és gyenge hívással. Az előbbi gyorsabb felvételkedzítést, az utóbbi módszer jobb képminőséget eredményez. Nagy elővigyázattal kell dolgozni hívás közben az emulziók kezelése tekintetében, mivel ha nedvesek még, könnyen összekarcolhatók vagy



17. ábra

deformálódnak. Általában a *Kodak D-19b* vagy az *Amidol* előhívó használatos. Az utóbbi kevésbé hőfokérzékeny. Az emulzió komoly mértékben eltorzul, vagy teljesen leolvadhat, ha az utolsó kimosóvíz hőfoka meghaladja a $23\text{ }^{\circ}\text{C}$ -t. Ott, ahol kontinentális jellegű a klíma és ennek megfelelően a hálózati vezeték télen $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ -os, nyáron $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ -os vagy ennél magasabb hőfokú vizet szolgáltat, szükséges nyáron egy külön vízűtőberendezés beállítása a lemezek mosására vagy a kánikula idejére ajánlatos szabadságra menni. (Idézet A. R. LANG magánleveléből.)

A következőkben néhány Lang-módszerrel felvett, a *Magyar Tudományos Akadémia Műszaki Fizikai Kutató Intézet röntgenlaboratóriumában* készült topogramot mutatunk be. A felvételek [111] orientációjú, kb. $0,5\text{ mm}$ vastag különböző diszlokáció-sűrűségű Si-egy kristályok topográfiai képeit szemléltetik mintegy 10-szeres nagyításban. A leképezéshez a kristályok [220] síksorait állítottuk reflexióképes helyzetbe; $\text{AgK}_{\alpha 1}$ primersugárzást alkalmaztunk



18. ábra

50 kV, $340 \mu\text{A}$ üzemi adatokkal. A Hilger-röntgensugár-generátor finomfókusza a kristály felől vertikális irányban elnyúlt $5 \mu\text{m} \times 50 \mu\text{m}$ méretű ellipszisnek látszott. A csőfókuszközvetlen kristályfelszín közötti távolság ebben az elrendezésben 300 mm volt, a kristály—fotolemez között a θ szög beállításától függően 5–20 mm távolságok adódtak. Expozíciós időtartam 1 óra a kristályszélesség minden milliméterére. Előhívási idő 15 perc *D-19* hívóban 20°C -os hívótank-hőmérsékleten.

A 17. ábra jellegzetes diszlokációs hálózatot szemléltet. A vonalak egymással 60° , ill. 120° fokot zárnak be; az $[110]$ irányítotttság a kép függőleges irányával egybeesik. A mintegy $10^4/\text{cm}^2$ -re becsülhető diszlokáció-sűrűség kifogástalan vonal-felbontást tett lehetővé az ismertetett vizsgáló elrendezés



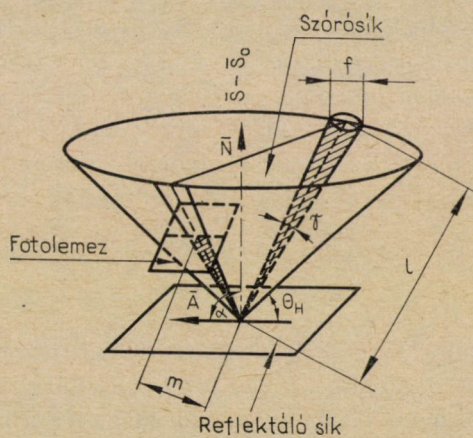
19. ábra

esetében. Az elszórt, jól kivehető pontok precipitátumok jelenlétére utalnak. A 18. ábra szemmel láthatóan nagyobb diszlokáció-sűrűséget mutat, becslésünk szerint $10^5 \div 10^6$ vonal/cm² lehetett a rács hibák koncentrációja. A topográfiai felbontás néhol elérte a módszer lehetőségeinek felső határát. A 19. ábra felvételén látható, hogy a diszlokáció-sűrűség nagyobb 10^7 /cm²-nél; a vonalak sávokká, foltokká álltak össze, felfedezhetők a topogramon felületi karcok nyomai is. A roncsolt felszíni réteg eltávolítása után a Lang-topogramok, de az egykristály minősége is javul.

4. Topográfiai feloldóképesség

Nézzük most a Lang-kamera felbontóképességét. E célra jobb, ha külön-külön vesszük vizsgálat alá a felbontást a szórósíkhhoz képest vertikális irányban és horizontális irányban, amely a szelet alakú kristály felszínének a szórósíkkal alkotott metszévonalával párhuzamos [142]. (Szórósík az, amely tartalmazza a beeső \vec{S}_0 és reflektálódó \vec{S} nyalábokat.)

a) A d_v vertikális felbontást a röntgen-sugárforrás fókuszának f átmérője befolyásolja döntően. A 20. ábra szemlélteti a röntgennyalábok geometriai elrendezését. Lássuk azt az esetet, ahol a véges méretű, kör alakú forrásból kisugárzó röntgennyaláb diffraktálódik a reflexió síkjának P_1 pontjában θ_H Bragg-szögnél. P ponttal mint csúccsal kúpos felületet tételezzünk fel, amelynek alkotója $(\pi/2 - \theta_H)$ szöget zár be P_1 -nél a reflexió sík \vec{N} normálisával. Minthogy a kúpfelület metszi a röntgen-sugárforrást is, a metszévonal, amelynek hossza f , minden pontjára vonatkozóan a Bragg-feltétel kielégül. Más szavakkal mondva: a P_1 pontban olyan reflexió jön létre, amely közelítően f/l arányban divergál, ahol l a röntgen-sugárforrás és a vizsgált minta közti távolság. Ennek megfelelően, ha egy fotolemezt helyezünk el a P_1 ponttól m távolságban a reflexió irányában, a diffraktált nyalábra merőlegesen,



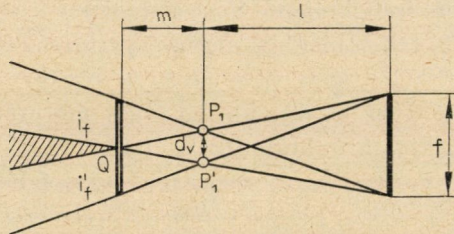
20. ábra

akkor a lemezen a röntgen-sugárforrásnak $m \cdot f/l$ arányban zsugorodott i_f képét kapjuk. Hasonló módon a P_1' pontban nyert reflexió által, amely pont P_1 -től d_v távolságra van a vertikális síkban, ugyancsak leképeződik a lemezen a röntgen-sugárforrás i_f' képe; ezt szemlélteti a 21. ábra.

Ha e két kép egymást átfedi, akkor a P_1 és P_1' pontok között a lemezen nem lehet különbséget tenni. A 21. ábra mutatja ezeket az i_f és i_f' képeket a vertikális síkban felrajzolva. Ha a fotolemezt a sraffozott zónába helyez- zük, akkor P_1 a P_1' -től nem különböztethető meg. Ha a fényképező lemez a Q pontra illeszkedően van elhelyezve, miként az ábrán, akkor az a legkisebb d_v távolság, ahol a két pont még éppen külön látszik (azaz felbontódik), a következő képlettel fejezhető ki:

$$d_v = \frac{m}{l} f. \quad (25)$$

Ha pl. $f=40 \mu$, $l=320$ mm, $m=8$ mm, akkor d_v értéke 1μ .



21. ábra.

A Lang-metodikában a kollimátor-rendszer olyan módon van megszerkesztve, hogy a topográfiai leképeződést az egykristály-mintáról egy diffraktált K_{x1} sugárzás adja meg. Mindazonáltal a horizontális felbontóképességet geometriailag sokkal általánosabb esetben fogjuk megbecsülni.

b) Tegyük fel, hogy egy P pont a próbában a beeső nyalábot $\Delta\theta$ szög-tartományba diffraktálja, ill. szórja egy bizonyos Θ_H Bragg-szögnél. Ha a beeső nyaláb két pontban diffraktál, és pedig a próba felületével párhuzamos, tehát horizontális vonalon fekvő P_2 és P_2' -ben, amint ez a 22. ábrán látható, akkor az a legkisebb d_h távolság, amelynél P_2 és P_2' külön-külön megkülönböztethető, az aszimmetrikus Laue-elrendezés esetére a következőképpen adott:

$$d_h = \frac{m \cdot \Delta\theta}{\sin(\beta + \Theta_H)}, \quad (26)$$

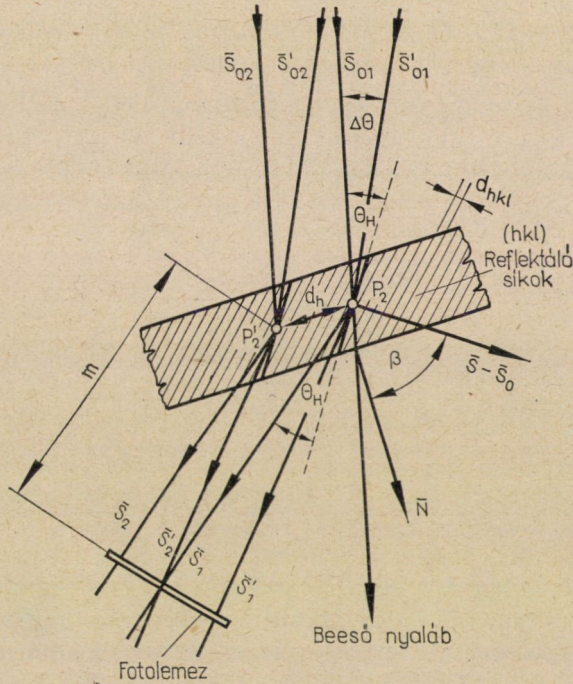
ahol β a kristályfelület és a reflektáló (szóró) sík normálisai közötti szög. A β és Θ_H pozitívek, ha azokat a próbatest felület hátrafelé eső normálisától, ill. a beeső nyalábtól balra fekvő oldalon mérték. Ha a beeső nyaláb γ szög-divergenciája nagyobb, mint a K_{x1} és K_{x2} sugárzashoz tartozó vonalesúcsok

közötti $\Delta(\Theta_{K_{\alpha 12}})$ szögműködés, amely a próbáról reflektálódhat, akkor a próba egyetlen pontja egyidejűleg reflektálhatja a $K_{\alpha 12}$ vonalpárt. Ez esetben $\gamma \cong \Delta\theta = \Delta(\Theta_{K_{\alpha 12}})$ van érvényben, ahol

$$\Delta(\Theta_{K_{\alpha 12}}) = \frac{\Delta\lambda}{2d_H \cdot \cos \Theta_H} \quad (27)$$

és

$$\Delta\lambda = \lambda_{K_{\alpha 2}} - \lambda_{K_{\alpha 1}}. \quad (28)$$



22. ábra

Mint ahogy a szimmetrikus Laue-esetre $\beta = \pi/2$, és Θ_H általában nem több mint 10 ívfok nagyságrendű, ezért a formula a következő összefüggésre vezet:

$$d_h \cong \dot{m} \cdot \Delta(\Theta_{K_{\alpha 12}}). \quad (29)$$

Gyakorlati esetekben, ha $m = 10$ mm és $\Delta\Theta_{K_{\alpha 12}} = 2' = 6 \cdot 10^{-4}$ rad, ezt helyettesítve (29)-be, $d_h = 6 \mu$ értéket kapunk.

Ha jobb minőségű felbontás kívánatos, úgy a kollimációs rendszert oly módon kell megszerkeszteni, hogy γ jelentősen kisebb legyen, mint $\Delta\Theta_{K_{\alpha 12}}$. Erre a célra a szokásos esetekben γ -nak egy ívpercenél kisebbnek

kell lennie. A Lang-metodika számára szerkesztett kollimátor-rendszer eleget tud tenni ennek a követelménynek.

Ilyen körülmények között érdekes lehet számunkra, hogy megvizsgáljuk a rácshiba körül azt a mezőt, amely hozzájárul a topográfiai kép kialakulásához. Ha rövid hullámhosszú karakterisztikus röntgensugárzást (amilyen az AgK_α vagy MoK_α) és kis indexű síksor diffrakcióját alkalmazzuk transzmissziós elrendezésű felvételre, akkor a kristályok reflexióképes szögszóródása, $\Delta\theta_H$ mindössze néhány ívmásodperc, a dinamikus elméletnek megfelelően. Ha egy diszlokációt választottunk, mint egyfajta rácshibát, mert ez a valódi kristályokban előfordulók közül a legközönségesebb, akkor a reflektáló rácshíkoknak a diszlokáció körüli elhajlása (dőlése) szögét a tökéletes zónához képest durván b/r összefüggéssel lehet közelíteni, ahol b a Burgers-vektor és r a diszlokáció magjától való távolság. Ha a kristályt a θ_H Bragg-szögre állították be a tökéletes rácstartománynak megfelelően, ahol r elegendően nagy, akkor a diszlokáció közelében levő hely hozzájárulását a reflexióképződéshez a

$$b/r \approx \Delta\theta_H \quad (30)$$

összefüggés adja. Ebben a zónában az intenzitás növekedése az extinkciós hatás csökkenése révén következik be. $\Delta\theta_H \sim 3'' = 15 \cdot 10^{-6}$ rad és $b = 3 \text{ \AA}$ esetére r számított értéke 20μ , mert

$$r \cong \frac{b}{\Delta\theta_H} = \frac{3 \cdot 10^{-7} [\text{mm}]}{15 \cdot 10^{-6}} = 20 \cdot 10^{-3} [\text{mm}] = 20 \mu.$$

Itt kell megemlítenünk, hogy a beeső nyaláb $\Delta\theta$ szögdivergenciája általában 60 ívmásodperc körüli érték. Így lehet megérteni, hogy a szögdivergencia kis tört része mekkora szerepet játszik a diffrakcióban tökéletes rácstartomány esetén. Úgy lehet felfogni, mintha a rácshík dőlésszöge meredeken változna a diszlokáció magjának közelében, és lépcsőzetesen a magtól nagyobb távolságban. Ténylegesen, a diszlokációk láthatóságából az elektronmikroszkópiában, következtethetünk arra, hogy a maghoz eléggé közel fekvő rácshíkoknak a dőlésszöge meghaladja az egy ívpercet, mivel a $\Delta\theta$ szögszórás az elektrondiffrakciónál két-három nagyságrenddel nagyobb lehet. Tehát, ha a központosított röntgensugarak divergens nyalábként az ideális Bragg-szög helyzetben esnek rá a reflektáló síkokra, akkor ott, ahol a zóna perfekt, létrejön a diffrakció. Néhány ívmp-nél nagyobb dőlésszög esetén az erősen torzult régióban már nem jön létre reflexió, mert a Bragg-feltétel nem teljesül. De a centrális irányhoz képest ferdebben eső nagyobb divergenciájú sugarak reflektálódni tudnak ebben a régióban is, eleget téve a Bragg-feltételnek, amint az az 5. ábrán látható. Ha a dőlésszög nő, akkor ti. a beeső divergens röntgennyaláb kívülrőlállóbb része még tud reflektálódni. Ennek megfelelően

az egy ívpercenyre divergens röntgennyaláb teljes egészében hozzájárul a diszlokáció leképeződésének kialakulásához. Megjegyzendő, hogy az említett érvelés hipotézisen alapszik. Eszerint az ideális rács-állapot fogalmilag olyan kicsiny kristályokra is átvihető, amelyek diszlokációk jelenlétében elhajolnak vagy torzulnak, és ekkor a kicsiny kristályok mégis a saját tartományukon belül ideális kristályokként viselkednek. Ez magában foglalja azt a feltevést is, hogy ezektől a kicsiny kristályoktól eredő diffrakciós nyalábok nem interferálnak egymással, és ezért nem is olthatják ki egymást.

Várható továbbá az is, hogy a $b/r \approx \Delta\theta_H$ összefüggés alapján $\Delta\theta_H$ növekedésével r kisebb, azaz a diszlokációs kép sáv szélessége csökken. Ez az eset áll fenn, a (27) és (28) képletnek megfelelően, ha a karakterisztikus röntgensugárzásnak nagyobb a hullámhossza vagy a beállított reflexió kisebb indexű.

Összefoglalva a felbontóképesség problémáját, a következők állapíthatók meg:

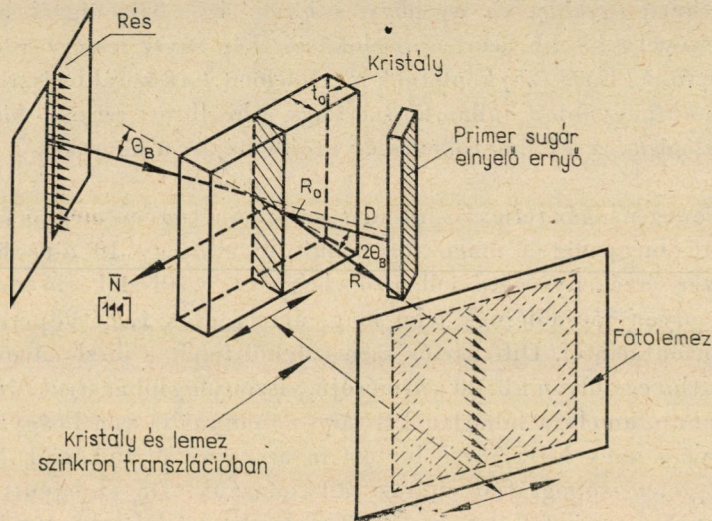
A röntgensugár reflexiók intenzitása szembe tünően megnő a diszlokációk körül [80], mégpedig a magoktól számított mintegy 10μ -os hatósugárral. A módszer érzékenységére jellemző, hogy csavardiszlokáció esetében ez a távolság olyan rácsdőlésnek felel meg, amely csak ívmásodpercre tér el az átlagos orientációtól. Diffrakciós szemszögből tehát a diszlokáció úgy tekinthető, mintha egy olyan kb. 20μ átmérőjű, viszonylag hibás struktúrájú kristályhenger lenne, amely a hibátlan kristály-alapanyagba van beágyazva. A henger aránylag nagy kiterjedése biztosítja az egyes diszlokációk láthatóságát, ha a megfelelő topográfiai eljárást alkalmazzuk. De ez egyúttal világosan korlátozza is azt a felbontást, amellyel a diszlokáció-eloszlások egyáltalán tanulmányozhatók. Nyilvánvaló, hogy ha a diszlokáció-sűrűség növekszik, ezzel együtt jár az egyes diszlokációkat körülvevő hibátlan rácstérfogat csökkenése; egyben a diszlokáció által okozott kontrasztsáv, a kép szélessége is zsugorodik. A diszlokáció-sűrűség mérésének felső határa ott van, ahol az egyes hibás henger-térfogatok még külön-külön lehet észlelni. Ennek a felbontásnak olyan diszlokációs sáv-szélesség felel meg, amely a jelenlegi technikai adottságok közt 5 mikronnál kisebb értékre alig csökkenthető.

A projekciós topográfiai módszerek felbontóképességüket tekintve tehát közbenső helyet foglalnak el a nagy teljesítményű transzmissziós elektronmikroszkópia és azon hagyományos röntgendiffrakciós eljárások közt, amelyek a rácshibák gyakoriságának csak a makroszkópos átlagát képesek meghatározni [137].

VIII. Borrmann—Schwuttke módszer

Anomális transzmisszió útján, a Borrmann-effektuson alapuló metodika által egészen a legutóbbi időkig viszonylag kevés topogramot készítettek, valószínűleg azért, mert alkalmazhatósága csak néhány, majdnem tökéletes

kristályfajta (Si és Ge) korlátozódott. Napjainkban az effektust megtalálták cink és réz egykristályok átvilágításakor; általánosan ismertté vált, hogy a diszlokációk tanulmányozása fémkristályokban Borrmann-topográfiával is lehetséges. Az alapjelenséget már ismertettük (V. fejezet, 1. pont), most a kísérleti elrendezés főbb jellemzőit tárgyaljuk. A 23. ábra az elrendezés geometriai vázlatát szemlélteti. A kollimátorréssel párhuzamos, vertikális helyzetű vonalfókuszról monokromatikus röntgensugárzás indul ki. A reflexiós



23. ábra

helyzetben rögzített kristályminta sugártovábbításra felhasznált síksorát N normálissal lehet jellemezni. Ezek a síkok a kristály felületére merőleges irányítottaságúak. A D -vel jelölt primer (direkt) nyaláb iránytörés nélkül halad át a t_0 vastagságú mintán, egy része a rács-síksor mentén anomálishan, tehát csaknem gyengülés nélkül ér át (R_0 nyaláb), míg a reflektált R nyaláb a hibátlan kristályszakaszon szintén anomálishan, vagyis abszorpciót alig szenvedve halad keresztül, és elhagyva a kristály hátsó határfelületét a rá merőlegesen elhelyezett fotolemezre esik.

Kristály és fotolemez ebben az elrendezésben is transzlációs szinkron mozgást végez. Így lehet az átvilágítható kristálytérfogatot horizontális irányban megnövelni. Az egyszerre megvilágított tartomány egyrészt a vonalfókusz szélességével, másrészt vertikálisan a nyaláb ez irányú méretével, a határoló rés vagy a kristályszeletke felszínén levő takarólap kivágásával definiált. A D és R_0 nyalábokat sugárelnyelő ólomernyővel szokás felfogni; leképezésük az R nyaláb regisztrálta topogramhoz képest nem nyújt lényeges információ-többletet. Az eddigiekből belátható, hogy a Lang-kamera adott

esetben ($\mu_0 \cdot t_0 \geq 10$ kritériumnak eleget téve) anomális transzmissziós topogramok felvételére is alkalmas. Ha olyan a próbatest-tartó kiképzése, hogy a kristályt az N tengely körül mintegy 10° -kal el lehet forgatni [144], akkor Borrmann-sztereo-topogram párokhoz juthatunk, amelyek bizonyos körülmények közt a rácshibák térbeli elrendezését jobban szemléltetik.

Ellentétben az extinkción alapuló technikával, itt nincs szükség nagymértékben monokromatizált sugárzásra, mert a kristály saját szűrőként viselkedik és elnyeli a mintán keresztül haladó polikromatikus sugárzást is. Emiatt a beállítás elvileg kevésbé kényes, mint a Lang-módszer esetében, viszont az expozíciós időtartamokat a gyengébb intenzitás-viszonyok miatt általában meg kell kétszerezni [132].

1. Feloldóképesség

Az anomális transzmissziós topográfiában kielégítő minőségű felbontás érhető el viszonylag szerény kollimációs követelmények mellett is; mindössze a vertikális divergenciát szükséges korlátozni és a K_α vonalpár szétválasztását biztosítani. A szokásos fókusz méretű röntgensövek és megfelelő sugárforrás — minta távolság esetén ez elég könnyen teljesíthető.

Vertikális irányban a felbontást a (25) összefüggéssel itt is le lehet írni, de az m távolság megválasztását a Borrmann-technika bizonyos adottságai korlátozzák. Mivel az R_0 és R nyalábok egymást részben átfedhetik, ha a fotolemezt a kristály hátlapjához túl közel helyezik el, ezért létezik egy minimális m_{\min} távolság, amelynél csak távolabb szabad a regisztráló lemezt rögzíteni. Értéke:

$$m_{\min} = \frac{1}{2f} \cot \Theta_H, \quad (31)$$

amely a sugárforrás effektív szélességének és a választott reflexió szöghelyzet cotangensének függvénye [123].

Erre a kristály — fotolemez távolságra a K_α -vonalpár már éppen felbontódik, értéke a $\Delta(\Theta_{K\alpha 12})$ szögkülönbséggel arányos. Eszerint a (24) kifejezés felhasználásával a $K_{\alpha 1}$ és $K_{\alpha 2}$ csúcsok közti d_{\min} legkisebb felbontott távolságot az alábbiak szerint kapjuk:

$$d_{\min} = \frac{f}{2 \cos^2 \Theta_H} \cdot \frac{\Delta \lambda}{\lambda} \approx d_h. \quad (32)$$

Cu— K_α sugárzás és a használatos kísérleti elrendezés adataival az anomális transzmissziós technika horizontális feloldóképessége:

$$d_h \approx \frac{13\mu}{\cos^2 \Theta_H}. \quad (33)$$

ahol t_z a sugár úthossza a kristály belsejében levő diszlokációtól a kilépő felületig a 24. ábrának megfelelően. Az ábrából még az is kivehető, hogy a hiba W méretű képe két részből tevődik össze, éspedig a $Q \lesssim D$ intenzív és a $(W-Q)$ diffúz zónából. Q értéke a könnyen áttekinthető geometria szerint Δ_B és t_z függvénye. Emlékeztetnünk kell arra, hogy ez a jelenség csupán a horizontális felbontással kapcsolatos és olyan diszlokációra vonatkozik, amely a vertikális iránnyal párhuzamosan helyezkedik el a kristálytérfogaton belül.

A 24. ábrából szembetűnően megmutatkozik, hogy ha $L > L_D$, akkor a beeső nyaláb nem hat a divergenciára. Ha viszont $L < L_D$, akkor a felbontás L méretétől függ; a Borrmann-delta befolyása a horizontális felbontóképességre jelentékenyen csökkenhet, ha a nyaláb L szélessége és a diszlokáció által torzított tér D átmérője összemérhető egymással. A 24. ábra szögviszonyai eltúlzottak a jobb szemléltetés végett, a leírt esetben $L = 0,6$ mm volt, ami lényegesen nagyobb, mint az L_D nyalábrész kiterjedése. Újabb rések alkalmazásával a nyaláb vertikális vagy horizontális szélességét tovább lehet csökkenteni a feloldóképesség kívánt mértékű javítása céljából.

Egy diszlokáció felismerhetőségének határesetek a (35) összefüggés felhasználásával a következők szerint függ össze a D mérettel:

$$D \ll 2t'_z \cdot \left(\frac{2 \cdot \ln 2}{\mu_0 \cdot t_0 \cdot \varepsilon + 2 \cdot \ln 2} \right)^{1/2} \quad (36)$$

Ez esetben a diszlokáció W képe a topogramon belevész a háttér szórt-intenzitás szintjébe, kontúrjai elkenődnek, észlelhetetlenné válik.

IX. Röntgentopogramok értékelése

1. Kontraszt-kritérium

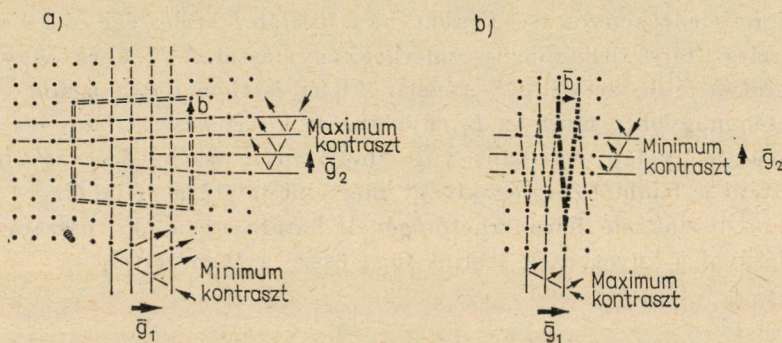
A topogramok nagy érzékenységgel két kristálytulajdonságot mutatnak ki:

- a) Helyi változásokat a rácsszerkezet atomsorainak egymásutánjában, az ún. rácrendben;
- b) helyi változásokat a kristály legkisebb koherens rácstérfogatainak irányítottságában.

A kristály ideális rácrendjéhez képest tehát lokális, pontról pontra történő változásokat lehet regisztrálni, amelyek úgy válnak kimutathatóvá, hogy a hibás kristályzóna röntgen-reflexiók képessége két nagyságrenddel tér el a kristály perfekt részének: a mátrixnak a reflektálóképességétől. A topogramok a szubszemcsék orientációbeli változásaira még érzékenyebbek. Annyira, hogy a rács-síksorok egymáshoz képest ívmásodpercenyi eltérését nem kevesebb, mint száz méteres görbületi sugarú kihajlás mentén már észlelni

lehet. Ez a különlegesen nagy orientáció-szenzibilitás egyben hátrányos is, ha nagy területű kristályszelétről kell topogramot készíteni, amint erre a SOT-technika ismertetése kapcsán már rámutattunk.

A röntgen-topogramokat egyébként a kontraszt-kritériumok alapján lehet értékelni [79]. A különféle Bragg-reflexiók esetén különbözőképpen regisztrált kontrasztok tűnnek elő a képeken bizonyos kristályrács-hibák következtében. A diszlokációk analiziséhez sok esetben célszerű meghatározni az ún. hibavektort (Burgers-vektort), amelynek jele: \mathbf{b} . Iránya topográfiai úton akkor adódik könnyűszerrel, ha olyan a beállítás, hogy a fontosabb



25. ábra

Bragg-reflexiókat a reflektáló síksorra merőlegesen lehet regisztrálni. A viszonyokat a kontraszt-kritérium alkalmazásával írhatjuk le. Eszerint a következő a skaláris szorzat eredménye a két szélső helyzetben:

$$(\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}) = 0, \text{ minimális kontraszt esetén;} \quad (37a)$$

$$(\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}) = 1, \text{ maximális kontraszt esetén.} \quad (37b)$$

Itt \mathbf{g} a reflektáló síksorra merőleges reciprok rácsvektor, egyben a beeső és a diffraktált röntgennyaláb szögfelezőjének iránya is.

A Burgers-vektor és a reflexió létrehozó rács-síksor közötti viszonyt a 25a ábrán szemléltetjük egy él-, és a 25b ábrán egy csavar-diszlokáció esetére. A 25a kép éldiszlokációt mutat a hozzá tartozó \mathbf{b} vektorral, ill. vektor-körüljárással. Azok a rácssíkok maradnak zavarmentesek, amelyek úgy helyezkednek el, hogy a Burgers-vektort magukba foglalják. A reflexió szempontjából $\mathbf{g}_1 \perp \mathbf{b}$; \mathbf{g}_1 irányában a kontraszt minimális lesz a (37a) kritériumnak megfelelően. A diszlokációt tartalmazó rácestérfogatnak a kérdéses irányból nézve olyan a primer extinkciója, mint a perfekt kristálynak; a diszlokáció láthatóságának valószínűsége zérus.

A Burgers-vektorra merőleges rácscsíkokat a diszlokáció erősen torzítja, $\mathbf{g}_2 \parallel \mathbf{b}$ helyzet áll elő, miáltal a reflexió a (37b) kritériumnak tesz eleget; a vizsgált \mathbf{g}_2 irányból az éldiszlokáció a legnagyobb mértékben látható. A rácscsík-távolságok helyi változásai ugyanis a röntgensugárzás szóródását idézik elő, a minta kérdéses térfogatrésze mozaik-kristályként viselkedik. A diszlokáció szétszórja az intenzív röntgennyalábót, maximális kontraszt keletkezik.

A kontraszt-kritérium értelemszerűen alkalmazható a csavardiszlokáció láthatósági viszonyaira is a 25b ábrán vázolt két szélső helyzet figyelembevételével. Itt azonban a \mathbf{g}_1 -gyel párhuzamos \mathbf{b} esetén lesz a csavardiszlokáció kontrasztja maximális, \mathbf{g}_2 irányban a kontraszt minimálisra eszik. Hasonló érvelés másfajta kristályhibákra is érvényes.

Kontrasztot előidéző Pendellösung-csíkok is gyakran megjelennek a topogramokon. Keletkezésüket a VI. fejezet 2. pontjában értelmeztük. Láthatóságuk foka a rács tökéletesség helyi állapotának szintén kvalitatív mutatója, a csíkok számából pedig a minta lokális vastagságának kvantitatív mérték számára lehet következtetni éppen olyan jól, mintha bármely mechanikai (letapogató) mérőeszközzel dolgoztunk volna. Itt azonban nincs szükség a próbatesttel való érintkezésvételre, amely deformációt okozhat.

2. Direkt és dinamikus képek értelmezése

A diszlokációk topográfiai képeinek tárgyalása során hasznos lehet különbséget tenni a „direkt kép” és a „dinamikus kép” között [83]. Az előzőt azok a torzult zónák hozzák létre, amelyek szorosan a diszlokációk körül helyezkednek el; ott, ahol a Bragg-feltétel szerint reflektálódó sugarak fázisviszonyai megbomlanak az őket körülvevő jóval tökéletesebb mátrixtól reflektálódó sugárához képest.

A dinamikus kép a diszlokációtól távolabb eső enyhébb torzulásokból keletkezik. Az ilyen gyengébb torzulások főleg azért hatnak, hogy az eltolt fázis-szögű sugarak újrendeződését idézik elő a kristály kilépő (hátsó) felületén. A dinamikus kép diffúz; a direkt kép intenzív és jól lokalizálható, feltéve persze, hogy a $\mu_0 \cdot t_0$ szorzat nem sokkal haladja túl az egységet. A mintavastagságok tartományát, amelyben intenzív, lokalizált diszlokációs direkt képek kaphatók, szélesíteni lehet nagyobb áthatoló képességű sugárázással, amilyen pl. a WK_x [80], de az általunk alkalmazott felvételeken a $\mu_0 \cdot t_0 \leq 1$ feltétel AgK_x sugárázásra is megfelelően teljesült. Az intenzív direkt képeknek nincs analóg megfelelőjük az elektronmikroszkópiában. Ezek a képek azért keletkeznek, mert a kristály által keltett Bragg-reflexiók szögtartománya (szóródása) csak egy kis hányada a beeső nyaláb divergenciájának. Ezért az elorientált „mozaik” tartomány a perfekt mátrixtól függetlenül reflektálódva, a beeső sugárázás sokkal nagyobb hányadát képes diffraktált nyalábként elhajlítani, mint a tökéletes mátrix. Intenzív járulékos diffrakció

nem alakulhat ki addig, amíg a torzult térfogatrész ki nem fordul a reflexiós szögtartományból úgy, hogy még „látni” tudja a röntgenszögéből érkező divergens nyaláb felhasználatlan részét. Így azt várjuk, hogy a direkt kép intenzitása élesen a háttér szintje fölé emelkedik, amely szint egyébként a tökéletes kristályrész reflexiójának felel meg. Ez csak annyira van közel a diszlokációhoz, hogy az elhajlító komponens hatására a reflexiós szög (legfeljebb) azt az értéket éri el, amely kb. egyenlő a tökéletes kristály reflexiós görbéje: a rocking curve szög-szélességével. Így pl. ha egy tiszta csavardiszlokációval, amelynek Burgers-vektora \mathbf{b} , párhuzamos a \mathbf{g} reciprok rácsvektor, azt várhatnók, hogy a W képszélesség fordítottan arányos $2\Delta\theta_H$ -val, a perfekt kristály reflexiós görbe maximuma fél-magasságában mért szélességgel (transzmissziós esetben) a következő egyenlet szerint:

$$\frac{\cos(\mathbf{g}, \mathbf{b})}{W} \simeq \frac{1}{W} = c \cdot 2 \cdot \Delta\theta_H, \quad (38)$$

ahol c közelítően egység nagyságú állandó. Tiszta Si diszlokációs képeink végzett mérések c értékét 0,8 körülnek mutatták. Ezt az értéket használva előre megmondhatjuk a diszlokációs kép minimális szélességét. Tehát pl. (110) reflexióra $2\Delta\theta_H = 6,4''$ AgK $_{\alpha}$ esetében és $14,6''$ CoK $_{\alpha}$ esetében. Így tiszta csavardiszlokációra, ahol $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 1$, W várható értéke 2,5, ill. 1,1 μ a kétféle sugárzásra. W értékeit nem könnyű kísérletileg mérni, de néhány közel tiszta csavardiszlokáció topogramja alapján a nyert átlagszélességek: 2,5 μ AgK $_{\alpha}$ - és 2,0 μ CoK $_{\alpha}$ -sugárzásra. A CoK $_{\alpha}$ esetében megfigyelt aránylag nagyobb szélességi érték főleg az instrumentális szélesedést okozó effektusoknak tulajdonítható; az AgK $_{\alpha}$ esetében a kielégítő egyezés viszont leginkább arra utal, hogy ez tényleg megfelel a Burgers-vektor várható nagyságának, ami adott esetben: $1/2 \cdot \langle 111 \rangle$ volt.

Abból a célból, hogy világosan megfigyelhető különösen nagy diffraktált intenzitások alakuljanak ki, a diffraktált nyaláb iránya mentén mért mizorientált régió vastagságának az extinkciós úthossz 5%-ánál nagyobbak kell lennie. E feltétel kielégítése fontos szerepet játszik a képszélességek meghatározásában akkor, ha a diszlokációs feszültségmezők bonyolultabbak, mint a már tárgyalt egyszerű csavardiszlokációs típus esetében. Kombinálva ezt az egyszerű dőlési (tilt) kritériummal, miszerint

$$\frac{b}{d_H} = \sin \Delta\theta_H \approx \Delta\theta_H, \quad (39)$$

ahol $\Delta\theta_H$ a dőlési szög, a diszlokációk direkt képének szélessége az összes irányban kielégítően magyarázható. A minta kihegyesedő élének torzulása miatt nehéz dolog megbecsülni azt a legkisebb vastagságot, amelynél a disz-

lokációs kontraszt már megmutatkozik, de úgy 2μ körülinek tartja a szakirodalom [88], és így belül van azon a tartományon, amelyben a diszlokációk tanulmányozására a mintegy 300 kV-on üzemelő elektronmikroszkóp révén eddig mód nyílt [53]. Az egyes észlelési metodikákhoz alkalmazható mintavastagságok közt így megvalósul a folyamatos átmenet.

A 26a ábrán bemutatott topogram $\text{Co}-\text{K}_\alpha$ sugárzással $\text{Fe} + 3,5\%$ Si ötvözetű anyagról készült; a próba (110) felületére merőlegesen fekvő, közeli-



26. ábra

tően tiszta éldiszlokációs sort szemléltet. A 25μ vastag szeletke ($\bar{1}\bar{1}0$) síksoráról reflektálódott a kép, a diszlokációs sor Burgers-vektora itt $1/2 [\bar{1}11]$. A diszlokációk átlagos távolsága egymástól 4μ körül van, de világosan kivehetők egymástól 3μ -nyira levő egyedek is. A 26b ábra a kristály hátsó (kimenő) felületének maratási gödör-eloszlását mutatja, amely a 26a topogrammal azonos felületre vonatkozik. A diszlokációk a sorban az $[\bar{1}11]$ -gyel párhuzamos Burgers-vektorokkal rendelkeznek, amelyek durva közelítéssel az $(\bar{1}11)$ síkban fekszenek. Ennek a CoK_α -topogramnak a finomabb látszólagos szemcsézettsége és jobb felbontása nyilvánvaló, ha összehasonlítjuk AgK_α -sugárzással készített topogramokkal: ez utóbbiaknál kb. 5μ -nyira kell szétválasztódnia az egyedi diszlokációknak ahhoz, hogy felbontásukat elérhessük.

Az 1 : 1 arányú megfelelést a diszlokációs helyekként értelmezett maratási gödrök és a diszlokációk röntgentopográfiai leképeződései között külön-

böző nem-fémes anyagokra már bebizonyították. Így Si-ra NEWKIRK [104], Ge-ra BONSE [18] és LiF-ra szintén NEWKIRK [105]; ezek laboratóriumban előállított maratási gödrökkel végezték az összehasonlítást, míg LANG [85] gyémántra a természetben előforduló gödrök esetében végzett vizsgálatot. Nincs okunk arra, hogy kételkedjünk benne: fémek esetében is érvényes az egymásnak megfelelés jól maratott gödrök és a topogramok között, de néhány tiszta fémen, pl. Cu-n a LIVINGSTON [91] által végzett vizsgálat azt mutatta, hogy világosan értékelhető képeket csak akkor kapunk, ha a kristály valamely alacsony indexű síkra, a síkhoz képest $2-3^\circ$ -on belül van orientálva.

Végül át kellene tekintenünk a diszlokációk dinamikus képét és felhasználhatóságukat a Burgers-vektorok értelmének meghatározásában [51]. Alkalmos elméleteket legújabbán fejlesztettek ki a Bragg-reflexióban résztvevő röntgensugarak trajektóriáinak kiszámítására torzult kristályokban (PENNING—POLDER [107], KATO [71]). Azt találták, hogyha a Bragg-helyzetű síkok kigörbülnek úgy, hogy a beeső nyaláb irányával bezárt szögük kissé módosul és ha ez nem túl gyorsan változik a kristályon belüli mélységgel (úthosszal), akkor maga a röntgenenergia egy görbült út mentén fog „folyni”. A sugárzás elgörbülése mentén azok a röntgennyalábok a legélesebbek, amelyek helyileg egzakttal pontossággal kielégítik a Bragg-feltételt. A dinamikus röntgenképek értelmezésével részletesebben BATTERMANN—COLE [10] tanulmánya foglalkozik.

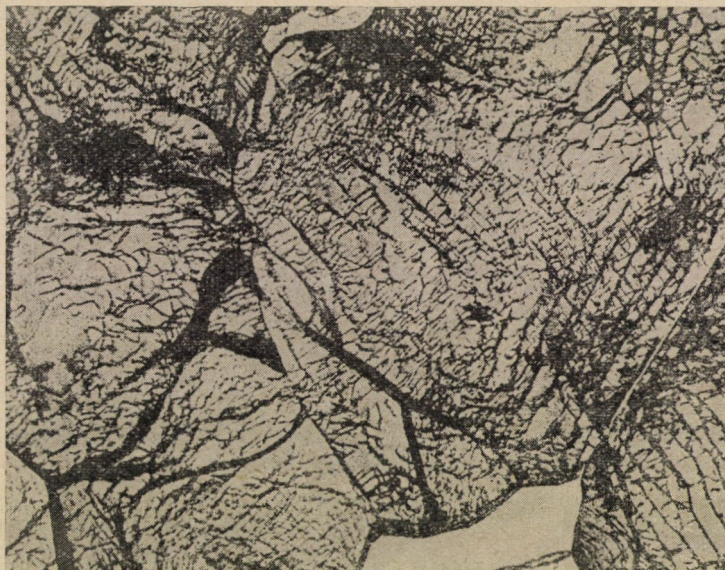
Ha a röntgenabszorpció kicsiny, akkor a $(g \cdot b)$ szorzat egyben a feszültség ésszerű mértékére is utal a direkt képen. A nagy röntgenabszorpciójú tartományban a dinamikus kép válik fontossá és a direkt leképeződés kontrasztja elenyészik. A Burgers-vektor identifikálás a különböző reflexiók esetében jelentkező diszlokációs kontraszt gondos tanulmányozását igényli, beleértve a (hkl) és $(\bar{h}\bar{k}\bar{l})$ képek közötti kontrasztdifferenciát is. A diszlokációs feszültségmezőknek a felület vagy más diszlokációk közelsége okozta módosulása gyakran szembetűnően befolyásolja a diszlokáció láthatóságát. A Burgers-vektorok azonosításához figyelembe kell venni egy sor topogramon mind a direkt, mind a dinamikai elmélet szerint interpretálható evidenciákat (YOSHIMATSU [140]).

3. Egy máshoz kis szöggel hajló szubtartományok képe

A röntgentranszmissziós topogramok világosan szemléltetik a kisszögű határok konfigurációját, mivel a kisszög-határú elemrészletek orientációját a topogramok egyszerű méréséből ki lehet olvasni. A határfelületek nem mutatnak nyilvánvaló hajlamot arra, hogy a kis indexű krisztallográfiai síkokkal párhuzamosan feküdjenek, a szubszemcsék alakja is teljesen véletlennek látszik, és az általunk vizsgált kristálymetszetek sem mutattak valamiféle rendszeres különbséget a metszet közepén vagy a perifériáján található szub-

szemcsék méretei között. Megfigyelték a kisszögű határok széles tartományban történő feszültségváltozását; egy adott kisszögű határ hossza mentén is jelentősen változhat a feszültség.

A 27. ábra közvetlenül mutatja, hogyan oszódik fel blokkokra vagy szubszemcsékre a kristály, amelynek anyaga $\text{Fe} + 3,5\% \text{Si}$. A közöttük levő falak általában vastag sötét vonalakként mutatkoznak. [AgK $_{\alpha}$ sugárzás, (200) reflexió.] A szubszemcsék relatív eltérése (mizorientációja) miatt



27. ábra

nehézkés a minta nagy területeiről azonos intenzitású reflexiót felvenni egyetlen topogramon, különösen akkor, ha a primer nyaláb divergenciáját kis (kevesebb mint 2 szögperc) értéken tartjuk. Ekkor ugyanis a kristály egyedi részei nem tudják egyidejűleg reflektálni a K $_{\alpha}$ vonalpár α_1 és α_2 komponenseit. Fehér terület mutatkozik a 27. ábra alján. Látható tehát olyan zóna, amely határos a fő szubszemcsével, de kifordult a Bragg-reflexió helyzetéből. Adott esetben a szomszédos szubszemcsék közül az egyik a K $_{\alpha_1}$, a másik a K $_{\alpha_2}$ -höz tartozó vonalat reflektálhatja; képeik egymáshoz képest néhány mikromnyira eltolódnak a topogramon.

Két szubtartomány relatív orientációjának teljes meghatározása végett egymáshoz való kölcsönös hajlásukat a mintában három, nem egy síkban fekvő tengely körül kell megmérni. A goniométer szögbeállítása révén egyik vagy másik szubszemcséről Bragg-reflexió csúcsot kaphatunk, a két csúcs közti differencia az eltérésnek csak az adott goniométer-tengely körüli

komponensét indikálja. A kísérleteknél általában nem tervezik a kristálybeállítás szögeinek egzakt bemérését. Ezért, hogy minél több szubszemcse váljék láthatóvá minden egyes topogramon, a beeső nyalábot nem kollimálják annyira szigorúan, mint ami szükséges lenne a K_{α_1} és K_{α_2} hullámhosszaitól származó egyidejű reflexiók megakadályozásához. Célszerű azokat a direkt és indirekt utakat követni, amelyek által a kisszögű határok szerkezete analizálható a topogramon levő diffrakciós kontraszt tanulmányozása alapján.

A legegyszerűbb helyzet akkor áll elő, ha a kisszögű határ hajlása elég enyhe ahhoz, hogy az őt összetevő diszlokációk egyedileg felbonthatók legyenek. A határdiszlokációk sűrűsége, iránya és Burgers-vektorai közvetlen megfigyeléssel így meghatározhatók. Az analízis ezen módszerével Fe-ban CoK_{α_2} sugárzás mellett $17''$, AgK_{α_2} sugárzás esetén $10''$ szöghajlás-különbséget lehetett megkülönböztetni (mint minimális mizorientációt), amely 3, ill. 5μ diszlokációs távolságoknak felel meg.

A kisszögű határ maximális topográfiai kontrasztja általában akkor fordul elő, amikor az őt alkotó diszlokációk direkt képei összemosódnak. Ha a mizorientáció ennél még nagyobb, akkor a rácsstorzulás okozta járulékos diffraktált intenzitás csökken. Elhanyagolhatóvá akkor válik, ha a diszlokációs távolság, amely a torzult zóna mértékét a határ mindkét oldalán meghatározza, az extinkciós úthossz mintegy 5%-ának megfelelő értékre esik le. Ennek megfelelő dőlési szögek: $1' 20''$ AgK_{α_2} - és $3'$ CoK_{α_2} -sugárzás esetére. Az intenzitás fokozódásának beclése itt bonyolult, a „Pendellösung” csíkrendszernek a szöghatáron való megjelenése miatt. Ha a szomszédos szubszemcsék egymástól függetlenül reflektálnak, akkor az egyes tartományok kihegyesedő részeinek intenzitásképei mégis egymásra szuperponálódnak. Olyan esetekben, ha a röntgen-abszorpció jelentékeny és a goniométer-tengely körüli mizorientációs komponens elég kicsi, a röntgensugarak áthaladása közben a szubszemcsék egymást átlapoló részein keresztül mindegyikük reflektálni fog; a Borrmann-effektusnak ez olyan következménye, hogy kontraszt-különbség jelenik meg a topogramon a vonatkozó kisszögű határ (hkl) és $(\bar{h}\bar{k}\bar{l})$ reflexiók képei között. Ennek alapján meghatározhatjuk nemcsak az eltérülés komponensének irányát, hanem az ismert irányú vektor értelmét is [88].

X. Topográfiai módszerek alkalmazásának területei

Az eddig tárgyalt fejezetek is már nyilvánvalóvá teszik, a továbbiakban még több adattal kívánjuk bizonyítani: a röntgentopográfiai módszerek nemcsak a fundamentális kutatások szempontjából fontosak; a kristályhibák roncsolásmentes felismeréséhez, regisztrálásához egyre jelentősebb technológiai érdek is fűződik. A következőkben áttekintjük, hogy a felsorolt célki-

tűzések realizálására az egyes topográfiai metodikák mennyire használhatók, milyen területeken bizonyult alkalmazásuk eredményesnek.

A leggyakrabban előforduló metodikákat ebben a fejezetben a következőképpen rövidítjük:

- BB* a Berg—Barrett-féle reflexiós technika,
LM a Lang-metodika,
AT az anomális transzmisszió (Borrmann—Schwuttke-eljárás),
KK a kétkristályos technika.

1. Diszlokációk és egyéb rácshibák kimutatása

Láttuk, hogy a különböző röntgentopográfiai technikák nagyon érzékenyek a rácstorzulásokra közelítően perfekt egykristályokban. A topogramok értékelésével foglalkozva az is kitűnik, hogy a zónák torzulása az okok széles skálájával magyarázható. Ide értjük a szorosán vett krisztallográfiai hibákon (vakancia, diszlokáció stb.) kívül a kémiai szennyezők, dopoló anyagok nem-homogén eloszlását és a második fázisként kialakuló precipitátumokat is. Ezek az eljárások nemcsak a torzult rácestérfogat-részek jelenlétének és helyének megállapítására alkalmasak, hanem a maximális torzulási gradiens irányának meghatározására is. Identifikálható továbbá, vajon él-vagy csavar-diszlokáció van-e a topogramon, milyen irányú és értelmű a Burgers-vektora. Legújabban észlelni tudták a vakancia-koaguláció [44] és inverziós ikresedés [7] jellegzetes krisztallográfiai vonásait is. Ez utóbbi vizsgálatot berillium-oxid egykristályokon végezték. De sikeresen mutattak ki rácshibákat, diszlokációkat litiumfluoridban [82], gyémántban [85], Si-ban [40, 123], Ge-ban [128, 133, 136], Al-ban [82], galliumban [95], vas-szilícium ötvözetekben [88], indium-antimonidban [101], gallium-arzenidban [108], cinkben [4, 116, 177], ADP-ben (ammónium-dihidrogénfoszfát) [141] és kadmium-szulfid kristályokban [37]. Az *MTA Műszaki Fizikai Kutató Intézetében* először sikerült olyan ZnS egykristályok előállítása, amelyek diszlokációs struktúrája topográfiaailag regisztrálható volt.

Az olvasztással növesztett kristályokban a megfigyelt rácshiba-konfigurációkból a diszlokációs mozgások komplex történetére következtethetünk a kristály lehűlésének függvényében. Si [65] és LiF a magas hőmérsékletű csúszás evidenciáit mutatta: sok nagy hurkot találtak, ahol a hurkok síkja nem volt alacsony indexű. Tiszta Al húzás—lágýtással növesztett kristályai-ban a diszlokációs képek meglepő vonása volt a koaxiális hurkok egész sorozatainak gyakori előfordulása [82]. A hurkok tengelye mindig [110] irányúnak bizonyult és Burgers-vektorai is ugyanebben az irányban helyezkedtek el. A hurok-átmérők nagyságrendje a láthatóság küszöb-értékétől, 1μ -tól fel egészen 50μ -ig terjedt. Megfigyelték, hogy 20 ív-mp -ig terjedően hajló LiF szubhatárokon az egyedi diszlokációk egymástól még éppen valamivel 3μ távolság alatt vannak, az elkülöníthetőség határesetében. Az 5 ív-mp körüli

kisszögű határokkal rendelkező LiF diszlokációi nem sorakoznak egymásra szabályosan; elrendeződésük javul, ha a szögeltérés nő és a diszlokációk egymáshoz szorosabban záródnak. Si-ban kimutattak „stair-rod” (lépcsőfokokra emlékeztető alakú) diszlokációkat is [112], amelyek környezetében szivárgási túláramok fordultak elő.

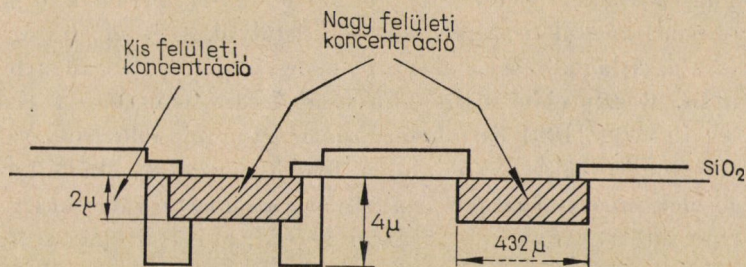
Epitaxiális Si-rétegek nagyon fontossá váltak mesa- és planar-típusú félvezető eszközök esetében. Az ilyen rétegek tökéletességét eddig maratással vagy transzmissziós elektronmikroszkópiával vizsgálták. Újabban topográfiai úton is igazolódott, hogy kb. 10μ vastag Si-rétegekben a főbb imperfekciók réteghiba (stacking faults) jellegűek [111]. A hibák eltűnnek, ha az epitaxiális réteget kémiai módszerrel eltávolítják. A növesztés közben kialakuló hibák oka még nem teljesen tisztázott. Annyi azonban megállapítható, hogy a szubsztátumon található karcok, porszemcsék vagy egyéb szennyeződés kiinduló pontja lehet a rétegződési hibáknak.

Olvasztással kristályosított cinkben is sikerült *BB* technikával gyűrű és spirális alakú diszlokációkat kimutatni [117]. Megállapították, hogy egy idegen részecske-zárvány volt a „lehorgonyzott” Frank–Read-diszlokációképző mechanizmus forrása. A diszlokációkat annál könnyebben lehetett észlelni, mennél kisebb volt a vizsgált anyag rendszáma és abszorpciós együtthatója, mennél kisebb a duktilitása és nyilvánvalóan mennél távolabb estek egymástól az egyes diszlokációk által megzavart rácstérfogatok, azaz mennél kisebb volt a diszlokáció-sűrűség [116]. Megjegyezzük még, hogy a határsűrűség szekciós topográfia esetén felmehet $10^6 \div 10^7$ diszlokációra cm^2 -enként és ennél valamivel többre precipitátumok esetében [82].

2. *Precipitátumok, szennyeződések és diffúzióval bevitt idegen anyagok hatásának detektálása*

Ezeknek a hibáknak a szerepét behatóan tanulmányozták a kristálynövesztés, a diszlokációk keletkezési folyamata alatt és után. Megfigyelték a diszlokációknak mint magképződési centrumoknak a hatását is precipitátumokra. A diszlokációkat túlnyomórészt Cu-atomok bediffundáltatása révén, az ún. dekorálás által is láthatóvá lehetett tenni. Ilyen vizsgálatokat és ezek topográfiai ellenőrzését végezték el gyémánt és kalcit természetes kristályokon, valamint kvarcokon [84]. Erősen szennyezett (dopolt) germániumban, amely „celluláris növekedést” mutató körülmények között szilárdult meg, a szennyezés cellái detektálhatók voltak mind abszorpciós, mind pedig diffrakciós kontraszttal. Ilyen esetekben gyakran fordul elő szegregáció is; ilyenkor a szegregált fázis körül kialakuló torzult mező és diszlokációs eloszlás jól tanulmányozható [82]. KIKUTA és KOHRA [73] *KK* eljárással, Cu– K_α sugárzás és [511] [333] reflexiók felhasználásával mérték a szennyező atomok hatását eredetileg diszlokációmentes Si egykristályok diffrakciós görbéire, meghatá-

rozták a vonalak félértékszélességét és a reflexiócsökkenés százalékát a szennyező atom-koncentráció függvényében. JULEFF és LAPIERRE [68] bór diffúziójával keltett imperfekciók hatását vizsgálták *BB* technikával Si-wafereken. BLECH, MEIERAN és SELLO [17] is megfigyelte diszlokációk keletkezését bórral diffundáltatott zónákon kívül a Si felszíni rétegeiben. Lényegében az *LM*-re emlékeztető szekciós eljárással dolgoztak. Si egykristályon adalékolt arzén, ill. oxigén szennyező hatását is megfigyelték *KK* technikával [74], ekkor a torzult rács-síkok lokális távolság- és irányváltozásait észlelték; egyidejűleg összehasonlító vizsgálatokra is sor került az *LM* és rocking-curve felvételi módszerek között. Konkrét hibaforrásokra figyelt fel FAIRFIELD



28. ábra

és SCHWUTKE [46], amennyiben Si-diódák tipikus gyártási eljárása folyamán bevitt krisztallográfiai imperfekciók hatását írták le, nevezetesen megállapították: foszfor és bór bediffundáltatása céljából a wafereket hőhatásnak teszik ki, amely elősegíti a diszlokációs sávok keletkezését, ez viszont befolyásolja a diódák záróáram-karakteristikáját. A diffúzióval előállított diódák keresztmetszeti geometriájának vázlatos képét szemlélteti a 28. ábra. A szerzők statisztikai és közvetett összefüggést mutattak ki az eszközgyártás minősége és a kristályrács hibák közt. SCHWUTKE és RUPPRECHT [125] a diffúzió által bevitt defektusok hatását gallium-arzenidban is vizsgálat tárgyává tette ugyancsak röntgentopográfiai módszerrel. Más publikációban [47] korrelációba hozzák a röntgentopogramokon észlelt kontrasztokat a különbözőképpen diffundált területek arany-koncentrációjával. Bemutatják az összetett alakzat javasolt mechanizmusának röntgen-evidenciáit és az összetettség hatását a diódák karakteristikájára. Foszforral diffundált Si-ban ugyanis precipitációs nyomok mutatkoztak, különösen a rákövetkező Au-diffúzió után. A komplex alakzat felelős ezért a látszólag nagyfokú Au-oldékonyságért a P-diffúzióknak kitett felületeken, és ez potenciálisan rontja a dióda záróáram-karakteristikáját. Gyorsan kapcsoló elemeknél van ennek különös fontossága. A megfigyeléseket egyébként autoradiográfiai vizsgálattal is alátámasztották. Az Au Si-ba való diffúziójának effektusát már ezelőtt is kutatták [30]. IIZUKA [62] kiderítette, hogy e folyamatnak intersticiális-szubsztitúciós mechanizmusa

van. Cu és Ni bevitelével oxigénmentes kristályokban hamarabb alakulnak ki diszlokációs hurkok, mint Au bediffundáltatása esetén. Az arany egyébként minden más dopoló előzetes bevitele nélkül is képes Si egykristályokban diszlokációs hurkok kialakítására. A hurkok hibastruktúrájának olyan részleteit mutatta ki röntgen-topográfiai úton, amelyek eddig sem réz-dekorációval, sem maratási technikával nem voltak tisztázhatók. MOHR [102] szintén *LM* technikával dolgozott és az antimonnal erősen dopolt Si egykristályok rácshibáinak röntgen-bizonyítékait sorakoztatja fel. *AT* módszerrel hajtotta végre röntgen-vizsgálatait MARUYAMA [94], aki germánium egykristályokban vizsgálta a Sb és As diffúziójának hatását a diszlokációsűrűség változására, ami a dopolás következtében $< 10^2$ -ről $2 \cdot 10^5/\text{cm}^2$ -re növekedett meg. Egyidejűleg γ -besugárzásnak is kitette a Ge-kristályokat és meghatározta a μ' anomális és a μ_0 átlagos térbeli abszorpciós együtttható arányát a besugárzás előtt, ill. után. Részletekbe menő oknyomozó tanulmányban foglalta össze MEIERAN és LEMONS [100] extinkciós kontraszton alapuló topográfiai vizsgálatait. Megállapították: a különböző felületi kezelések különbözőképpen hatnak a diszlokációs alakzatokra, egyébként azonos Si-waferekben. Hasonló eredményekre jutott JÄGER munkatársaival [63], aki a diffúzió keltette diszlokációkat a SiO_2 -ablakforma függvényében vizsgálta. A szándékosan bevitt (adalékolt) szennyezők különböző mennyiségben különböző mérvű kontrasztot idéznek elő a topogramokon, éspedig: a kontraszt nő a szennyezők koncentrációjának emelkedésével.

SCHWUTTKE [123] utal arra, hogy a mikroszegregációt körülvevő, erősen torzult térfogat és a tökéletes Si kristályban jelentkező precipitátumok körüli terület az *AT* letörésére vagy gyengülésére vezet, éppen úgy, mint a diszlokációs vonalak esetében. Ezért az ilyenfajta rácshibák regisztrálását ugyanolyan módon lehet végrehajtani, mint a diszlokációkét. Oxigén-szegregációt, Si-oxidot és rezet Si-ban előzetesen *LM* eljárással tanulmányoztak. Ennek eredményeként az oxigén-szegregáció és réz-precipitáció hatását Si-ban a topogramokon jól lehetett észlelni és megfelelően ellenőrizni. Az *AT*-val történő detektáláshoz, azt megelőzően, a próbatesteket extinkciós technikával vizsgálták meg és válogatták ki.

3. Feszültség okozta rácstorzulások, diszlokáció-mozgások megfigyelése

Olyan kovalens kristályokban, mint amilyen a Ge és a Si, a Peierls-akadály döntő szerepet játszik a diszlokációmozgásokkal szembeni ellenállás tekintetében. Ezekben az anyagokban olyan komplexumok vannak, amelyek más imperfekciókkal való kölcsönhatás révén (mint amilyenek a hosszú diszlokációk és a szennyező atomok) szabályozzák a diszlokációk mozgását. Ge-ban és Si-ban a diszlokációs mozgás kísérleti tanulmányozása viszonylag ideális körülmények között volt elvégezhető, és a nyert eredmények világos

analízise is lehetségessé vált. Az eredmények több vonatkozásban alapul szolgálhatnak más anyagokon végzett hasonló stúdiumok céljára.

CHAUDUHRI és munkatársai [36], STEIN és LOW maratási gödörtechnikáját [129] használva, összefüggést találtak a diszlokációs sebesség és az alkalmazott feszültség között a hőmérséklet függvényében Ge, Si és InSb esetében. KABLER [69] később Ge-ban ugyanezt az összefüggést tanulmányozta JOHNSTON és GILMAN [67] maratási gödör-módszerével, amelyet először Li-F-ra fejlesztettek ki.

A diszlokáció-mozgás részletesebb elméletét félvezetőkre legújabban CELLI és társai [35] adták meg, akik analizálták KABLER eredményeit. Az alapvető feltevések ebben az elméletben a következők:

- a) A diszlokációk hajlékony húrokhoz hasonlóan viselkednek;
- b) egy könyök (kink) kialakulása és tovaterjedése a diszlokációs vonal mentén előforduló imperfekciók — szennyezők vagy lépcsők (jogs) — jelenléte által korlátozódik.

Minthogy ez a fenomenologikus elmélet magábfoglal néhány ismeretlen fizikai paramétert, az alapvető mennyiségek, amilyen a Peierls-energia, a könyökhajlás (kink) stb. nem határozható meg közvetlenül KABLER eredményeinek analízise által. E paraméterekre, alkalmas értékeket feltételezve, a diszlokációs sebesség és alkalmazott feszültség viszonylatában meglehetősen jó egyezést nyertek KABLER eredményeivel. Az alapvető mennyiségekre vonatkozó értékek azonban nem szükségképpen egyeznek az elméletileg előre megjósolt adatokkal. Figyelembe véve a célkitűzést, SUZUKI és KOJIMA [130] vizsgálta az elmélet érvényességét, ugyanis KABLER mérései nem látszottak kielégítőnek, tekintettel az általa alkalmazott szűk feszültségtartományra.

1962 óta SUZUKI és társa a diszlokációk mozgékonyágát Si-ban *LM* eljárással vizsgálta. Ez a módszer a diszlokációmozgás tanulmányozására lényegesen különbözik a hagyományos maratási gödör-módszerektől. Az új röntgen-metodika által lehetségessé vált diszlokációktól mentes kristály-régiókban a diszlokációs magképződés és sokszorozódás tanulmányozása. A diszlokációk mozgásának regisztrálására elegendően nagy külső terhelést alkalmazva, finomítani tudták a KABLER végezte kísérleteket. Világosabban fogalmazva: nem szükséges a kísérleteket megelőzően „friss” diszlokációk bevitelére, miként ezt a régebbi esetekben tették. A továbbiakban még leírásra kerültek a diszlokációsebesség-meghatározás alapelvei az alkalmazott feszültség függvényében, a diszlokációsűrűség-mérés eredményei, valamint a kritikus diszlokációs magképződéshez szükséges feszültség. Összehasonlítást végeztek a megfigyelt makroszkópos folyási feszültség és a Johnston-elmélet [66] alapján számított érték között. Végül diszkutálták CELLI [35] és társai elméletét a röntgentopográfiai kísérletek alapján. Ennek során a Peierls-energia és a kettős könyök-energia numerikus értékeit is megadták egy meredek könyökben hajló modellt véve alapul, ami a megfigyelésekkel egybevágott.

A kísérletek során a próbatesteket először Instron-gépen konstans mozgó befogó-sebességgel egy bizonyos terhelés alatt hajlították és azután leterhelték; így lett *LM* szerint röntgen-megfigyelés alá vetve. Egymás után 4—5 Langtopogram készült sorozatban egy próbatestről; mindegyik felvétel egy-egy feszültségciklus után került regisztrálásra. A [202] sík diffrakciójához AgK_{α_1} sugárzást használtak. Megállapítást nyert, a Si plasztikusan csak egy bizonyos magasabb hőfok felett deformálódik, amely hőfok az alakítás sebességétől függ. A röntgen-megfigyeléseket a leterhelés után szobahőfokon végezték, feltételezve (miként a maratási gödör-kísérleteknél), hogy a diszlokációk, amelyek magasabb hőfokon külső terhelés hatására elmozdultak, gyors lehűtés következtében visszatartathatók, azaz befagyaszthatók.

Ezek a diszlokáció-mozgékonyosságra vonatkozó vizsgálatok tehát mégis kvázi-statikusan tekinthetők. Mint technikai érdekességet említjük meg McMASTER és BATTEMA [96] ötletét, akik olyan televíziós (vidikon) csövet írtak le, amely feltehetően elég érzékeny lesz a röntgensugárzás regisztrálására is, miáltal közel perfekt kristályokban lehet majd a diszlokációk dinamikus viselkedését — *in statu nascendi* — tanulmányozni.

HART [50] kitűnő kristályszeletke-hajlító készüléket közölt, amely rugalmas deformáció közben is lehetővé teszi topográfiai felvételek készítését. Ismertette az izotróp elaszticitás közelítő képletét is, amely a felvétel helyén a deformáció nagyságára érvényes. Egyébként ő is Si-szeletkéket használt, MoK_{α_1} -sugárzással és [220] reflexiók alkalmazásával. A szekciós *LM* topogramokon Pendellösung-csíkok nagy számban fordultak elő. Ezek keletkezését a röntgendiffrakció dinamikai elmélete szerint a KATO [70] által kiegészített formában, a gömbhullámok effektusát is figyelembe véve HART [49] sikeresen értelmezte. Eszerint a csíkok egymástól való távolsága csökken, amikor a deformáció nő, ha a kristályszelet vastagsága egyébként végig állandó. A csíkok képződésénél az interferencia rendszáma a növekvő deformációval megnő.

Az *LM* röntgentopográfia kitűnő roncsolásmentes eszköznek bizonyult a kristályokban levő feszültségmezők (CHIKAWA [37]) és rácsstorzulások (HUNTER [61]) megfigyelésére. ANDO és KATO [2] eredetileg minden rácshibától mentes Si-korongot nyomott meg szimmetrikusan két oldalról ék alakú blokkokkal. *LM* szekciós topográfiát és AgK_{α} sugárzást alkalmazva, a kontraszt-változásokból következtettek a rugalmas feszültségmezők, zónák alakjára és nagyságára. Eljárásuk a fotoelasztikus optikai méréssel látszik analógnak.

MACCRONE [93] *BB* röntgenteknikával végzett vizsgálatokat húzott Al egykristályokon, és sikerült kimutatnia a befogás okozta plasztikus alakváltozás következtében előálló diszlokációs alakzatokat. Kiderítette, hogy a diszlokációk eloszlása a próbatest hossza mentén erősen inhomogén, tehát nemcsak a befogások környezetében, amiről eddig úgy tudtuk, hogy a diszlokáció mozgásának indító effektusa. *BB* technikával tanulmányozta BURNS

és WEBB [32] azokat a diszlokációs elrendeződéseket LiF-ban, amelyek a [010] síkok mentén bekövetkező hasadási törések tovaterjedése közben alakultak ki. Eredményeiket maratási gödör-módszerrel is ellenőrizték. Legújabbban WEISSMANN és KALMAN [138] az *AT* metodikát kombinálta divergens röntgennyaláb-módszerrel abból a célból, hogy a szinkronban mozgatott próbával működő pásztázó (scanning) technika alkalmas legyen Ge, Cu és W egykristályok deformációjával együttjáró rácstorzulások tanulmányozására. Ilyen módon duktilis és rideg kristályok viselkedése egyaránt követhető.

Közel tökéletes Si-lapok felszínére felvitt vékony oxid- vagy fémréteg határzónáiban röntgentopográfiai módszerekkel feszültség mutatható ki. Gőzben oxidált Si-szeletké esetében *LM* eljárással szokatlanul erős kontrasztot figyeltek meg az oxidréteg szélein (MEIERAN és BLECH [99]); felteszik, hogy ennek oka a felületi rácstorzulás lehet. Kontrasztok keletkeztek nemcsak extinkciós, hanem Borrmann-effektus alapján is. Észleléseiket azzal magyarázták, hogy közvetlenül az oxidréteg széle alatti szubsztrátum-zónák a kristály zöméhez képest elhajlottak. Ezért erősebben diffraktáltak, mint a tökéletes kristály-régiók. HARUTA és SPENCER [52] úgy véli, hogy az intenzitás felerősödése arányos a feszültséggradienssel, amelynek az oxidréteg szegélye alatt van éppen maximuma. A torzult zónából diffraktált intenzitást BLECH és MEIERAN [16] legújabbban a lineáris elasztikus elmélet alapján ki is számította, és azt jól összemérhetőnek találta a mért értékekkel. Kimutatták még azt is, hogy ez az intenzitás függ a réteg vastagságától, a szubsztrátum és a vékonyréteg összetételétől, továbbá a bennük levő feszültség előjelétől (húzó- vagy nyomófeszültség-e) és egy geometriai tényezőtől, amely a vékonyréteg diszkontinuitásának irányával függ össze a diffrakciós síksor helyzetére vonatkoztatva. Ugyanezek a szerzők [15] egy másik közleményben rámutatnak, hogy nagy hőmérsékleten felvett topogramokkal követni lehet a feszültségek eltűnését, illetve a húzófeszültség nyomófeszültségbe való átalakulását, és viszont. Utalnak arra, hogy a feszültségek jelentős hányadát a szubsztrátum, ill. a vékonyréteg hőtágulási együtthatója közötti különbség idézi elő, mivel a párologtatás magas hőmérsékletéről lehűtve a két anyagréteg termikus hatásra egymástól eltérő módon zsugorodik.

4. Roncsolt rétegek vastagságának mérése

SACCOCCIO és McKEOWN [114] dolgozatából tudjuk, hogy pl. a fűrészelés vagy polírozás okozta károsodással megzavart réteg mélységét röntgentopográfiai úton viszonylag könnyen meg lehet határozni. A vizsgált esetekben a legnagyobb roncsolt rétegvastagság $12,5 \mu$ volt, de ennek a fele a reális mélység a Si-kristályszeletek legtöbbszörében. A mérések eredménye jól egyezik KNUDSEN [75] germániumon végzett vizsgálatainak adataival, aki a meg-

zavart réteg mélységét a diffrakciós vonal szélességéből következtette ki, így fűrészelés esetén 8μ , lappolás-polírozás hatására 3μ vastagnak találta az eltávolítandó réteget.

Si egykristály [220] reflexiójának felhasználásával és CuK_{α_1} -sugárázással *AT* metodika útján is vizsgálták a roncsolt, polikristályos mozaikszerű felületi réteget. AOKI és MARUYAMA [3] arra a felismerésre jutott, hogy az [111] felülettel párhuzamos síkra merőlegesen a kérdéses kristályvastagságot egy mikron nagyságrendű pontossággal lehet meghatározni.

5. Epitaxiális rétegek vizsgálata

A röntgentopogramok bizonyító erejűek az alapanyagra rávitt új réteg jó epitaxiája tekintetében, érzékelik a diszlokációk jelenlétét vagy hiányát. A *BB* technika látszik legalkalmasabbnak az egykristály-szubsztrátumokra lecsapatott epitaxiális rétegek hibáinak tanulmányozására.

MEIERAN [98] a következőket állítja: minthogy a GaAs és Ge rácsparamétere ($5,6534$ ill. $5,6576 \text{ \AA}$) csaknem azonos méretű, bizonyos reflexiós síkok alkalmasan választott sugárázással lehetővé teszik e két anyag topográfiai szétválaszthatóságát. Ilyen módon az epitaxiális rétegben észlelhető hibák különböző típusai analizálhatók, kimutatva, vajon a növesztés körülményei vagy a szubsztrátum előkészítése okozzák-e a hibaforrást. A vizsgálat folyamán a szubsztrátumban imperfekciók, szennyeződés okozta piramis-növekmények és diszlokációs hálózatok bukkantak elő. Diszlokációk voltak észlelhetők a felvitt anyagban is, de csak 2μ -nál vastagabb rétegekben. A germániumot egyébként ideális szubsztrátumanyagnak tartják GaAs epitaxiális réteg-növesztés alá, mivel a Ge viszonylag nem költséges, a wafer-előállítás technológiája jól ismert, továbbá a Ge és GaAs rácsparaméterei $0,1\%$ -on belül térnek csak el egymástól. Epitaxiálisan növesztett GaAs felületi tulajdonságaival és ikresedési hajlamával foglalkozik HOLLOWAY és BOBB [57] cikke is. *LM* jellegű transzmissziós metodika alkalmazásáról számolnak be BLECH és társai [14], akik SiO_2 vékonyréteg hatására a Si alapanyagban keletkezett feszültségeket figyelték meg az e célra konstruált magas hőmérsékletű röntgentopográfiai kamerában. Az izzítás és lehűlés folyamatát így maximálisan $900 \text{ }^\circ\text{C}$ -on tudták topogramokkal ellenőrizni.

HOWARD és COX [59] reflexiós módszert (*BB* technika) választott a GaAs szubsztrátumok és az epitaxiális Ga (As, P) lecsapatott rétegek tökéletességi fokának meghatározására. Ennek a módszernek különleges előnye, hogy egyszerű, gyors és roncsolásmentes.

Az alapanyag tökéletességének főbb vonásait vizsgálták és hatásait a réteg minőségére. A korábban készített epitaxiális rétegekben polikristályos zónákat ismertek fel; inhomogenitást és összetevő-változást fedeztek fel tovább-

bá az epitaxiális réteg mentén. A vizsgálatot kapcsolatba hozták a lecsapódási eljárás technológiájával. A magnézium szennyezőnek GaAs-ból Ga (As, P)-ba való diffúzióját is tanulmányozták.

Szerzők először a Lang által kifejlesztett transzmissziós módszert tekintették megfelelőnek a 10–30 μ vastagságú epitaxiális filmek minőségének vizsgálatára, amely 0,6 mm vastagságú GaAs alapanyagra került lecsapatásra. Ez a technika 10–60 óra hosszú expozíciós időtartamokat igényelt, és felmerült vele kapcsolatban a szubsztrátum és a vékonyréteg hibái elválaszthatóságának a problémája, mivel az alapanyagban és a rétegben levő hibák az átvilágító topográfiai elrendezés folytán egymásra szuperponálódnak.

Később fejlesztették ki a pásztázva reflektáló módszert; ez a *BB* és *LM* technika kombinációja a GaAs szubsztrátum aktívan növesztett felülete vizsgálatának tanulmányozására. A lecsapatás után ugyancsak ez a módszer alkalmazható a réteg hibáinak kiértékelésére is. Nagy felületű szeletkéket (kb. 8 cm²) vizsgáltak meg ezzel a metodikával.

A leírt diffrakciós geometria speciális tulajdonsága az, hogy külön lehet választani a szubsztrátum és az epitaxiális réteg perfekciójának megítélését. A szubsztrátum-felület topogramja kimutatja a növekedés közben és a mechanikai okokból keletkezett hibákat. Lecsapódás után az epitaxiális réteg függetlenül vizsgálható azáltal, hogy olyan alkalmasan választjuk meg a sugárzást és a reflektáló atomsíksort, hogy ennek következtében a beeső nyaláb behatolási mélysége kisebb, mint a lecsapódott réteg vastagsága.

Megjegyezzük, hogy előbb meghatározták a Ga (As, P) réteg vastagságát, amely teljesen el tudja gyengíteni a GaAs [333] reflexióját, ha rézsugárzást alkalmaznak. Az epitaxiális rétegvastagságot egyébként interferométerrel ellenőrizték. A diffraktált nyaláb megfelelő intenzitását egy szcintillációs detektor-rateméter-kör mint monitor alkalmazásával mérték.

A GaAs szubsztrátumanyag diszlokációs sűrűsége a röntgentopogramokból közvetlenül meghatározható; a vizsgált anyagokban $2 \cdot 10^3$ -tól $8 \cdot 10^4$ cm⁻²-ig találtak hibasűrűséget. A *D* diszlokáció-sűrűség a következő összefüggésből számítható:

$$\varrho_d = \frac{N \cdot 10^5}{X} [\text{vonal/cm}^2], \quad (40)$$

ahol *N* a diszlokációs vonalak azon száma, amelyek 1 mm mérési alaphosszat keresztezve találhatóak a fotolemezen és *X* a beeső sugárnyaláb behatolásának mélysége μ -ban kifejezve.

Mechanikai okokra visszavezethető károsodást észleltek a GaAs szubsztrátumok anyagában. Ha az alapanyagot megmunkálják (fűrészelik, lappolják, polírozzák), az egyedi szeletkéket identifikálás céljából karcokkal vagy egyéb jelzésekkel látják el gyémántbeíró által. Az [111] oldalon ez a kezelés olyan

effektust eredményez, amely az atomsíkok szögtorzulásában jelentkezik, közel a megzavart helyhez.

A Ga (As, P) lecsapatott réteg homogenitásának és egykristályosságának jelentős része van a réteg jó minőségének értékelésében. Az epitaxiális csapadék diszlokációs sűrűsége a félvezető eszközök paraméterei szempontjából kevésbé fontos. Mindazonáltal az egyes imperfekciók természete és koncentrációja a szubsztrátumban és a lecsapatott rétegben tükrözi az epitaxiális növesztési folyamat történetét. Az alapanyag tökéletességi foka, a reaktor-paraméterek és a lecsapatott réteg hibái közti szoros korreláció lehetővé teszi, hogy a perfekció problémáját megoldjuk, ami a növesztési folyamat során merül fel.

A kísérleti munkák kezdetén az elsődleges cél az volt, hogy Ga (As, P) egykristályos filmet növezzenek. A polikristályos csapadékot hátsóreflexiós Laue-eljárás alkalmazásával detektálták, eközben a próba területe $1,0 \text{ mm}^2$ volt, és a teljes csapadék egykristályossága volt a kérdéses. Ezután *BB*-röntgen-topogramot készítettek az egykristályos szerkezettől való eltérések megállapítására, nagyobb felület mentén *LM*-szerű mozgatással. A Ga (As, P) csapadék $[111]$ reflexiójáról krómsugárázással készült topogram számos, a homogén alapintenzitású képre szuperponált foltot mutat. Ezek a mátrixban mizorientált régiók diffrakciójából keletkeztek. A diffraktáló síkokban levő helyi kigömbülést az eltérült régiókkal együtt a P nem-egyenletes eloszlása idézhette elő, vagy polikristályos záródmányok is okozhatták. A mátrix és a foltképek nehéz szétválaszthatósága arra utal, hogy a szögeltérés kicsiny.

Az inhomogén Ga (As, P) lecsapatott réteg tartalmazhat helyi változásokat a P-koncentrációban és ezenkívül idegen szennyező zárványokat. Az összetételbeli változás lehet nagy vagy mikroszkopikus nagyságú a valóságban. Mindegyiket könnyen lehet detektálni röntgen-topográfiai vizsgálattal. A Ga (As, P) réteg mentén mutatkozó összetételbeli változás nem kívánatos a félvezető eszközök felhasználása során. Ennek a változásnak a kimutatása lehetetlennek látszik, ha nem roncsolásmentes a mérés. Említésre méltó, hogy a Ga (As, P) réteg $[111]$ felületéről felvett röntgendiffraktogram széles vonalprofilokat mutatott, amely inhomogenitásra utal. Ugyanennek a rétegnek a $[333]$ topogramja sötét és világos kontrasztú régiókat képezett le egymástól lineáris átmenetekkel elválasztva. Az átmenet egyes oldalain végrehajtott röntgen-összetétel mérés 3%-os különbözetet mutatott foszforban. A P-dús mátrix a világos kontrasztúnak mutatkozó területnek felelt meg. A rácsparaméterben bekövetkező változás, ill. rácstorzulás diffrakciós szög-változást von maga után. A kontraszt megfordult, mivel olyan θ diffrakciós szöget alkalmaztak, amely a P-ban gazdag mátrixhoz volt rendelve.

Mivel a Ga (As, P) lecsapódás hőfokfüggő, valószínűleg a sugárirányú hőmérséklet-gradiens okozta az összetételben talált ingadozást. A lecsapódásokról felvett vonalprofilok is inhomogenitás jelleget bizonyítottak.

Alap és felvitt réteg közti válaszfelület kontrasztjának értelmezése nem egyszerű. LANG [84] úgy véli, hogy a topogramon a válaszfal helye a régi és új kristály között azért ismerhető fel, mert erősebben diffraktáló diffúz sáv jön létre az újonnan növesztett anyag első rétegeiből. Így pl. Si-ban oxigén-dús sávokat mutattak ki, ami a kontraszt által jól felismerhetővé vált.

Az oxigénsáv diffrakciós effektusa részben a több O_2 -t tartalmazó kitágult rácsparamétertől van, részben a rács dőlésétől, amely a kristályfelületeken jelentkező feszültségcsökkenésből ered. Ez utóbbi a döntő tényező. Van tehát fokozatos növekedés a rácsparaméterben a régítől az új kristály felé haladva, de ez talán két- vagy háromszorosa annak, amekkora a rácsparaméter-oszcilláció amplitúdója az oxigénnel, vagy más esetben a foszforral szennyezett sávokban.

Mindezekhez hozzá kell fűznünk, hogy a topográfiai felvételek által kimutatott, ill. értelmezett epitaxia-problémákra más módszerekkel nem sikerült ilyen eredményesen fényt deríteni. Holott az irodalomban számos cikk található a kérdés transzmissziós elektronmikroszkópiával történő tanulmányozására. BOOKER [21] fő célja az volt, hogy a hibák pontos geometriáját felderítse. Részletekbe menő kutatásokat végzett Si-ban előforduló ikresedés, réteghibák és diszlokációk megjelenési formáira vonatkozóan, valamint a Si alapanyagra növesztett epitaxiális Si rétegekben található konfigurációk tekintetében. Megfigyeléseit elektrondiffrakciós metodikával is kiegészítette. Legújabbán ABRAHAMS és BUOCCHI [1] készített transzmissziós elektronmikroszkópi felvételeket gőzállapotból növesztett GaAs rétegekről, amelyek által az előforduló réteghibák és ikresedés kimutatását tűzte ki feladatául. WILKENS [139], ha nem is epitaxia-témában, de szintén elektronmikroszkópos módszerrel dolgozott, összehasonlítva azt röntgen-topográfiai *BB* technikával, deformált Cu egykristályok diszlokációs elrendeződésének analizálására. LOESCH és BROTZEN [92] Instron-gépen elcsúszási deformációt idézett elő elektron-nyalábbal zónázott molibdén-egykristályokban. Elektronmikroszkópot használtak transzmissziós elrendezésben a diszlokáció-sűrűség és a hiba-struktúra meghatározása céljából.

Megállapítható, hogy bár az elektronmikroszkópos felvételek felbontóképessége lényegesen jobb a röntgen-topogramokénál, a topográfiailag vizsgálható kristályvastagságokhoz tartozó belső feszültségmező sokkal jellemzőbb a vizsgált egykristályra, sokkal kevésbé diszturbált, mint az a szupervékony hártya, amely az elektronnyalábok transzmissziója számára elengedhetetlenül szükséges [139]. Amint az I. fejezetben már rámutattunk, a kristályból kimetszett és lemaratott, századmikron nagyságrendű fólia az egykristály *egészére* nézve nem ad felvilágosítást. Holott a félvezető-technológia számára ez fontosabb, mint az alapanyagból kivett, de annak állapotára alig jellemző részlet, hármennyire is lenyűgözően érdekes atomi konfiguráció lehet az önmagában.

6. Sugárzási károsodások megállapítása

A kristályos anyag gyors neutronokkal vagy elektron-nyalábbal való bombázása, az erős besugárzás, a rácshibák elszaporodását okozhatja. Ez is kétségtelen hátránya az átvilágítással dolgozó elektronmikroszkópiai struktúravizsgálatoknak. Röntgen-topográfiai vonatkozásban a hibasűrűség megnövekedése a diszlokációs kontraszt összemosódását, ill. elhalványulását okozza. LANG [82] számolt be arról, hogy a gyenge sugárzások is jelentős hatást váltottak ki. Litiumfluorid-lemez kiválasztott területét sugározták így be és ez a diffraktálóképesség erős növekedését vonta maga után abban a határzónában, amely elválasztotta a besugárzott és sugárkárosodástól mentes területeket egymástól. Az effektus főleg azzal magyarázható, hogy a besugárzott térfogatrész dilatált. Néhány kísérletet végrehajtottak besugárzott gyémántokon is, amely anyag neutron-sugárzás hatására feltűnően homogén módon tágul. Ezért a rácsrend elegendően nagy tartományában fennmaradt úgy, hogy jó diffrakciós kontrasztok keletkeztek még ott is, ahol az expanszió 1%-osnál nagyobb rácsparaméter-növekedést idézett elő. KOMATSUBARA [76] germániumot sugárzott be és vizsgálta a felületi állapot változásait. COLELLA [38] gyors neutronok hatásának tett ki Ge és Si kristályokat annak megállapítására, hogy milyen módon befolyásolja ez az effektus a diffraktált röntgen-intenzitást.

CARRON [33] röntgen-topográfiával olyan diszlokációs feszültségttereket regisztrált szilíciumban, amelyek elektron-nyalábbal történő besugárzás nyomán keletkeztek. WILKENS [139] vizsgálatai az előzőekkel egybehangzóan arra hívják fel a figyelmet, hogy határozott különbség mutatkozott ama kristályok viselkedése közt, amelyek egy részét deformáció után gyors neutronokkal bombázták, illetve azon másik rész közt, amelyet nem tettek ki e hatásnak. A deformált, de nem bombázott Cu-kristályokban a primer diszlokációk bizonyos mértékben képesek voltak az újrendeződésre.

7. Mágneses tartományok tanulmányozása

Ferromágneses lemezanyagokban magnetostrikciós effektusokkal létrehozott rácstorzulások lehetővé tették mágneses tartományok konfigurációjának röntgen-topográfiai kimutatását [82]. Domének, diszlokációk és kishögű szubhatárok egyidejűleg láthatók ugyanazonokon az *LM* útján készített topogramokon. POLCAROVÁ és LANG [110] szerint a felvételek nemcsak a felületi domén-alakzatokat szemléltetik, hanem a minták belsejében levő domén-struktúrák is láthatóvá váltak. Ismételt felvételekkel a topográfiai képek változatainak, a domének mozgásának regisztrálását főleg a Fe + 3% Si ötvözetben végezték.

XI. Összehasonlítás rácshibák kimutatására használatos egyéb eljárásokkal

A félvezető anyagok minőségének megállapítása végett a strukturális imperfekciók mennyiségének és minőségének meghatározására a röntgen-topográfiai módszereken kívül másfajta eljárásokat is használnak. A már említett és kritizált transzmissziós elektronmikroszkópián kívül többé-kevésbé használhatóknak a következőkben felsorolt metodikák bizonyultak:

- a) Maratási alakzatok képzése definiált krisztallográfiai síkokon;
- b) dekoráló technika és infravörös átvilágító mikroszkópia kombinációja;
- c) dekorálás radioaktív arannyal és autoradiogram-készítés;
- d) előzetesen rézzel dekorált próbák aktiválása, majd autoradiográfias felvétel.

Ezeket az eljárásokat a röntgenmódszerekkel teljesítőképességük, információ-tartalmuk és alkalmazásuk korlátai szempontjából hasonlítjuk össze.

BECKER [11] és munkatársai dolgozatából ismeretes, hogy az egyértelmű összehasonlítás komoly taktikai átgondolást kíván. Ahhoz, hogy egy és ugyanazon kristálymintán lehessen a felsorolt eljárások mindegyikét elvégezni, be kell tartani egy bizonyos vizsgálati sorrendet.

Az átvilágító mikroszkópiához a rácshibáknak idegen atomokkal való kidekorálása szükséges. Hogy az eredmények értelmezésébe hiba ne kerüljön, a maratási alakzatok előállítását és a röntgenvizsgálatot még előzetesen, tehát a dekorálatlan kristályon kell végrehajtani. Az alkalmas kristályok kiválasztásához célszerű első lépésben a maratásigödör-technikát végrehajtani. Végül kerül sor az autoradiográfias vizsgálatra.

Mivel ehhez a próbatest (esetünkben Si egykristály) neutron-besugárzása szükséges, ez pedig az abszorpciós élnek a távoli hosszúhullámú tartományba való eltolódását vonja maga után, ezért a szokásosan rendelkezésre álló eszközökkel az átvilágítás útján való megfigyelés már nem lehetséges. Ezért marad utoljára az autoradiogram-technika.

A kémiaiilag támadó hatású elektrolitokban a rácshibák helyei anódként viselkednek a rács tökéletes részével szemben. Ezért a megfelelő oldószerekkel kezelt felületeken, a diszlokációk metsződési pontjaiban mélyedések, gödrök (pit) és domborulatok (hillock) keletkeznek [135]. Ezek külső formájából, a megfigyelt felületek szimmetriájából lehet a diszlokációs hálózatot meghatározni. A diszlokációk általában a kristály növekedési tengelye mentén húzódnak végig. Az ilyenfajta megfigyelések arra utalnak, hogy a maratási alakzatok jellemzők a diszlokációkra, ahogyan ez egyébként a hasított felülepárok maratásának vizsgálatából is kikövetkeztethető. Az értékelés azonban nem feltétlenül egyértelmű.

NÉMETH T.-NÉ és SZÉP I. [103] Ge egykristályokon végzett diszlokációk kimutatására irányuló megfigyeléseket maratási technikával. Megállapított-

ták, hogy a maratási alakzatokat nemcsak a germániumba zárt rácshibák, hanem a felületi szennyezők is nagymértékben befolyásolják. Elsősorban attól függően, hogy a szilárd szennyezőket az alkalmazott marószer oldja-e vagy sem. Tehát a maratási konfigurációk kialakulása nemcsak a kristály rácshibáitól függ, hanem egy sor más faktor játszhat közre, mint pl. a levegő portartalma vagy egyéb kémiai szennyeződés. Az értékelést tehát kritikával, differenciáltabban kell végrehajtani.

Kb. egy évtizede köztudott, hogy a Si egykristály 1μ hullámhossz felett átengedi az infravörös sugárzást, és ezért infravörös kép-átalakító (snooper-szkóp) vagy infravörös fényre érzékeny vidikon-cső alkalmazásával átvilágításban mikroszkopizálható [119]. Minthogy a kezeletlen Si a benne levő diszlokációk pusztja jelenlétéből eredően nem mutat kontrasztot, ezért a diszlokációk helyeit alkalmas idegen atomokkal fel kell dúsítani. Ezt a metodikát először DASH [42] alkalmazta a kristálytérfogatban előforduló diszlokációk vizsgálatára. Ez az ún. dekoráló eljárás Si esetében nem okoz nehézségeket, mivel például a nehéz fématomok a Si rácsban intersticiálisan nagyon könnyen bediffundálnak és előszeretettel az éldiszlokációk mentén helyezkednek el. A rézzel való dekorálás mind az infravörös átvilágító mikroszkópiához, mind pedig a később végrehajtandó autoradiográfia számára (az aktiválás utáni kedvező félérték ideje miatt) jól alkalmazható. A diffúzió hőfoka jelentékenyen a rekrisztallizációs hőfok alatt található. Ezért nem kell tartani a hőkezelés következtében a struktúra lényegbe vágó változásától.

Az így dekorált próbákat a mikroszkópi vizsgálat előtt még egyszer lapolják, kémiailag polírozzák, majd maratják. A felvételeken világosan felismerhető a kristály térfogaton áthúzódó dekorált diszlokációk vonal alakú kifutása. E vonalakat a maratási gödrök árnyékai határolják, amelyek attól függően, hogy a kristály felső vagy alsó oldalfelületén helyezkednek el, különböző élességgel jelentkeznek.

Ha a diszlokációkba beépült idegen atomok radioaktívak, akkor a vizsgált próbafelülettel érintkező fényérzékeny rétegben (fotolemezen) a diszlokáció-eloszlásnak megfelelő feketedések hívhatók elő. A radioaktív anyag Si-ba való bevitelének feltételei nagyon kedvezőek, mivel lehetséges a már dekorált próbát, mind a mátrixot, mind a bevitt atomokat együtt aktiválni. Megállapították, hogy $10^{13} \text{ cm}^{-2} \text{ sec}^{-1}$ neutron-fluxussal való besugárzás hatására radioaktív „nuklidák” keletkeznek egyrészt a Si-ból, másrészt a benne levő szennyeződésekéből, elsősorban a rézből. A 24 óráig tartó besugárzás kielégítőnek bizonyult. A Si-31 aktivitása, amelynél $t_{1/2} = 2,6$ óra, tízszeres félérték-idő, tehát 26 óra után annyira lecsengett, hogy az ugyancsak aktivált dekoráló anyag: a Cu-64 β -sugárzásának regisztrálását ($t_{1/2} = 12,9$ óra) a fényérzékeny rétegen gyakorlatilag nem befolyásolta többé.

Az aktív próbákat felvétel előtt még egyszer fluorsav és salétromsav keverékében megtisztítják, megszáritják és autoradiográfias filmmel direkt

érintkezésbe hozzák. Az expozíciók tapasztalati értéken alapulnak és nem haladják meg a hatszoros félértékidőt, ami itt kb. 73,5 óra volt. A filmeket ezután a szokásos módon előhívták és rögzítették, majd közbenső negatívokról készítettek másolatokat, amelyek — miként az eredetiek — a radioaktív anyag helyein feketednek.

Abból a célból, hogy az egyes leképzési eljárások teljesítőképességéről ítéletet mondhassunk, közöljük a III. táblázatot, amelyben mind az irodalomból ismert, mind pedig az általunk röntgen úton elért felbontási határértékeket szembeállítjuk az elméletileg elérhető adatokkal.

III. táblázat

	Maratás			Infravörös mikroszkópia			Autoradiográfia			Röntgentopográfia (LM módszer)		
	d_h^*	ϱ_d^{**}	Irodalmi hivatkozás	d_h^*	ϱ_d^{**}	Irodalmi hivatkozás	d_h^*	ϱ_d^{**}	Irodalmi hivatkozás	d_h^*	ϱ_d^{**}	Irodalmi hivatkozás
Elméleti érték	0,3	$1 \cdot 10^9$	[43]	0,5	$4 \cdot 10^8$	[43]	2,3	$2 \cdot 10^7$	[55]	1,0	10^8	[84]
Irodalmi érték	1,4	$5 \cdot 10^7$	[11]	5	$4 \cdot 10^8$	[11]	6,6	$2 \cdot 10^6$	[55]	2,5–3	$1,1 - 1,6 \cdot 10^7$	[84]
MTA MFKI röntgenlaboratórium mérési eredménye	—	—	—	—	—	—	—	—	—	3,5–5	$4 \cdot 10^6 - 10^7$	—

* d_h a felbontóképesség [μ].

** ϱ_d a diszlokáció-sűrűség [von/cm²].

Infravörös átvilágító mikroszkópiával a felbontás $0,5 \mu$ lehet az Abbe—Helmholtz-összefüggés szerint, az alkalmazott fény hullámhosszának megfelelően. A gyakorlatilag elérhető felbontóképességet a dekorált diszlokációs vonalak szélessége korlátozza.

A maratási technikával történő leképzés kapcsán az egyes halmazokban a gödrök, ill. kiemelkedések szétválaszthatósága megközelíti a $0,3 \mu$ -t, a látható fénymikroszkópos felbontás határát. A szétválasztás azonban nehézkes, ha a maratási alakzatok sűrűn halmozódnak egymásra. Ez annyira fájulhat, hogy azok a gödrök, amelyek még éppen felismerhetők lehetnének, egymásra szuperponálódnak, vagyis összemosódnak.

Kedvező körülmények között, kb. $2 \mu^2$ maratási gödörfelületek esetén a Si {111} síkjain $5 \cdot 10^7 \text{ cm}^{-2}$ maratási gödörsűrűséget lehet gyakorlati esetben meghatározni, függetlenül attól, hogy azok milyen elrendezésben fordulnak elő.

A röntgen-topográfiai eljárásoktól nem várhatunk ilyen jó felbontási teljesítményt. A jelenleg elérhető felbontás $2,5-3 \mu$ -nál van *LM* esetén. A publikációk legtöbbször adatai szerint a fotolemez-anyagok kedvezőtlen felbontóképessége és a diszlokációs képek véges szélessége miatt ezt a határt rendszerint nem érik el. Laboratóriumunkban egyes esetekben sikerült $3-5 \mu$ felbontású topogramokat készíteni.

Felbontóképességére nézve az autoradiográfiában többfajta tényező játszik szerepet. Így pl. a valóságos körülménynek megfelelően az expozíció-nál fennálló geometriai viszonyok (mintavastagság, kristályfelület—film távolság, a filmemulzió rétegvastagsága), továbbá a filmanyag tulajdonságai és kezelése, valamint nem csekély mértékben az alkalmazott sugárzás energiája. Alacsonyabb energiájú és kisebb áthatolóképességű sugarak esetén, ami a $\text{Cu-64 } \beta$ sugárzásnál is fennáll, erősebb feketedések keletkeznek a fényérzékeny emulzióban, mint nagyobb energiájú sugárzás esetén; az expozíciós idők ez esetben kisebbek, a leképezés elérhető élessége nagyobb. Fenti viszonyok figyelembevételével a $\text{Cu-64 } \beta$ sugárzó alkalmazásakor $2,3 \mu$ a legkisebb szétválasztható távolság. Mivel a Si fajsúlya csak $2,4 \text{ g cm}^{-3}$, a radioaktív sugárzás-gyengülés törvénye alapján a sugárzás Si-ban mintegy $0,8 \text{ mm}$ -es vastagságon tud áthaladni. Ami azt jelenti, hogy a próba $0,8 \text{ mm}$ mélységéből eredő sugárzás még eléri a filmet és megfeketíti azt.

Az ismertetett eljárások mindegyike felvilágosítást ad a Si-ban levő diszlokációk eloszlásáról, ill. a felületre való kifutásáról. Utaltunk rá, hogy az egyedi részleteket többé-kevésbé egymáshoz lehet rendelni. A legtöbb információt az egész térfogatot leképező infravörös mikroszkópia és a röntgen-topográfiai átvilágító (transzmissziós) eljárás nyújtja. A röntgentopográfiában a diszlokációk eloszlásának a felvett képekhez való rendelése egyértelműen lehetséges. A diszlokációk térbeli eloszlását sztereo-képpárok felvételével lehet láthatóvá tenni, amelyek tükrörszimmetrikus síkban és ennek geometriájában készített további felvételekkel nyerhetők.

Maratási eljárással a kristálytérfogaton átfutó diszlokációkról információt csak úgy kaphatunk, ha a maratási konfigurációk a felületek mentén a próbatest mindkét oldalán egymással összehasonlíthatóak. A többi eljárással szemben az autoradiográfiának van a legnagyobb életlensége és ennek következtében legcsekélyebb információ-tartalma. Figyelembe véve a nagy beruházási költséget, az autoradiográfia csak akkor ajánlható, ha a szennyeződések helyeire vonatkozóan nem lehet más módszerekkel egyértelmű eredményekre jutni.

Jó felbontás esetén a maratási módszer kísérletileg a legkisebb ráfordítást igényli és gyorsan keresztülvihető. Rutinvizsgálatokhoz ezért teljesen megfelel az orientált, maratott felületeket ráeső fényben mikroszkopizálni, és a kiugró csúcsok vagy gödrök számából a felületegységre eső rácshibák számát kikövetkeztetni.

Az infravörös mikroszkópia, bár kielégítő felbontással nagyon szemléletes eredményekre vezet, de azzal a hátránnyal jár, hogy a próba további vizsgálatokra, pl. diszlokációvándorlások kimutatására, a réz által blokkolt diszlokációk miatt többé már nem alkalmas. A Lang-féle metodikával készült felvételeknek van a legnagyobb információ-tartalma és még az az előnye is, hogy a kristályminta eredeti struktúráját a vizsgálat nem változtatja meg, tehát teljesen roncsolásmentes. Figyelembe kell azonban venni a röntgen-topográfia viszonylag nagyobb beruházási és üzemeltetési költségeit.

XII. Következtetések, ajánlások

Ebben a tanulmányban bemutatjuk a röntgendiffrakciós vizsgálatok legújabb ágának fejlődését: a különböző fizikai effektusok alkalmazásán alapuló topográfiai módszereket. A rendelkezésre álló ismeretek alapján az alábbi következtetésekre jutottunk:

a) Gyakorlati téren ezek a metodikák elsősorban a félvezető-technológiában váltak be, mint az ott használatos anyagok (főleg Si, Ge és GaAs) szennyeződéseinek és hibastruktúrájának felderítésére alkalmas legkorszerűbb eljárások.

b) Az új vizsgálótechnikák konkrétan a következő területeken alkalmasak hibák, káros effektusok tanulmányozására:

félvezető alapanyagokban (szubsztrátumokban);

epitaxiális rétegekben;

termikus oxidáció utáni állapotban;

felszíni diffúziós folyamatok után;

hasított vagy fűrészelt kristályszeletek roncolt felületi rétegeiben;

elasztikusan vagy plasztikusan deformált egykristályokban;

egyéb technológiai kezelésnek (pl. besugárzásnak) kitett anyagokban.

c) Az ismertetett különböző metodikák és azok kombinációi lehetővé teszik, hogy röntgen-topográfiával a kristályokban levő különféle rács hibák megjelenési formáit és kinetikáját sokoldalúan meg lehessen figyelni, mégpedig viszonylag nagy keresztmetszetek vagy felületek mentén, néhány mikrontól több mm-ig terjedő mintavastagság terjedelemben.

d) Különös figyelmet fordítottak azokra a körülményekre, amelyek következtében a topográfiailag felderíthető hibák csökkentik a félvezető eszközök minőségét. Kimutatták, hogy pl. az n -típusú epitaxiális rétegekben levő hibás struktúrák főleg a szennyezett vagy nem kifogástalanul preparált alapanyag-felületektől erednek. A p -típusú rétegekben végzett vizsgálatok alapján pedig az lett nyilvánvaló, hogy bennük Lomer—Cottrell-típusú diszlokációk fordulnak elő nagy mennyiségben. Ilyenfajta diszlokációkat eddig még csak elektronmikroszkópos technikával sikerült észlelni.

e) A röntgen-topográfia mint roncsolásmentes eljárás felülmúlja az összes többi egykristályvizsgáló módszert, a félvezető anyagokban és alkatrészekben található szerkezeti hibák detektálása tekintetében. Az így nyert információk felhasználhatók az elektronikus alkatrészek megbízhatóságának előzetes becslésére, ill. a gyártmányok minőségének javítására.

f) Az előzőkből következik, hogy a röntgen-topográfiai eljárásokat nem a kész félvezető eszközök, hanem inkább a gyártás egyes fázisainak ellenőrzésére célszerű alkalmazni. Az egymást követő gyártástechnológiai folyamatok végén ajánlatos időnként kiemelni néhány minta-szeletet és ezekről topogramokat készíteni. A null-széria gyártásából rendelkezésre áll olyan etalon-felvétel-sorozat, amely mutatja, hogy a kérdéses technológiai folyamat végén milyen topogramot kell a kristály-szeletről kapni abban az esetben, ha a gyártási művelet előírászerűen ment végbe. Minthogy egy felvétel készítésének ideje legfeljebb néhány óra, lényegében késedelem nélkül be lehet avatkozni a technológiai folyamatba, ha a topogram arra utal, hogy az eszközgyártás előírásos mérőszámai időközben megváltoztak. Folyamatos gyártásra csak akkor kerülhet sor, ha a topogramok bizonyítják: minden műveletet specifikált minőségben hajtanak végre.

g) A röntgen-topográfiai minőségellenőrzéssel kapcsolatos beruházásokra támpontként közöljük az IBM-cégtől származó, idevonatkozó adatokat, amelyek rávilágítanak a metodika anyagi előnyére is. Az *International Business Machines Corporation* félvezető-gyárában 12 röntgentopográfiai kamera dolgozik éjjel-nappal folyamatosan. Ezek kiszolgálását néhány technikus végzi. A havonta készített felvételek száma 500 körül van. Egy-egy röntgengépen két kamera működik; egy gépegység üzembe helyezése mintegy 10 000 dollár költséggel járt. Eszerint a 12 működő kamera felállítása az IBM-nek kb. 60 000 dollárjába került. Ebből az összegből csak egy transzmissziós elektronmikroszkópot lehetett volna beszerezni. Ők tudják, miért választották inkább a röntgen-beruházást.

h) Megemlítjük még, hogy a röntgen-topográfiai metodikák távlati fejlődése elsősorban a képek felbontásának javulása terén várható, amennyiben sikerül majd a csőanód fajlagos felületi terhelésének további növelése, ill. még kisebb térszögű röntgennyalábokkal is gazdaságos expozíciós időtartamokat megvalósítani, valamint finomabb szemcsészetű emulzióval bevont fotolemezeket előállítani, a jobb minőségű nagyítás érdekében.

IRODALOM

1. ABRAHAMS, M. S.—BUIOCCHI, C. J.: *J. Phys. Chem. Solids* **28** (1967), 927.
2. ANDO, Y.—KATO, N.: *Acta Cryst.* **21** (1966), 284.
3. AOKI, H.—MARUYAMA, S.: *J. Phys. Soc. Japan* **20** (1965), 1731.
4. ARMSTRONG, R. W.: *Phys. Stat. Sol.* **11** (1965), 355.
5. ARNDT, U. W.—WILLIS, B. T. M.: *Single Crystal Diffractometry*. University Press, Cambridge 1966; 257.

6. AULEYTNER, J.: *Acta Phys. Polonica* **20** (1961), 371.
7. AUSTERMAN, S. B.—NEWKIRK, J. B.—SMITH, D. K.: *J. Appl. Phys.* **36** (1965), 3815.
8. AUTHIER, A.: *Bull. Soc. Fr. Minéral* **84** (1961); 51, 115.
9. BARRETT, C. S.: *Trans. AIME* **161** (1945), 15.
10. BATTERMAN, B. W.—COLE, H.: *Rev. Modern Phys.* **36** (1964), 681.
11. BECKER, C.—HERBST, E. M.—REITZENSTEIN, W.: *Exp. Technik d. Physik* **14** (1966), 197.
12. BECKER, K.—SCHULZE, D.: *Monatsber. d. Deut. Akad. Wiss.* **6** (1964), 778.
13. BERG, W.: *Naturwiss.* **19** (1931), 391.
14. BLECH, I. A.—GUYAUX, J.—COOPER, G.: *Rev. Sci. Instr.* **38** (1967), 638.
15. BLECH, I. A.—MEIERAN, E. S.: *Appl. Phys. Lett.* **9** (1966), 245.
16. BLECH, I. A.—MEIERAN, E. S.: *J. Appl. Phys.* **38** (1967), 2913.
17. BLECH, I. A.—MEIERAN, E. S.—SELLO, H.: *Appl. Phys. Lett.* **7** (1965), 176.
18. BONSE, U.: *Z. Phys.* **153** (1958), 278.
19. BONSE, U.: *Z. Phys.* **161** (1961), 310.
20. BONSE, U.—KAPPLER, E.: *Z. Naturforschung* **13a** (1958), 348.
21. BOOKER, G. R.: *Discuss. Farad. Soc.* **38** (1964), 298.
22. BORRMANN, G.: *Z. Phys.* **127** (1950), 297.
23. BORRMANN, G.: Röntgen-Wellenfelder in Beiträge zur Physik und Chemie des 20. Jahrhunderts. Vieweg und Sohn, Braunschweig 1960.
24. BORRMANN, G.—HARTWIG, W.—IRMLER, H.: *Z. Naturforschung* **A13** (1958), 423.
25. BORRMANN, G.—HILDEBRANDT, G.—WAGNER, H.: *Z. Physik* **142** (1955), 406.
26. BUBAKOVÁ, R.—DRAHOKOUPIL, J.—FINGERLAND, A.: *Czech. J. Phys.* **B10** (1960), 255.
27. BUBAKOVÁ, R.—DRAHOKOUPIL, J.—FINGERLAND, A.: *Czech. J. Phys.* **12** (1962), 764.
28. BUCK, T. M.: Damaged Surface Layers: Semiconductors, in *The Surface Chemistry of Metals and Semiconductors* (editor: H. C. Gatos) Wiley and Sons, New York—London 1960; 107.
29. BUEREN, H. G. VAN: Imperfections in Crystals. North-Holland Publ., Amsterdam 1960, 325.
30. BULLIS, W. M.: *Solide State Electronics* **9** (1966), 143.
31. BULLOUGH, R.—NEWMAN, R. C.—WAKEFIELD, J.—WILLIS, J. B.: *Nature* **183** (1959), 34.
32. BURNS, S. J.—WEBB, W. W.: *Trans. Metall. Soc. AIME* **236** (1966), 1165.
33. CARRON, G. J.: *Appl. Phys. Lett.* **6** (1966), 304.
34. ČASLAVSKÝ, J.: *Cs. Čas. Fys.* **14** (1964), 331.
35. CELLI, V.—KABLER, M. N.—NINOMIYA, T.—THOMPSON, R.: *Phys. Rev.* **131** (1963), 58.
36. CHAUDUHI, A. R.—PATEL, J. R.—RUBIN, L. G.: *J. Appl. Phys.* **33** (1962), 2736.
37. CHIKAWA, J.: *J. Appl. Phys.* **36** (1965), 3496.
38. COLELLA, R.: *Phys. Stat. Sol.* **14** (1966), 81.
39. CULLITY, B. D.: Elements of X-Ray Diffraction. Addison-Wesley, Reading-London 1956.
40. DANIL'CHUK, L. N.—SMORODINA, G. A.: *Fiz. Tverd. Tela* **7** (1965), 1245.
41. DARWIN, C. G.: *Phil. Mag.* (6) **27** (1914), 315.; 675.
42. DASH, W. C.: *J. Appl. Phys.* **27** (1956), 1193.
43. DASH, W. C.: *Met. Soc. Conf.* **5** (1959), 125.
44. ELISTRATOV, A. M.: *Fiz. Tverd. Tela* **8** (1966), 809.
45. EWALD, P. P.: Dynamical X-Ray Optics in Fifty Years of X-Ray Diffraction (ed. Ewald P. P.). IUCr Publ. Utrecht 1962, 248.
46. FAIRFIELD, J. M.—SCHWUTTKÉ, G. H.: *J. Electrochem. Soc.* **113** (1966), 1229.
47. FAIRFIELD, J. M.—SCHWUTTKÉ, G. H.: *J. Appl. Phys.* **57** (1966), 1536.
48. GOETZBERGER, A.—SHOCKLEY, W.: *J. Appl. Phys.* **31** (1960), 1821.
49. HART, M.: *Appl. Phys. Lett.* **7** (1965), 96.
50. HART, M.: *Z. Physik* **189** (1966), 269.
51. HART, M.—LANG, A. R.: *Acta Cryst.* **A16** (1963), 102.
52. HARUTA, K.—SPENCER, W. J.: *J. Appl. Phys.* **37** (1966), 2232.
53. HASHIMOTO, H.: *J. Appl. Phys.* **35** (1964), 277.
54. HENDERSON, J. C.: *J. Appl. Phys.* **30** (1959), 293.
55. HERRMANN, W.—HARTMANN, G.—BRUST, R.: *Atompraxis* **7** (1961), 315; **8** (1962), 8.
56. HIRSCH, P. B.—RAMACHANDRAN, G. N.: *Acta Cryst.* **3** (1950), 187.
57. HOLLOWAY, H.—BOBB, L. C.: *J. Appl. Phys.* **38** (1967), 2893.
58. HORNSTRA, J.—PENNING, P.: *Philips Res. Rep.* **14** (1959), 237.
59. HOWARD, J. K.—COX, R. H.: The Crystalline Perfection of Melt-grown GaAs substrates and Ga(As, P) Epitaxial Deposits. *Adv. X-Ray Anal.* (ed. Mallett—Fay—Mueller) **9** (1966), 35.
60. HUNTER, L. P.: *Proc. Kon. Ned. Akad. Wet.* **61** (1958), 214.
61. HUNTER, L. P.: *J. Appl. Phys.* **30** (1959), 874.

62. IZUKA, T.: *Japan. J. Appl. Phys.* **5** (1966), 1018.
63. JAKOB, G.—JÄGER, H.—PIEPER, H.: *Sol. Stat. Electronics* (Perg. Press) **10** (1967), 1029.
64. JAMES, R. W.: The dynamical theory of X-ray diffraction in crystals. *Solide State Physics* (Academic Press, New York) **15** (1963), 53.
65. JENKINSON, A. E.—LANG, A. R.: X-Ray Diffraction Topographic Studies of Dislocations in Floating-Zone Grown Silicon in „Direct Observation of Imperfections in Crystals” (ed. Newkirk, J. B.—Wernick, J. H.). Interscience Publ., New York—London 1962, 471.
66. JOHNSTON, W. G.: *J. Appl. Phys.* **33** (1962), 2716.
67. JOHNSTON, W. G.—GILMAN, J. J.: *J. Appl. Phys.* **30** (1959), 129.
68. JULEFF, E. M.—LAPIERRE, A. G.: *Internat. J. Electronics* **20** (1966), 273.
69. KABLER, M. N.: *Phys. Rev.* **131** (1963), 54.
70. KATO, N.: *Acta Cryst.* **14** (1961), 627.
71. KATO, N.: *J. Phys. Soc. Jap.* **19** (1964); 67, 971.
72. KATO, N.—LANG, A. R.: *Acta Cryst.* **12** (1959), 787.
73. KIKUTA, S.—KOHRA, K.: *J. Phys. Soc. Japan* **21** (1966), 1449.
74. KIKUTA, S.—KOHRA, K.—SUGITA, Y.: *Japan. J. Appl. Phys.* **5** (1966), 1047.
75. KNUDSEN, J. F.: Depth of Saw and Lap Damage in Ge Adv. *X-Ray Anal.* (ed: Mueller—Mallett—Fay) **7** (1964), 159.
76. KOMATSUBARA, K.: *J. Phys. Soc. Japan* **17** (1962), 62.
77. LANG, A. R.: *Proc. Phys. Soc.* **B66** (1953), 1003.
78. LANG, A. R.: *Acta Metall.* **5** (1957), 358.
79. LANG, A. R.: *J. Appl. Phys.* **29** (1958), 597.
80. LANG, A. R.: *J. Appl. Phys.* **30** (1959), 1748.
81. LANG, A. R.: *Acta Cryst.* **12** (1959), 249.
82. LANG, A. R.: *J. Phys. Soc. Japan* (Suppl. II) **18** (1963), 332.
83. LANG, A. R.: *Encyclopedia of X-Rays and Gamma-Rays* (ed: Clark). Reinhold Publ., New York 1963; 1058.
84. LANG, A. R.: *Discuss. Farad. Soc.* **38** (1964), 292.
85. LANG, A. R.: *Proc. Roy. Soc.* **A278** (1964), 234.
86. LANG, A. R.: *Magánközlés* 1965.
87. LANG, A. R.—MEYRICK, G.: *Phil. Mag.* **4** (1959), 878.
88. LANG, A. R.—POLCAROVÁ, M.: *Proc. Roy. Soc.* **A285** (1965), 297.
89. LAUE, M. VON: Röntgenstrahl-Interferenzen. Akademische Verlag, Frankfurt/Main, 1960.
90. LEGRAND, C.: La Microscopie par Rayons X, in „Récents Développements de la Microradiographie” (ed. J. J. Trillat). C. E. P. A. Physique Structurale, Saint-Cloud 1963, 7.
91. LIVINGSTON, J. D.: *J. Appl. Phys.* **31** (1960), 1071.
92. LOESCH, H. W. JR.—BROTZEN, F. R.: *Journ. Less-Common Met.* **13** (1967), 565.
93. MACCRONE, R. K.: *J. Appl. Phys.* **38** (1967), 705.
94. MARUYAMA, S.: *J. Phys. Soc. Japan* **20** (1965), 1399.
95. McFARLANE, S. H. III.—ELBAUM, C.: *J. Appl. Phys.* **38** (1967), 2024.
96. McMASTER, R. C.—BATTEMA, J. P.: *NORELCO Reporter* **11** (1964), 3.
97. MEIER, F.: *Z. Physik* **168** (1962), 10.
98. MEIERAN, E. S.: *J. Electrochem. Soc.* **114** (1967), 292.
99. MEIERAN, E. S.—BLECH, I. A.: *J. Appl. Phys.* **36** (1965), 3162.
100. MEIERAN, E. S.—LEMONS, K. E.: A Study of Defects Due to Surface Processing in Silicon by Means of X-Ray Extinction Contrast Topography. *Adv. X-Ray Anal.* (ed. Mueller, Mallett-Fay) **8** (1965), 48.
101. MOHR, U.: *Z. Phys. Chem.* **227** (1964), 235.
102. MOHR, U.: *Phys. Stat. Sol.* **13** (1966), K57.
103. NÉMETH, M.—SZÉP, I. C.: *Acta Techn. Hung.* **54** (1966), 243.
104. NEWKIRK, J. B.: *Phys. Rev.* **110** (1958), 1465.
105. NEWKIRK, J. B.: *Trans. AIME* **215** (1959), 483.
106. PENNING, P.: *Philips Res. Rep.* **13** (1958), 79.
107. PENNING, P.—POLDER, D.: *Philips Res. Rep.* **16** (1961), 419.
108. PETRUSEVICH, R. L.: *Kristallografija* **10** (1965), 562.
109. POLCAROVÁ, M.: *Freiberger Forschungshefte* **B109** (1965), 131.
110. POLCAROVÁ, M.—LANG, A. R.: *Appl. Phys. Lett.* **1** (1962), 13.
111. QUEISSER, H. J.—FINCH, R. H.—WASHBURN, J.: *J. Appl. Phys.* **33** (1962), 1536.
112. QUEISSER, H. J.—GOETZBERGER, A.: *Phil. Mag.* **8** (1963), 1063.
113. RENNINGER, M.: *Z. angew. Phys.* **19** (1965); 20, 34.
114. SACCOCCIO, E. J.—McKEOWN, W.: *J. Appl. Phys.* **38** (1967), 2702.
115. SCHAFFT, H. A.—SCHWUTTKE, G. H.—RUGGLES, R. L. JR.: *IEEE Trans. Electr. Devices* **ED-13** (1966), 738.

116. SCHULTZ, J. M.—ARMSTRONG, R. W.: *Phil. Mag.* **10** (1964), 497.
117. SCHULTZ, J. M.—ARMSTRONG, R. W.: *Acta Metall.* **14** (1966), 436.
118. SCHWARTZ, S.: *Electronics* **40** (1967), 92.
119. SCHWUTTKÉ, G. H.: *The Sylvania Technologist* **13** (1960), 122.
120. SCHWUTTKÉ, G. H.: *J. Appl. Phys.* **33** (1962), 2760.
121. SCHWUTTKÉ, G. H.: *J. Electrochem. Soc.* **109** (1962), 27.
122. SCHWUTTKÉ, G. H.: *J. Appl. Phys.* **34** (1963), 1662.
123. SCHWUTTKÉ, G. H.: Final Report-AFCRL-64-542. GTEL. Bayside, New York 1964.
124. SCHWUTTKÉ, G. H.: *J. Appl. Phys.* **36** (1965), 2712.
125. SCHWUTTKÉ, G. H.—RUPPRECHT, H.: *J. Appl. Phys.* **37** (1966), 167.
126. SCHWUTTKÉ, G. H.—SILS, V.: *J. Appl. Phys.* **34** (1963), 3127.
127. SEEGER, A.: *Theorie der Gitterfehlstellen* (Handbuch der Physik); Bd. 7, Teil I. Springer, Berlin 1955, 383.
128. SHOJI, M.—TAUCHI, S.: *J. Phys. Soc. Japan* **16** (1961), 1253.
129. STEIN, D. R.—LOW, J. R. JR.: *J. Appl. Phys.* **31** (1960), 362.
130. SUZUKI, T.—KOJIMA, H.: *Acta Metall.* **14** (1966), 913.
131. SZÁNTÓ, I.: *Acta Techn. Hung.* **51** (1965), 251.
132. SZÁNTÓ, I.: *Kohászati Lapok* **98** (1965), 495.
133. TAUCHI, S.: *Sci. Rep. Tohoku Univ. Series* **45** (1961), 187.
134. TAYLOR, A.: *X-Ray Metallography*. John Wiley and Sons, New York—London 1961; 152.
135. THEIS, W.: *Telefunken Zeitung* **39** (1966), 315.
136. VASZILJEVSZKAJA, V. N.—DACSENKO, L. I.: *Ukrain. Fiz. Zsur.* **7** (1962), 287.
137. WEBB, W. W.: *X-Ray Diffraction Topography in „Direct Observation of Imperfections in Crystals”* (ed. Newkirk-Wernick). Interscience Publ., New York—London 1962; 29.
138. WEISSMANN, S.—KALMAN, Z. H.: *Phil. Mag.* **15** (1967), 539.
139. WILKENS, M.: *Canadian J. of Phys.* **45** (1967), 567.
140. YOSHIMATSU, M.: *J. Phys. Soc. Japan* **16** (1961), 1465.
141. YOSHIMATSU, M.: *Japan. J. Appl. Phys.* **5** (1966), 29.
142. YOSHIMATSU, M.: *Scanning Type X-Ray Diffraction Micrography (The Lang Method)* Rigaku Denki Co. 1966.
143. YOSHIMATSU, M.—SHIBATA, A.—KOHRA, K.: *A Modification of the Scanning X-Ray Topographic Camera (Lang's Method)*. *Adv. X-Ray Anal.* (ed. Mallett—Fay—Mueller) **9** (1966), 14.
144. YOUNG, F. W.—BALDWIN, T. O.—MERLINI, A. E.—SHERILL, F. A.: *A Camera for Borrmann Stereo X-Ray Topographs*. *Adv. X-Ray Anal.* (ed. Mallett—Fay—Mueller) **9** (1966), 1.
145. YOUNG, R. A.—WAGNER, C. E.: *Brit. J. Appl. Phys.* **17** (1966), 723.
146. ZACHARIASEN, W. H.: *Theory of X-ray Diffraction in Crystals*. John Wiley, New York 1945.

FÜGGELÉK

A tanulmányban előforduló szimbólumok jegyzéke

Jel	Megnevezés	Mely képletben fordul elő*
A	a kristályvastagságnak az extinkciós úthosszra vonatkoztatott viszonyyszáma	12, 14, 17, 21
D	a diszlokációval megzavart térfogat átmérője	35, 36
E	a hullámvektor	a (9) utáni szövegben
F	a struktúra-amplitúdó	8, 12, 13, 21, 22, 23
H	a (hkl) síksor rövidítése	az (1) képlet előtti szövegben
I_0	a monokromatikus primer nyaláb intenzitása	2, 11, 20, 21, 23
I_H	a H síksorról reflektált nyaláb intenzitása	3, 11
$J_0(x)$	a zérus rendű Bessel-függvény	17, 21, 23
K	a polarizációs faktor (értékei a 256. oldalon)	8, 12, 13, 15, 16, 21, 22
K_x	sugárzás fajta	I. táblázat
N	a diszlokációs vonalak száma a topogram 1 mm-es alaphosszán	40
P_0	a monokromatikus primer nyaláb energiafluxusa	1, 2
P_H	a reflektált szekunder nyaláb energiafluxusa	1, 3
R'	az ideális rendezetlen mozaikkristály integrált intenzitása	22, 23
R_i	az ideálisan perfekt kristály integrált intenzitása	12, 21, 23
R_H	az integrált intenzitás, amely egy bizonyos $H = (hkl)$ síksorról reflektálódott	1, 11
S_0	a primer sugárnyaláb keresztmetszete	2
S_H	a szekunder sugárnyaláb keresztmetszete	3
V	az elemi cella térfogata	8, 12, 13, 22
W	a hiba árnyékának szélessége a fotolemezen, kép-szélesség	35, 38
X	a sugár behatolási mélysége	40
b	a Burgers-vektor	30, 37, 38, 39
d_H	a $H = (hkl)$ indexekkel definiált síksor identitás-távolsága	4, 5, 39
d_h	a horizontális felbontóképesség	26, 29, 33, III. táblázat
d_v	a vertikális felbontóképesség	25
d_{\min}	a $K_{\alpha 1}$ és $K_{\alpha 2}$ csúcsok közti felbontás legkisebb távolsága	32
$d\Theta$	a szögdiszperzió	24
e^2/mc^2	$2,82 \cdot 10^{-13}$ cm, az ún. elektronrádiusz	8, 12, 13, 21, 22, 23
f	röntgencső fókusz-átmérője	25, 31, 32
g	segédváltzó	6, 7, 10, 15
g	reciprok rácsektor	37, 38
i_f	a fókusz egyik végpontjának $P_1 - P'_1$ belső kristálytávolságról szóródott képe a fotolemezen	(21. ábrán)
i'_f	a fókusz másik végpontjának $P_1 - P'_1$ belső kristálytávolságról szóródott képe a fotolemezen	(21. ábrán)
l	a fókusz—kristályfelszín közötti távolság	25
m	a kristályfelszín—fotolemez közötti távolság	25, 26, 29
m_{\min}	a kristályfelszín—fotolemez közötti legkisebb távolság	31
r	a megzavart ráctérfogat kerületének a diszlokáció magjától való távolsága	30

* A definiáló képlet sorszáma *dőlt* (kurzív) szedésű.

Jel	Megnevezés	Mely képletben fordul elő
t_0	a kristályvastagság	12, 14, 16, 21, 22, 23, 34, 35
t_{abs}	az abszorpciós úthossz	7, 9, 10, 16
t_{ext}	az extinkciós úthossz	7, 8, 10, 14
t_Z	a sugár úthossza a kristályban levő diszlokációtól a kilépő felületig	35, 36
γ	a Θ -val arányos segédváltozó	12, 13, 17, 18
α	az $(S-S_0)$ eredő és A vektor által közbezárt szög	(16. ábrán)
β	$(S-S_0)$ eredő és az N normális által közbezárt szög	26
γ	a röntgen-nyaláb szögdivergenciája (térszögben)	(26) és (29) utáni szövegben
Δ_B	a Borrmann-delta	34
Δ_{Θ_H}	a szubszemcsék egymásra való dőlésének szöge, szögdivergencia egy bizonyos d_H -val jellemezhető reflexiós síksorra vonatkoztatva	30, 38, 39
$\Delta(\Theta_{K_{\alpha 12}})$	a $K_{\alpha 1}$ és $K_{\alpha 2}$ vonalcsúcsokhoz tartozó Θ szögek közötti különbség	27, 29
ε	az atomos szórási faktorok képzetes tagjainak aránya	34, 35, 36
Θ_H	az adott reflexióhoz tartozó Bragg-szög (a primer nyaláb iránya és a H reflektáló atomsíksor normálisa által közbezárt szög)	1, 4, 5, 8, 9, 12, 13, 21, 22, 23, 24, 26, 31, 32, 33, 34, 35
$\Theta_H \pm \Delta\Theta$	a reflexiók integrálásának határait megadó szögtartomány	1
κ	segédváltozó	15
κA	a kristályvastagságnak az abszorpciós úthosszra vonatkoztatott viszonyszáma	12, 16, 19, 20, 21, 23
λ	a monokromatikus sugárzás hullámhossza	4, 8, 12, 13, 21, 22, 23, 24, 32
μ_0	az abszorpciós együttható térbeli átlagértéke	9, 12, 15, 16, 21, 22, 35, 36
μ_H	a H atomsíksor iránya mentén a rácsban periodikusan abszorbeálódó röntgensugár gyengülési együtthatója	15, 16, 34
ϱ	az integrált intenzitások aránya (kontraszt becsléséhez)	6, 10, 23
ϱ_d	a diszlokáció-sűrűség	40, III. táblázat
φ	segédváltozó	18, 19

Sichtbarmachung von Gitterfehlern in Festkörpern mittels röntgentopographischer Methoden. Die Arbeit bespricht die Entwicklung des neuesten Zweigs der Röntgendiffraktions-Untersuchungen, die auf der Nutzung verschiedener physikalischer Effekte: Extinktion und anomale Absorption beruhenden topographischen Verfahren. Diese Methoden haben sich hauptsächlich in der Halbleiter-Technologie bewährt, als moderne Gütekontrollverfahren für die topographische Registrierung der Verunreinigungen und der Fehlerstruktur der dort begründlichen Werkstoffe, in erster Reihe Si, Ge, GaAs. Die kritische Übersicht über die Anwendungen auf diesem Fachgebiet beruht auf der neuesten Literatur und den eigenen Versuchsergebnissen des Verfassers.

Making Visible the Lattice Defects of Solids by X-ray Topographic Methods. The paper presents the development of the newest branch of the X-ray diffraction methods, the topographic methods based on the utilization of different physical effects: extinction and anomalous absorption. These methods have been proved chiefly in semiconductor technology, as modern quality control methods suitable for mapping the impurities and the defect structure of the materials used, mainly of Si, Ge and GaAs. The critical review of the applications is based on the most recent literature and on the author's own experimental results.