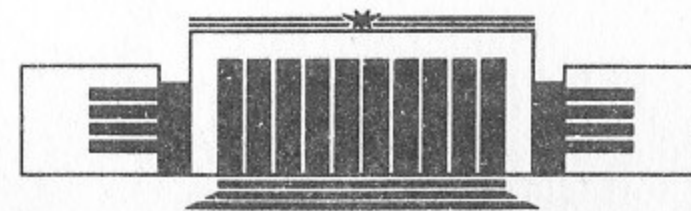




В.Е. Панченко

РЕНТГЕНОВСКАЯ ТОМОГРАФИЯ  
НА ПУЧКАХ ВЭПП-3 И ВЭПП-4 И  
СРЕДСТВА ВИЗУАЛИЗАЦИИ  
РЕНТГЕНОВСКИХ ИЗОБРАЖЕНИЙ

ПРЕПРИНТ 86-159



НОВОСИБИРСК

1986

В.Е.Панченко

РЕНТГЕНОВСКАЯ ТОПОГРАФИЯ НА ПУЧКАХ СИ ВЭШ-3 и ВЭШ-4  
И СРЕДСТВА ВИЗУАЛИЗАЦИИ РЕНТГЕНОВСКИХ ИЗОБРАЖЕНИЙ

АННОТАЦИЯ

Приведен краткий обзор работ по рентгеновской топографии, выполненных на пучках СИ накопителей ВЭШ-3 и ВЭШ-4, и работ по средствам визуализации рентгеновских изображений на основе телевизионных устройств и приборов с зарядовой связью (ПЗС) в Институте ядерной физики (ИЯФ) СО АН СССР. Обсуждаются основные параметры и перспективы использования и развития этих приборов.

Рентгенотопографические работы на пучках СИ в Новосибирске были начаты около десяти лет тому назад. Исчерпывающий список публикаций по этой теме, а также по детекторам рентгеновских изображений в ИЯФ имеется в выпущенном накануне VII Всесоюзного Собрания по использованию синхротронного излучения СИ-86 библиографическом указателе [1].

На накопителе ВЭШ-3 топографистами Института кристаллографии АН СССР выполнены исследования фазовых переходов в кристаллах группы KDP (в том числе с использованием рентгенвидиконов) и реальной структуры бездислокационных кристаллов кремния с использованием монокристаллов монохроматоров. Здесь также были проведены топографические съемки сильно поглощающих кристаллов: парателлурита и бериллата лантана (Минералогический отдел Института геологии и геофизики СО АН СССР). Дважды работала на пучке СИ ВЭШ-3 группа топографистов под руководством Д.К.Боузона (Великобритания: Уорик - Дарсбери, Глазго, Дарем); съемки монокристаллов кремния и гадолиний - галлиевого граната (ГГГ) выполнены совместно с З.Шоуреком

из Праги. На ВЭП-3 проведены топографические исследования высоко-температурного распада твердого раствора кислорода в монокристаллическом кремнии ([2]) и структурных особенностей монокристаллов ГГГ ([3]) совместно с институтом "Гиредмет" и реальной структуры кристаллов  $Cd_xHg_{1-x}Te$  ([4]) совместно с Институтом полупроводников АН УССР (Киев).

Параллельно с топографическими использовался дифрактометрический двухкристальный метод для исследования структурного совершенства монокристаллов по методу кривой качания, в том числе для измерения кривизны монокристаллов по методу двух линий ([5]). Предельные угловые флуктуации в схеме  $(n, -n)$  не превышали  $5 \cdot 10^{-2}$  угловой секунды. При повторной записи кривой качания смещение ее пика относительно предыдущей позиции не превышало 0,1 угловой секунды. Методика обеспечивала многократную запись кривых качания с полной шириной на половине высоты (ПШПВ), равной 0,5 угловой секунды, с относительной среднеквадратичной погрешностью ПШПВ менее 10% (доверительная вероятность 95%) при затрате времени на запись одной кривой качания менее 10 мин.

В 1983 году начала работу станция "Топография и дифрактометрия" бункера СИ накопителя ВЭП-4 ([6]). На этой станции совместно с топографистами из Праги было выполнено исследование ростовых дефектов монокристалла ГГГ и структуры ферроэластических (ян-теллеровских) "доменов" в монокристалле марганец-германиевого граната ( $MnGeG$ ) ([6]). Запланировано исследование динамики этих "доменов" на пучках СИ в Новосибирске. Здесь также выполнены рентгенотопографические исследования дефектной структуры монокристаллов комплексных соединений с атомами никеля в качестве комплексобразователей (Институт химии твердого тела и минерального сырья СО АН СССР) ([7]), природных алмазов (Центральный научно-исследовательский геолого-разведочный институт (Москва)) и герма-

ната висмута (Ленинградское научно-производственное объединение "Буревестник"). Значительное внимание уделено монокристаллам и эпитаксиальным структурам полупроводниковых материалов ([8]): кремния ([9]), в том числе с использованием секционной топографии ([6], [10]), а также легированных арсенида галлия ([11], [12]), фосфида галлия ([11]) и фосфида индия ([12]).

При съемках в белом пучке СИ (ВЭП-3) в отражении по Брэггу легко визуализируются краевые дислокации в феррит-гранатовой пленке, выращенной на подложке из ГГГ. Рис.1 демонстрирует две топограммы, соответствующие рефлексам, полученным в одной съемке. Формирование изображений дефектов в кристаллах с экстинкционным (прямые - кинематические - изображения), промежуточным (суперпозиция кинематических и динамических изображений) и бормановским контрастом при топографических съемках на пучках СИ из-за полихроматичности последнего имеет существенные отличительные особенности в сравнении с традиционными методами с использованием линейчатого излучения рентгеновских трубок. Эти особенности ждут конкретной теоретической интерпретации. Проведено сравнение контрастов изображений ростовых дефектов в монокристалле ГГГ при съемках на СИ ВЭП-4 в отражении по Лауэ и по методу Ланга (рентгеновская трубка) ([6], [13]). Бормановские изображения дислокаций в монокристаллах арсенида галлия, полученные на белом пучке СИ ВЭП-3 в рефлексе  $(220)$  с длиной волны  $0,7 \text{ \AA}$ , являются более четкими и контрастными, чем при съемке по Борману на  $K_{\alpha_1}$  излучении рентгеновской трубки с медным анодом ([14]). Качество изображения ян-теллеровских "доменов" в  $MnGeG$ , полученного в белом пучке СИ ВЭП-4 в отражении по Брэггу, не уступает качеству изображения, полученного на двухкристальном спектрометре с малодисперсионной монохроматизацией в излучении  $Cu K_{\alpha_1}$  рентгеновской трубки ([6]). В общем случае монохроматизация, разумеется, делает изображения дефектов

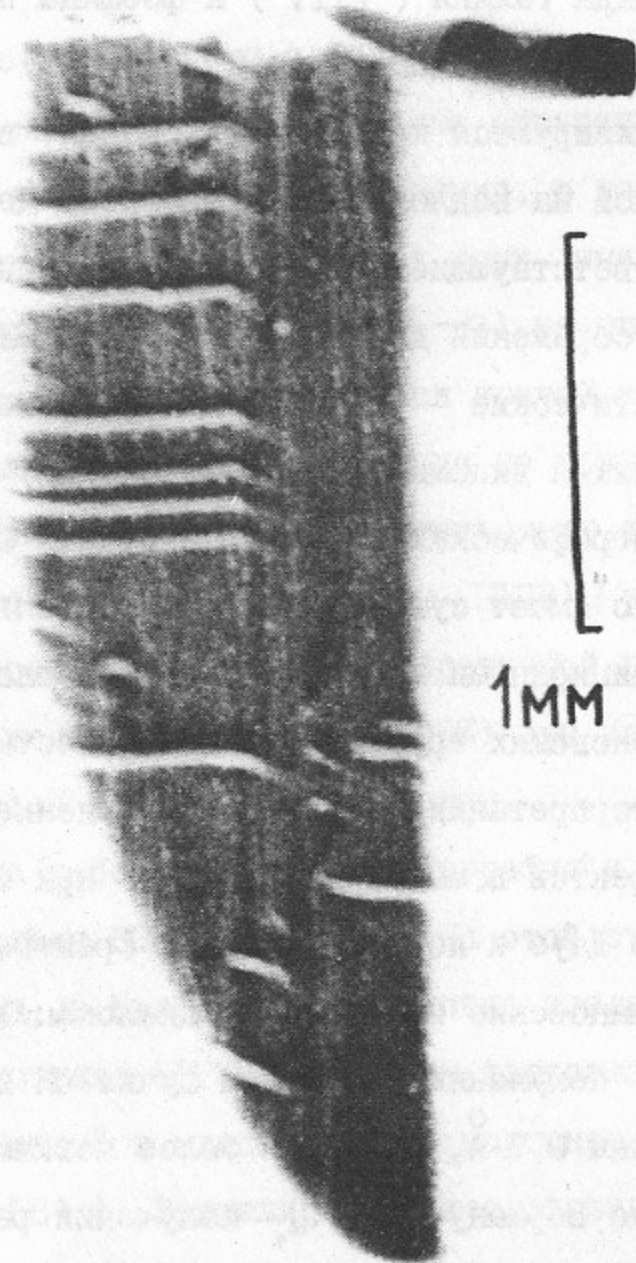


Рис. 1а).

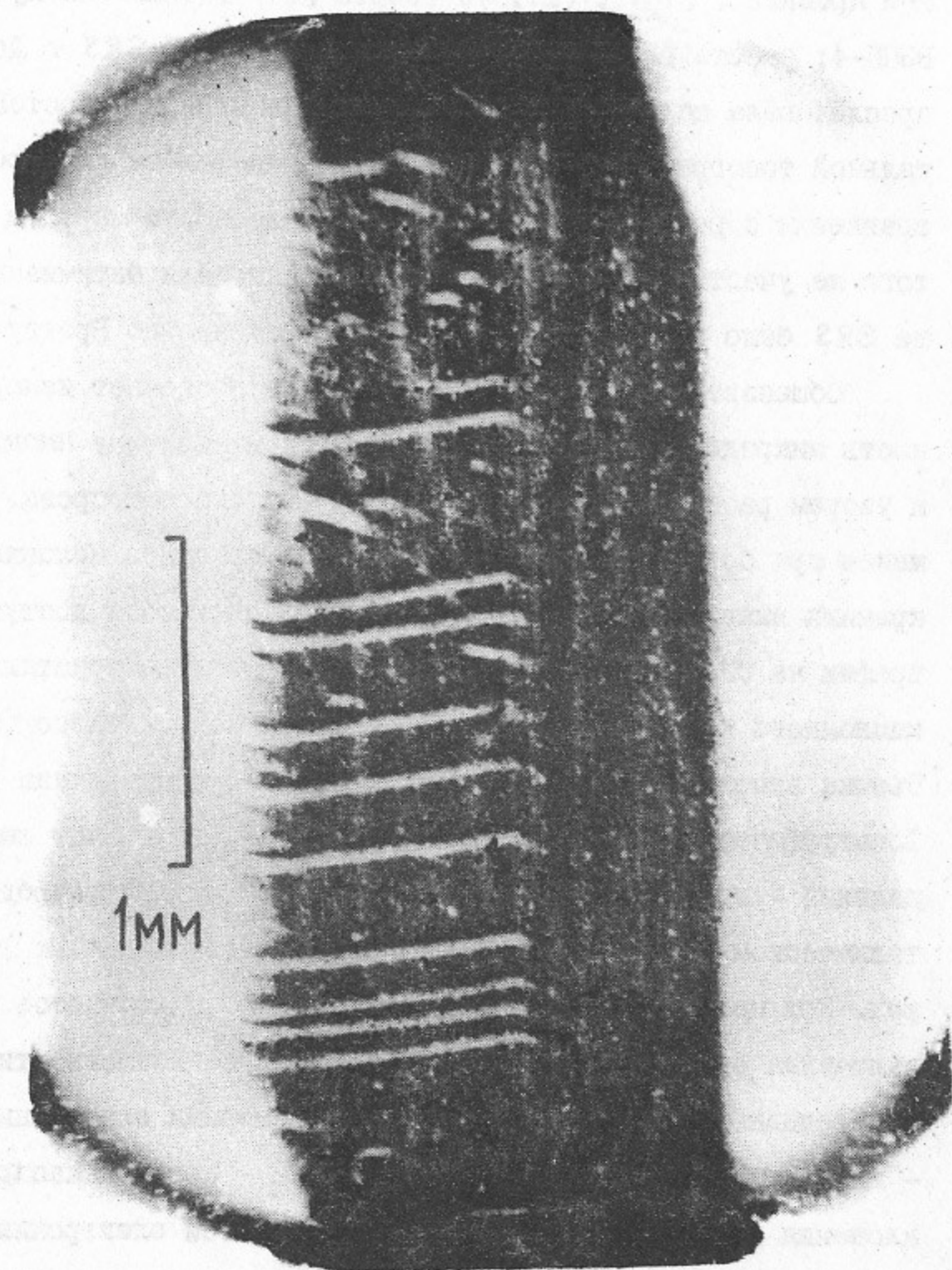


Рис. 1б).

более сочными ([15], рис.2). Рис.2а) демонстрирует поля деформаций, создаваемых каплей пчелиного воска на поверхности образца.

В последнее время внимание было привлечено к топографической визуализации микродефектов в монокристаллическом бездислокационном кремнии ([16], [17]). Работа [16] сделана на пучке СИ ВЭШ-4; работа [17], выполненная на пучке СИ SRS в Дарсбери, преследовала целью установление предельных возможностей однокристалльной топографии по отношению к микродефектам для последующего сравнения с результатами съемок плоскостным методом одного и того же участка одного и того же образца. Для оптимизации съемок на SRS было выбрано асимметричное отражение по Брэггу и по Лауэ.

Общеизвестно, что только травление позволяет измерять плотность микродефектов и классифицировать их по типу ямок травления и узорам распределения плотности на поверхности среза. Тем не менее при большой плотности микродефектов в бездислокационном кремнии выявление узоров распределения плотности доступно и топографии на СИ. Это демонстрирует топограмма монокристалла бездислокационного кремния, выращенного методом Чохральского (рис.3). Съемка выполнена на белом пучке СИ ВЭШ-3 в отражении по Лауэ. Топографические съемки на пучке СИ ВЭШ-4 дали опыт выявления выделений - продуктов распада твердого раствора кислорода в монокристаллическом кремнии - после его отжига при различных температурах. При невысоких температурах около 900 С удавалось выявлять включения вплоть до 15 мкм. Принципиальные возможности для этого обеспечиваются малыми эффективными размерами электронных сгустков - источников СИ (см. Таблицу).  $\sigma_x$  и  $\sigma_z$  - средние квадратичные отклонения гауссовых распределений плотностей электронных сгустков соответственно по горизонтали перпендикулярно к орбите и по вертикали. Практически соответствующее геометрическое разрешение обеспечивается только фотоэмульсиями в качестве детекторов рент-

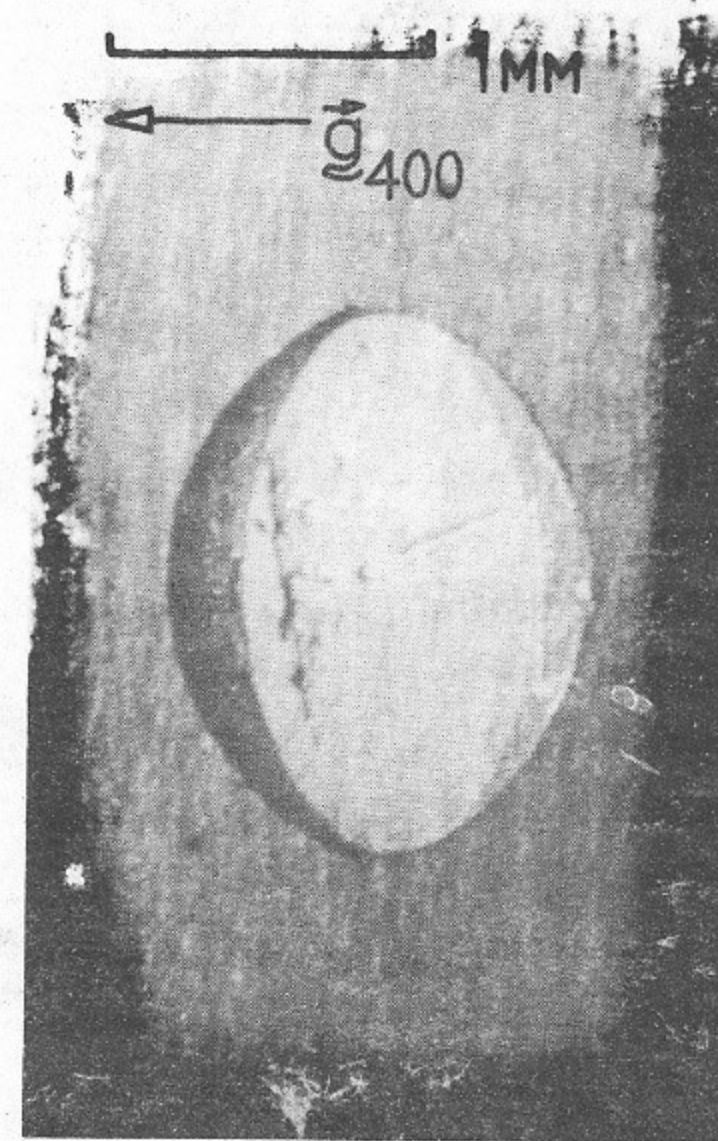


Рис.2а).

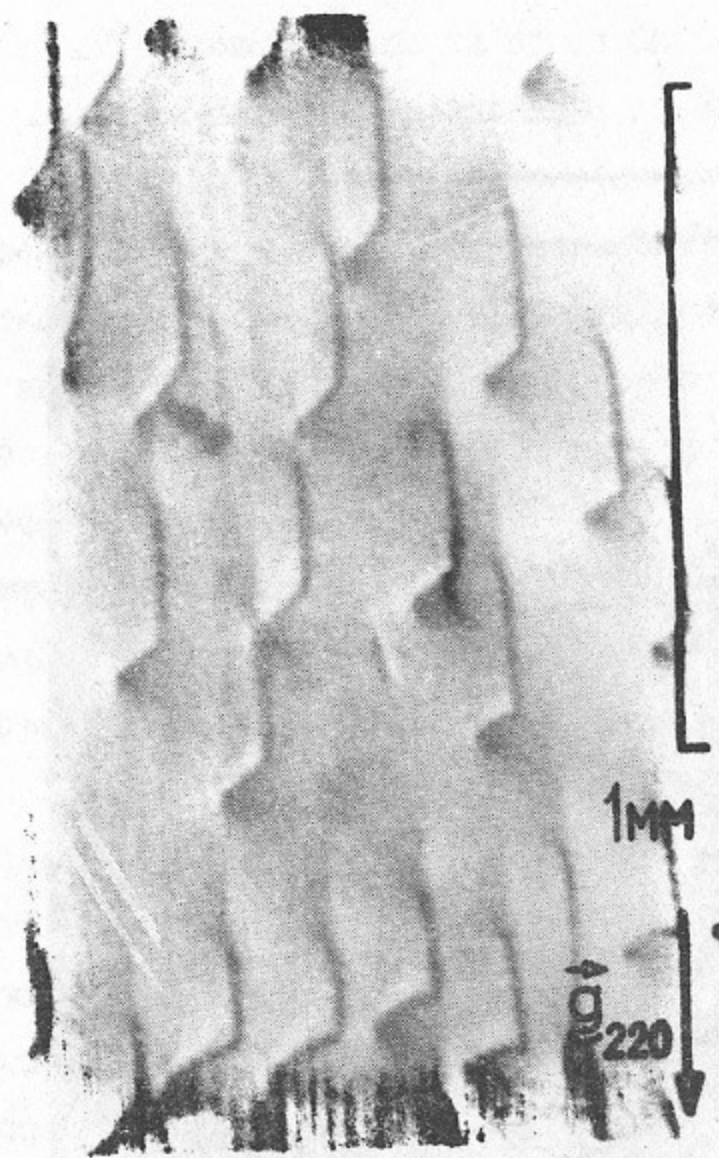


Рис.2б).

**Рис.2.**

ВЭШ-3. Энергия электронов 2,2 ГэВ. Монохроматор – бездислокационный кремний (400) по Брэггу.  $\lambda = 1,48 \text{ \AA}$ . Образец – кремниевая эпитаксиальная структура (100). а) – отражение по Брэггу в максимуме кривой качания ( $n, -n$ ) ; б) – отражение по Лауэ в максимуме кривой качания ( $n_1, n_2$ ) ( $\mu t \sim 5$ ).

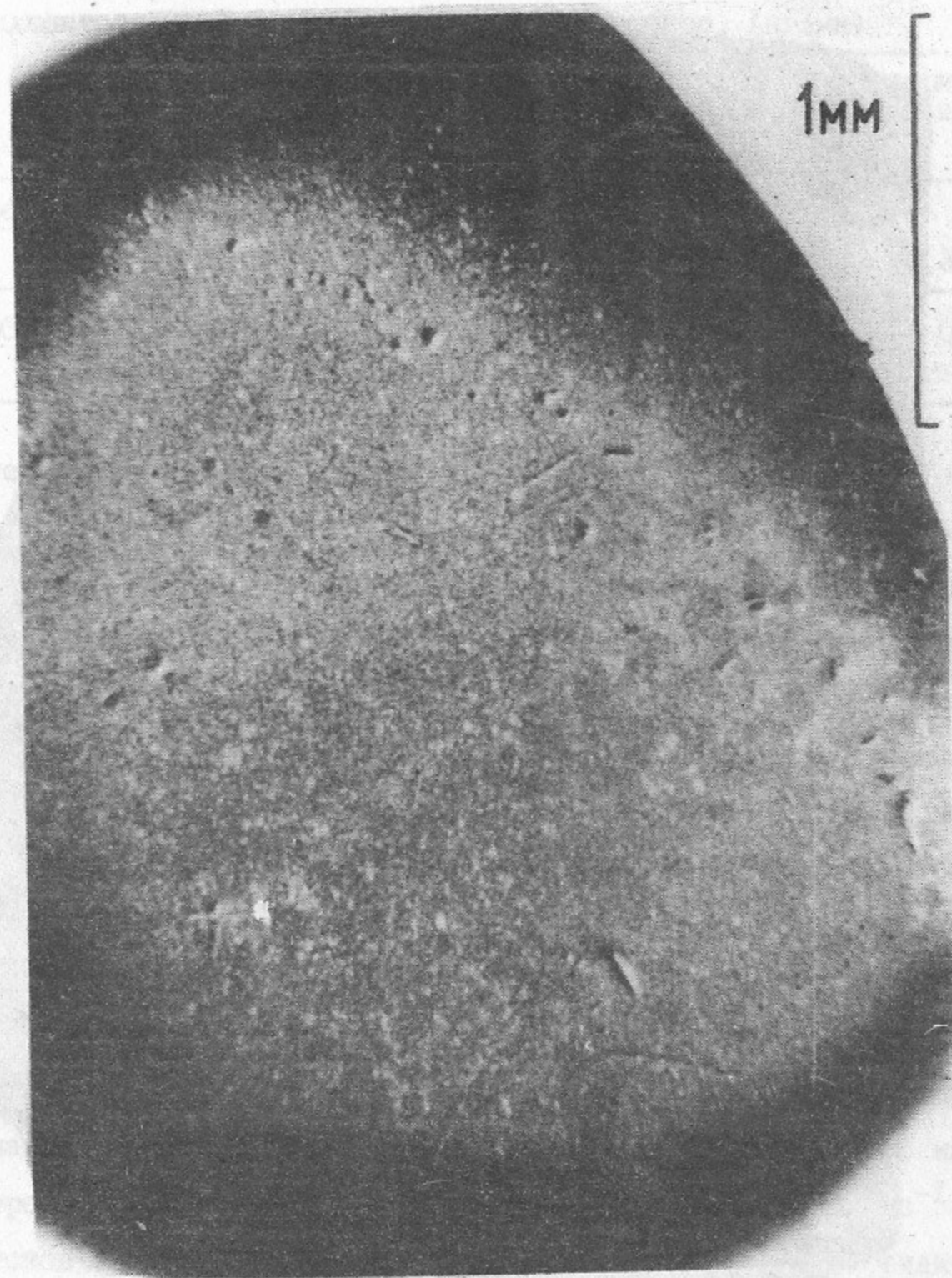


Рис.3а).



Рис. 36).

Таблица

Накопитель	ВЭП-3	ВЭП-4	SRS (Лаборатория Дарсбери, Англия)		
			Поворотные магниты	Вигглер с магнитным полем 5 Т	Модернизация (проект)
$\zeta_x$ , мм	0,85	0,87	5,5 (расч., экс.)	5,5 (расч.)	1,3
$\zeta_z$ , мм	0,09	0,38	0,3 (расч.) 0,17 (экс.)	0,30 (расч.)	0,17-0,30

геновских изображений: 1 мкм (холодное проявление) – 10 мкм.

Электронным средствам визуализации рентгеновских изображений пока еще недоступно такое разрешение. Основной прогресс достигнут в снижении порогов чувствительности телевизионных средств визуализации. На рис. 4 приведены зависимости порогов чувствительности рентгеновидикона со стеклоуглеродным входным окном для дефектоскопии подвижных объектов (верхняя кривая) и супервидикона с люминофорным (оксисульфид гадолиния) преобразованием рентгеновского излучения в свет (нижняя кривая) ([18]) от энергии фотонов. Высокую чувствительность имеет также линейный формирователь видеосигнала (ЛФВС) на основе ПЗС: пороговая плотность потока фотонов для линейного ПЗС с поверхностным каналом, имеющего элементы – МОП-емкости (ячейки) – с размерами 15 мкм x 15 мкм, при времени накопления около 150 мс достигает  $3 \cdot 10^6 \text{ см}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$  для фотонов с энергиями 8–20 кэВ ([19]). Оба ЛФВС: супервидикон с люминофорным экраном и ПЗС – обладают большим динамическим диапазоном. Зависимость яркости эталонного рентгеновского изображения на экране монитора от плотности потока фотонов, соответствующих линии  $\text{MoK}_{\alpha_1}$ , для оксисульфида гадолиния в качестве люминофора

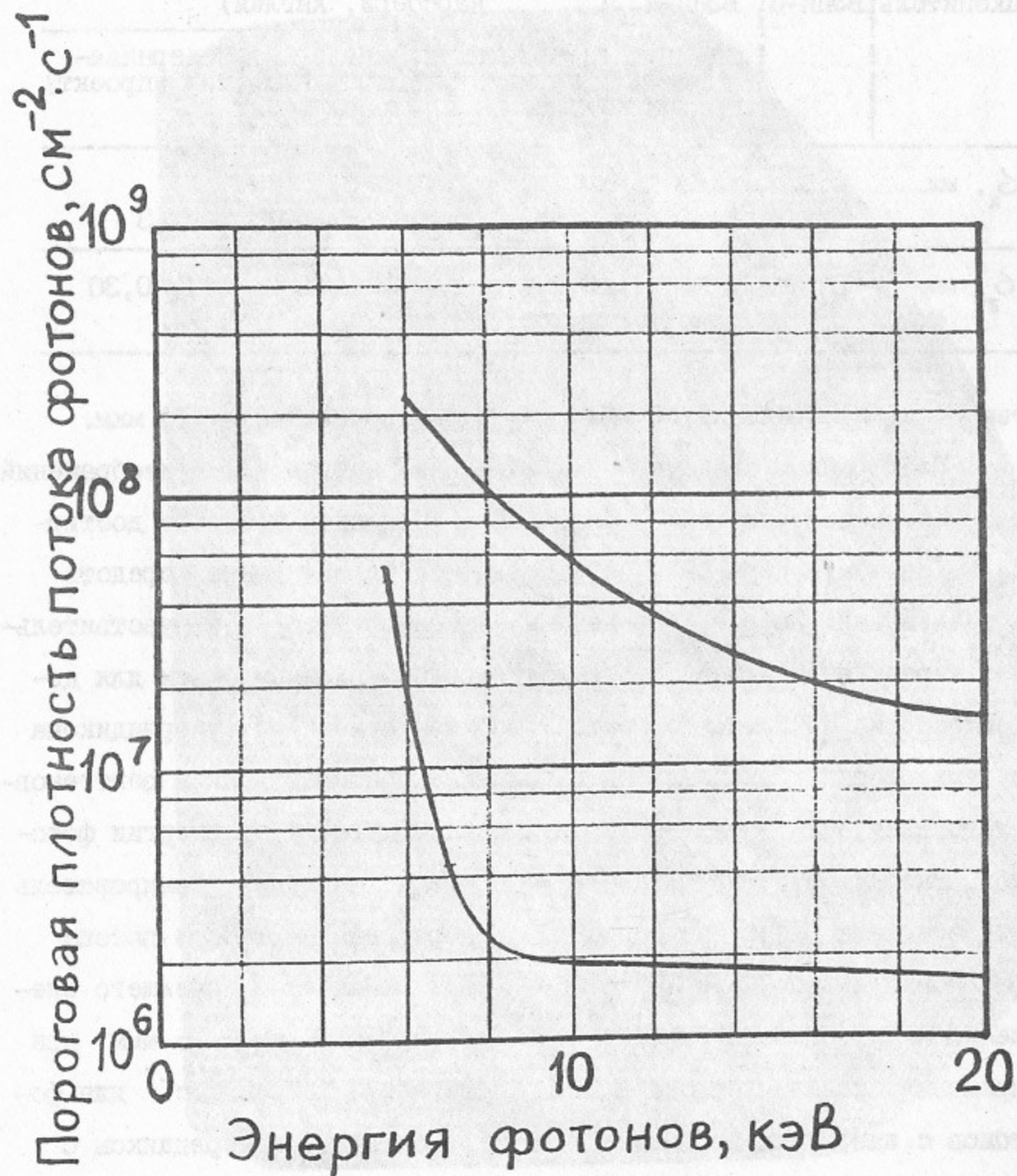


Рис.4.

приведена на рис.5 ([18]). Точки на кривой зависимости обозначают соответственно: А - порог чувствительности; В - начало линейного участка; С - конец линейного участка. В работе [19] зависимость амплитуды сигнала с фоточувствительной области ПЗС от плотности потока моноэнергетических фотонов, соответствующих линии  $Cu K_{\alpha_1}$ , доведена вплоть до  $6,7 \cdot 10^8 \text{ см}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$  (до 230 фотонов на ячейку за время накопления 153,7 мс). График указанной зависимости представляет собой прямую.

Что же касается геометрического разрешения ЛФВС, то надо отметить следующее. Применяемый с 1946 года общепринятый телевизионный стандарт имеет следующие параметры: разложение изображения на 625 строк в двух полукадрах; 25 кадров в секунду; 40 мкс на одну строку (без обратного хода луча); полоса телевизионного тракта около 6 МГц. В среднем этот стандарт обеспечивает разрешение около 35 мкм. Оно не может быть ухудшено волоконно-оптическим входным окном супервидикона, так как его гексагонально упакованные стекловолокна имеют диаметр 8 мкм. Ухудшает разрешение слой люминофора на входном окне супервидикона, причем в тем большей степени, чем прозрачней люминофор по отношению к свету собственной рентгенолюминесценции ([18]). Большинство люминофоров (оксисульфиды гадолиния, иттрия и лантана, например) - керамики, поэтому их прозрачность, упомянутая выше, не превышает 100 мкм ([18], [20]). Но уже эта величина вступает в противоречие с разрешением, обеспечиваемым телевизионным трактом. Поэтому супервидикон с люминофорным экраном позволяет визуализировать лишь грубые дефекты в кристаллах типа доменных стенок и единичных краевых дислокаций. Принципиальный путь к улучшению разрешения видится в создании шайбы со сцинтилляционными волокнами малого диаметра, которые в силу их высокой поглощательной способности по отношению к жесткому рентгеновскому излучению и прозрачности для света позволят при



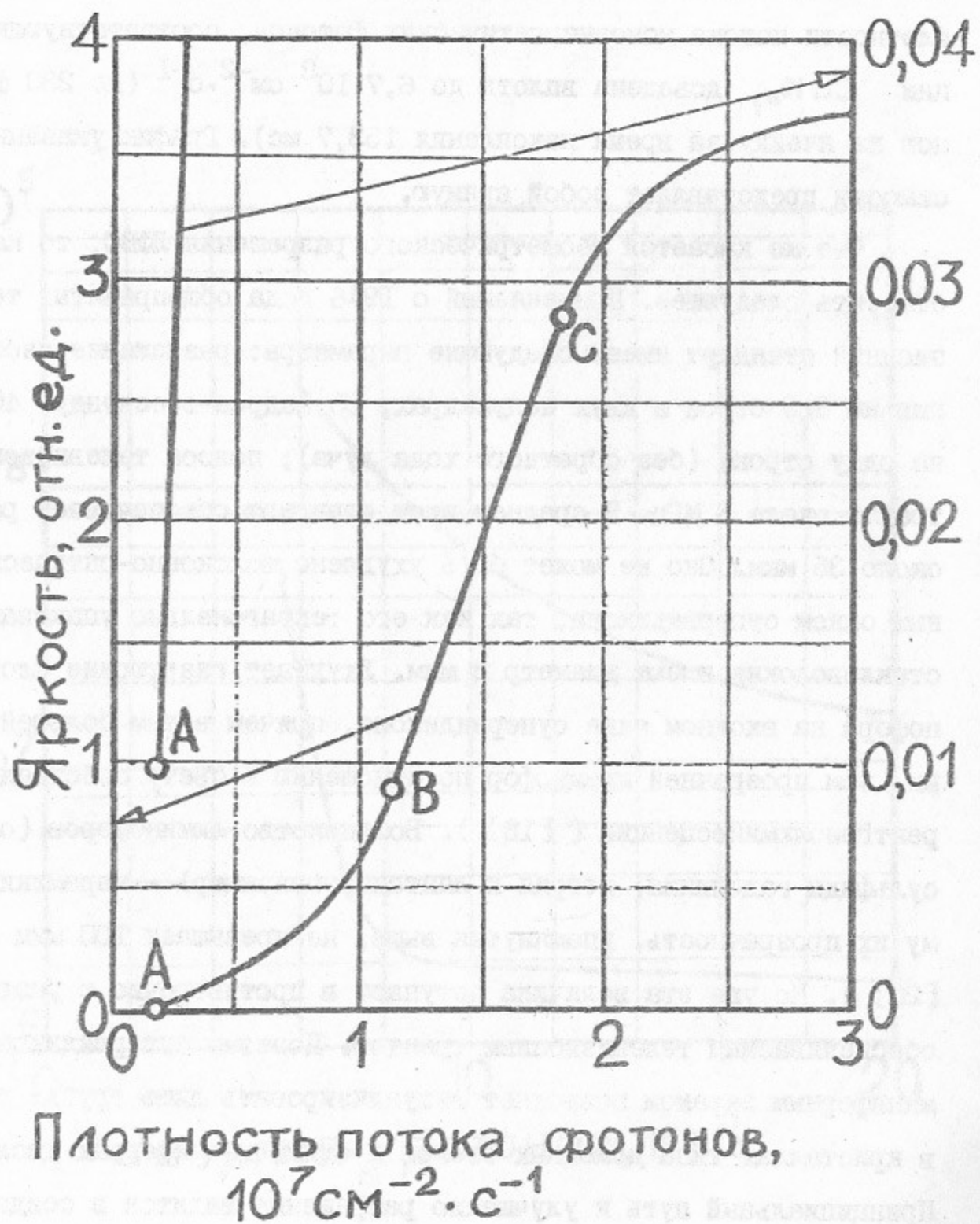


Рис.5.

калиброванном разрешении получить более низкий порог чувствительности, чем при использовании люминофорного экрана. Для решения этой задачи может быть использована, например, микроканальная пластина (МКП). Эта изящная идея выдвинута и реализована (без использования телевизионной техники) в работе [21], авторы которой наполняют микротрубки МКП жидким сцинтиллятором, у которого коэффициент преломления больше, чем у стекла, из которого изготовлена МКП. В упомянутой работе тщательно проанализированы оптические особенности такого преобразователя рентгеновского изображения в световое.

Электрод (поликремний) и диэлектрик (диоксид кремния) ПЗС практически полностью прозрачны для жесткого рентгеновского излучения (рис.6), не препятствуя его достижению обедненной основной носителями области, в которой осуществляется накопление фотогенерированных зарядов. Нижняя кривая на рис.7 соответствует доле излучения, достигшей обедненной области и поглощенной в ней, то-есть зарегистрированной (глубина обеднения принята равной 3 мкм; толщины поликремния и диоксида кремния соответствуют рисунку 6). В работе [19] эталонные рентгеновские изображения, соответствующие линиям  $\text{NiK}_{\alpha_{1,2}}$  и  $\text{NiK}_{\beta_{1,3}}$ , надежно выделялись ПЗС (после усреднения по 10 измерениям) над шумовой дорожкой при загрузке ячеек в пике изображения одним фотоном в среднем за время накопления, что соответствует указанному выше порогу чувствительности  $3 \cdot 10^6 \text{ см}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$ . Это является прямым указанием на то, что заряды, фотогенерированные в находящемся под обедненной областью данной ячейки диффузионном слое, "всплывают". Имеющее место вследствие этого увеличение эффективности регистрации (средняя и верхняя кривые на рис.7 учитывают, кроме обедненной области глубиной 3 мкм, диффузионные слои с толщинами 10 и 20 мкм соответственно) оборачивается ухудшением разрешения (почти до 30 мкм в работе [22])

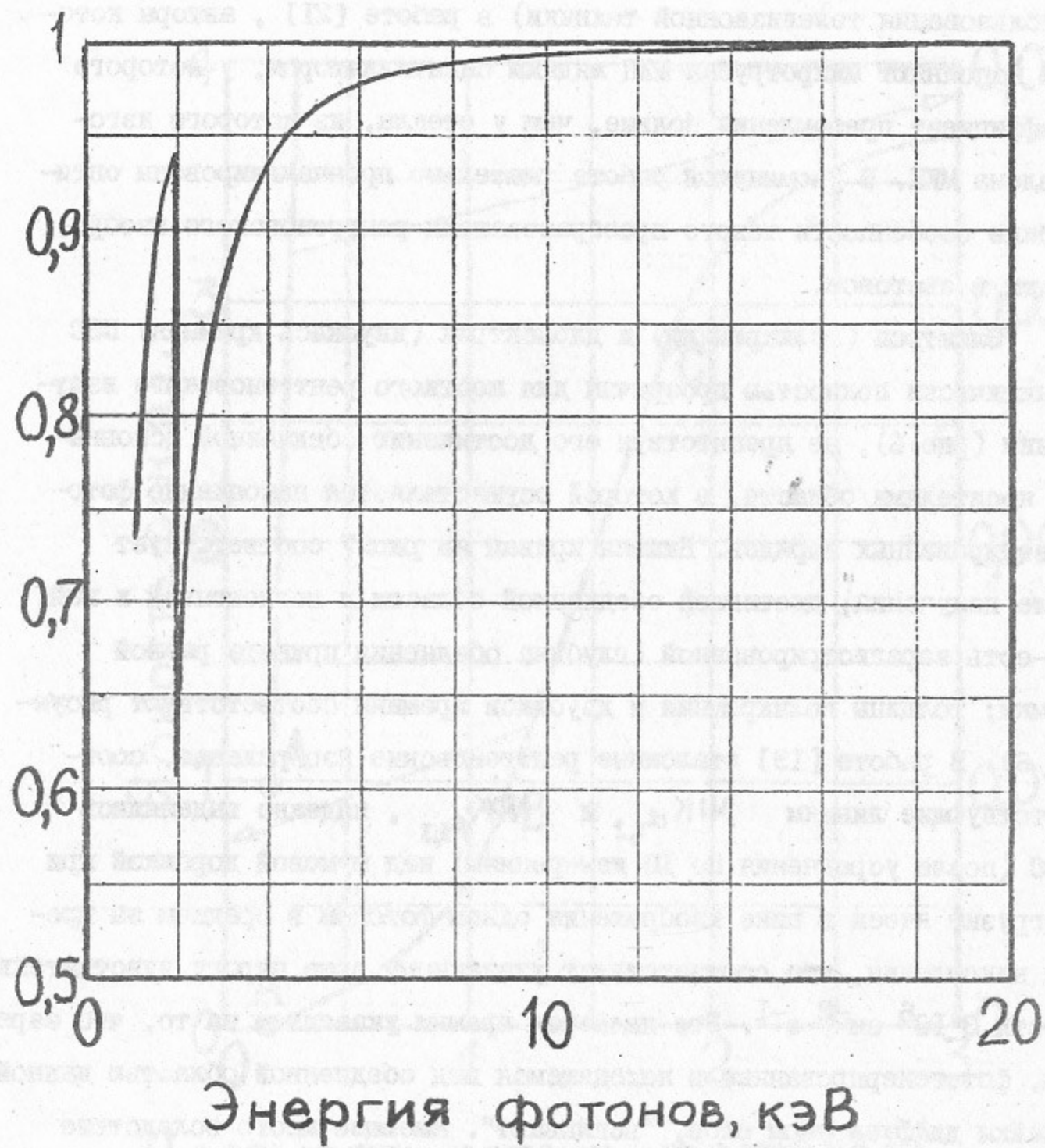


Рис.6.

Доля излучения, достигающая обедненной области через поликремний толщиной 0,5 мкм и двуокись кремния толщиной 0,15 мкм, в зависимости от энергии фотонов. Скачок поглощения - на К-крае кремния.

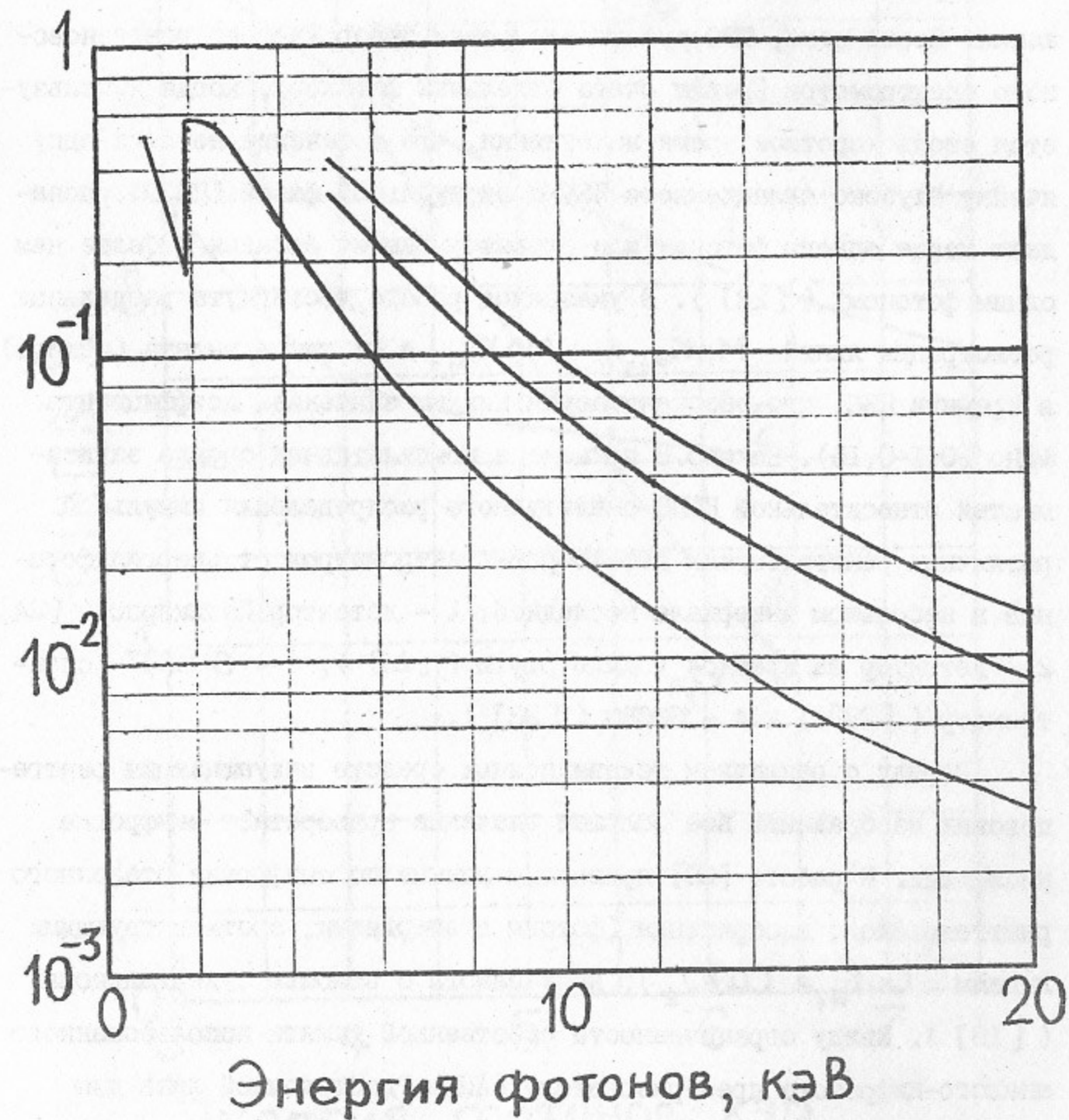


Рис.7.

в сравнении с размером одной ячейки (15 мкм). Дело в том, что "всплывание" имеет место не только в обедненную область данной ячейки, но и в обедненные области соседних ячеек. В указанной работе обсуждены различные пути улучшения разрешения при сохранении высокой эффективности регистрации.

В работах [19] и [22] применен режим интегрирования изображения. Кроме него, ПЗС присущ еще режим отображающего рентгеновского спектрометра (режим счета отдельных фотонов), когда используется столь короткое время накопления, что в течение него на одну ячейку глубоко охлажденного ПЗС с виртуальной фазой (ПЗСВФ) попадает менее одного фотона (или отбраковываются события с более чем одним фотоном) ([23]). В указанной работе достигнута раздельная регистрация линий  $MnK_{\alpha_{1,2}}$  и  $MnK_{\beta_{1,3}}$  и их пиков вылета (потерь) в кремнии ПЗС, что обеспечивается низким значением коэффициента Фано (0,1-0,15). На рис.8 приведена компилятивная сводка зависимостей относительной ПШПВ амплитудного распределения импульсов различных рентгеновских детекторов-спектрометров от энергии фотонов в небольшом интервале последней: 1 - детектор Поликарпо ([24]); 2 - детектор на красном йодиде ртути ([25]); 3 - Si(Li) - спектрометр ([23]) и 4 - ПЗСВФ ([23]).

Наряду с развитием телевизионных средств визуализации рентгеновских изображений все большее значение приобретает оцифровка последних. В работе [20] приведены данные по оцифровке эталонного рентгеновского изображения (фотоны с энергиями, соответствующими линиям  $CuK_{\alpha_1}$  и  $CuK_{\alpha_2}$ ), получаемого с помощью супервидикона ([18]). Ввиду ограниченности собственной памяти использованного аналого-цифрового преобразователя (АЦП), достаточной лишь для оцифровки одной полной строки телевизионного кадра, в качестве паллиатива применено стробирование от кадра к кадру (ограничение скорости оцифровки). Время преобразования АЦП достигает 50 нс.

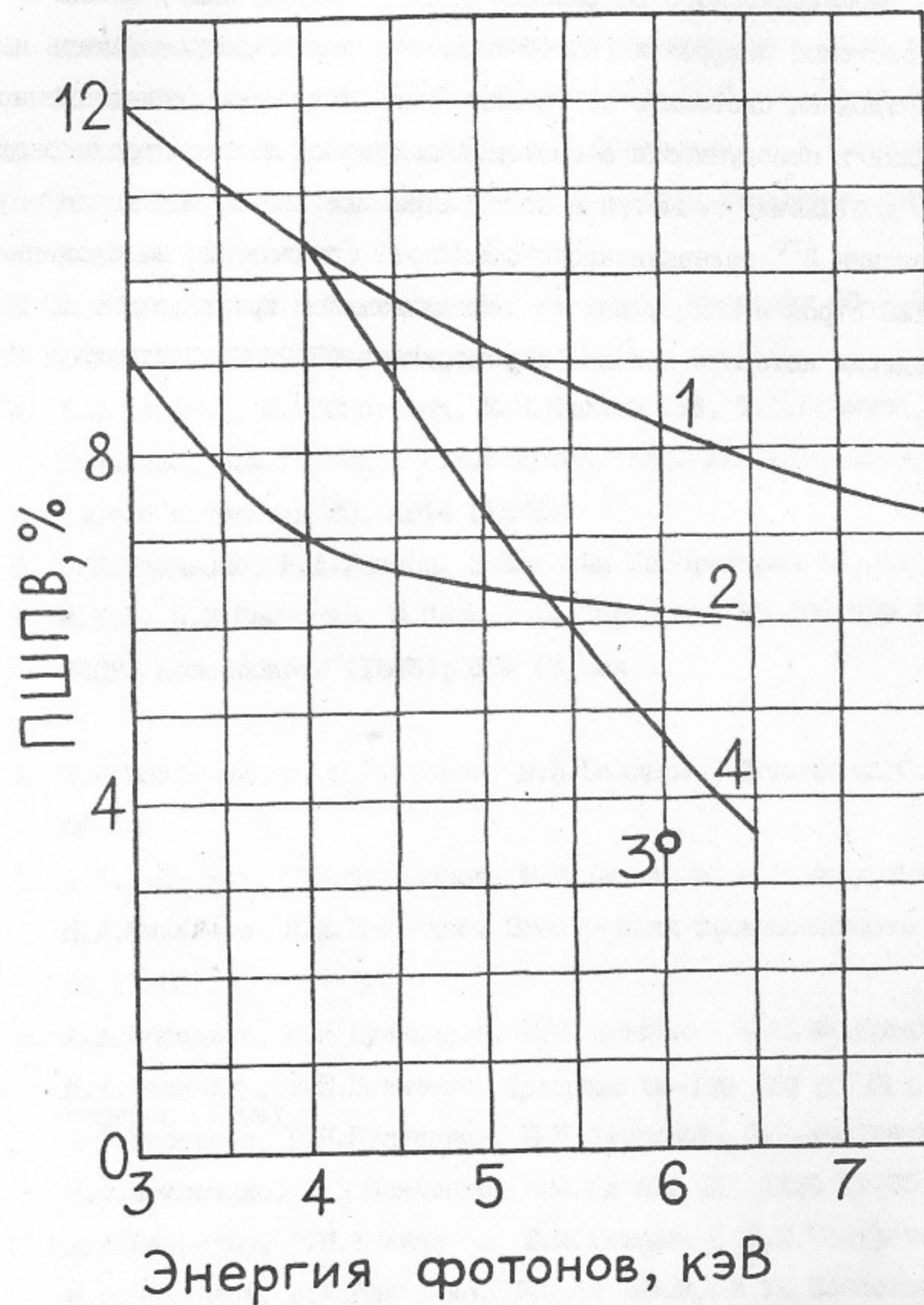


Рис.8.

В настоящее время готовится новый АЦП с собственной памятью в 1 Мбайт, имеющей страничную структуру, для последовательной оцифровки всех строк одного и того же кадра. Предстоит также улучшение геометрического разрешения ( $\text{ПШПВ} = 200 \pm 20 \text{ мкм}$ ), обеспечиваемого системой оцифровки (вдвое худшего, чем позволяет иметь ныне телевизионная система с супервидиконом). Улучшение телевизионной методики в совокупности с системой оцифровки должно преследовать целью достижение геометрического разрешения до 10 мкм после осуществления  $2^{10}$  телевизионного стандарта (разложение изображения на 1125 строк в кадре; полоса телевизионного тракта около 17 МГц), о введении которого недавно договорились СССР, США, Италия и Япония.

#### ЛИТЕРАТУРА:

1. В.Ф.Пиндюрин, К.В.Эпштейн. Синхротронное излучение в ИЯФ СО АН СССР (библиографический указатель), Новосибирск (1986).
2. В.А.Кусиков, М.Г.Мильвидский, В.Б.Освенский, В.Е.Панченко, В.Г.Фомин, Ю.В.Юшков. Аппаратура и методы рентгеновского анализа (Ленинград) 29, 64 (1983).
3. В.А.Кусиков, В.Е.Панченко, М.Г.Шумский. Препринт 80-203 ИЯФ СО АН СССР, Новосибирск (1980).
4. Л.И.Даценко, М.Я.Скороход, Е.Н.Кисловский, Т.Г.Крыштаб, В.Е.Панченко, И.М.Раренко, Г.В.Бекетов. Изв. АН СССР. Неорганические материалы 20, 1814 (1984).
5. В.Е.Панченко, В.А.Ушаков. Заводская лаборатория 48, 44 (1982).
6. И.Куб, В.Е.Панченко, М.Полцарова. Препринт 85-108 ИЯФ СО АН СССР, Новосибирск (1985); ЖТФ (в печ.).
7. Т.П.Шахтшнейдер, Е.Ю.Иванов, В.В.Болдырев. Доклад на Совещании СИ-86.
8. А.А.Васенков, Г.Н.Кулипанов, Ю.М.Литвинов, С.Н.Мазуренко, М.А.Михайлов, В.Е.Панченко. Электронная промышленность 3 (151), 64 (1986).
9. А.А.Васенков, Г.Н.Кулипанов, Ю.М.Литвинов, С.Н.Мазуренко, М.А.Михайлов, В.Е.Панченко. Препринт 86-120 ИЯФ СО АН СССР, Новосибирск (1986).
10. А.А.Васенков, Г.Н.Кулипанов, Ю.М.Литвинов, С.Н.Мазуренко, Н.Ф.Моисеенко, В.Е.Панченко. Пис. в ЖТФ II, 1196 (1985).
11. А.А.Васенков, Г.Н.Кулипанов, Ю.М.Литвинов, С.Н.Мазуренко, М.А.Михайлов, В.Е.Панченко. Тезисы докладов VI Всесоюзной конференции по росту кристаллов (АрССР, Цахкадзор, сентябрь 1985) I, 22 (1985), Ереван.

12. А.А.Васенков, Г.Н.Кулипанов, Ю.М.Литвинов, С.Н.Мазуренко, М.А.Михайлов, В.Е.Панченко. Препринт 86-123 ИЯФ СО АН СССР, Новосибирск (1986).
13. J.Kub, M.Polcarová, V.E.Panchenko. International Summer School "Defects in Crystals" and Symposium "Identification of Defects in Semiconductors" (Poland, Szczyrk, 23-30 May 1985).
14. E.K.Pál, V.E.Panchenko, M.Farkas-Jahnke. Proceedings of XII Hungarian Diffraction Conference (Hungary, Sopron, 20-24 August 1985), page 45.
15. С.Н.Коляденко, В.Е.Панченко. Препринт 80-189 ИЯФ СО АН СССР, Новосибирск (1980).
16. Г.Н.Кулипанов, Ю.М.Литвинов, С.Н.Мазуренко, М.А.Михайлов, В.Е.Панченко, В.Г.Постолов. Тезисы докладов III Всесоюзного совещания "Когерентное взаимодействие излучения с веществом" (Ужгород, 17-19 сентября 1985), стр. 117 (1985), Москва.
17. Г.Ф.Кларк, В.Е.Панченко. Препринт 86-122 ИЯФ СО АН СССР, Новосибирск (1986).
18. V.A.Karpenko, V.E.Panchenko, N.P.Soshchin. Nucl. Instr. and Meth. 224, 310 (1984).
19. M.G.Fedotov, E.A.Kuper, V.N.Litvinenko, V.E.Panchenko, V.A.Ushakov. Nucl. Instr. and Meth. 208, 427 (1983).
20. В.А.Карпенко, А.П.Лысенко, В.Е.Панченко, А.Д.Хильченко. Препринт 86-121 ИЯФ СО АН СССР, Новосибирск (1986).
21. E.Bigler, F.Polack. Applied Optics 24, 994 (1985).
22. А.М.Батраков, Э.А.Купер, А.П.Лысенко, В.Е.Панченко, М.Г.Федотов. Препринт 86-119 ИЯФ СО АН СССР, Новосибирск (1986).
23. R.A.Stern, K.Liewer, J.R.Janesick. Rev. Sci. Instrum. 54(2), 198(1983).
24. M.Alegria, A.J.P.L. Policarpo. Nucl. Instr. and Meth. 186, 593 (1981).
25. A.J.Dabrowski, J.S.Iwanczyk, J.B.Barton, G.C.Huth, R.Whited, C.Ortale, T.E.Economou, A.L.Turkevich. IEEE Trans. Nucl. Sci. 28, 536 (1981).

В.Е.Панченко

РЕНТГЕНОВСКАЯ ТОПОГРАФИЯ НА ПУЧКАХ СИ  
ВЭШ-3 И ВЭШ-4 И СРЕДСТВА ВИЗУАЛИЗАЦИИ  
РЕНТГЕНОВСКИХ ИЗОБРАЖЕНИЙ

Препринт № 86-159

Работа поступила 28 августа 1986 г.

Ответственный за выпуск С.Г.Попов  
Подписано к печати 15.10.86г. МН 11837  
Формат бумаги 60x90 1/16 Усл.1,5 печ.л., 1,2 учетно-изд.л.  
Тираж 180 экз. Бесплатно. Заказ № 159

Ротапринт ИЯФ СО АН СССР, г.Новосибирск, 90