

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки  
Физико-технический институт им. А. Ф. Иоффе Российской академии наук

---

На правах рукописи

**Аргунова Татьяна Сергеевна**

**МИКРОСТРУКТУРА МОНОКРИСТАЛЛОВ КАРБИДА КРЕМНИЯ  
ПО ДАННЫМ РЕНТГЕНОВСКОГО  
ФАЗОВО-КОНТРАСТНОГО ИЗОБРАЖЕНИЯ  
И ТОПОГРАФИИ В СИНХРОТРОННОМ ИЗЛУЧЕНИИ**

с п е ц и а л ь н о с т ь

01.04.07 — физика конденсированного состояния

**АВТОРЕФЕРАТ**

диссертации на соискание ученой степени  
доктора физико-математических наук

Санкт-Петербург

2021

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Физико-технический институт им. А. Ф. Иоффе Российской академии наук (ФТИ им. А.Ф. Иоффе)

Официальные оппоненты:

Лебедев Александр Александрович, доктор физ.-мат. наук, профессор. Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук. Руководитель Отделения твердотельной электроники. Заведующий лабораторией физики полупроводниковых приборов.

Кукушкин Сергей Арсеньевич, доктор физ.-мат. наук, профессор. Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем машиноведения Российской академии наук. Заведующий лабораторией структурных и фазовых превращений в конденсированных средах.

Бугров Владислав Евгеньевич, доктор физ.-мат. наук, профессор. Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования „Национальный исследовательский университет ИТМО“. Ведущий профессор.

Ведущая организация:

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования „Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет 'ЛЭТИ' им. В.И. Ульянова (Ленина)“.

Защита состоится \_\_\_\_\_ в \_\_\_\_\_ на заседании диссертационного совета ФТИ 34.01.01 при Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Физико-техническом институте им. А. Ф. Иоффе Российской академии наук по адресу: 194021, Санкт-Петербург, ул. Политехническая, 26.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Физико-технического института им. А. Ф. Иоффе РАН и на сайте <http://www.ioffe.ru>

Отзывы на автореферат в двух экземплярах, заверенные печатью учреждения, просьба направлять по адресу: 194021, Санкт-Петербург, ул. Политехническая, 26, ученому секретарю диссертационного совета ФТИ 34.01.01.

Автореферат разослан \_\_\_\_\_

Ученый секретарь диссертационного совета ФТИ 34.01.01

Ph.D. А. М. Калашникова

## Общая характеристика работы

Актуальность работы. Монокристаллические материалы находят широкое применение в различных областях техники. Однако они редко встречаются в природе; поэтому монокристаллы, обладающие технически важными свойствами, получают искусственным путем. Реальные кристаллы содержат дефекты структуры, а также неоднородности с размерами от долей микрометра до нескольких микрометров: поры, включения, микротрещины и области, в которых наблюдается слабое ( $\sim 1\%$ ) изменение плотности по отношению к матрице. Ярким примером образования первичных пор является кристаллизация полупроводникового карбида кремния (SiC), ценные свойства которого — это большая ширина запрещенной зоны, высокие пробивные напряжения и хорошая теплопроводность при исключительной термической стабильности, химической резистивности и радиационной стойкости. Несмотря на то, что качество промышленных кристаллов SiC еще не отвечает самым высоким стандартам, интерес к ним обусловлен потребностью в подложках для приборных структур силовой быстродействующей электроники, СВЧ-электроники, оптоэлектроники, а также для использования их в качестве затравок для получения высококачественных кристаллов нитрида алюминия (AlN) большого диаметра. В настоящее время получение подложек SiC большой площади с низкой плотностью микропор обходится весьма дорого. Для снижения затрат на производство кристаллов, не содержащих микропор, необходимо всестороннее изучение процессов дефектообразования, протекающих при выращивании карбида кремния методом сублимации.

Долгое время одним главным методом изображения дефектов в кристаллах была рентгеновская дифракционная топография. Резкое изменение наступило в середине 1990-х гг. с появлением сразу нескольких методов регистрации рентгеновских фазово-контрастных изображений. В данной работе речь идет о методе фазово-контрастного изображения объектов на просвет в синхротронном излучении (СИ). Его особенность состоит в том, что контраст можно наблюдать только в условиях высокой пространственной и временной когерентности, которую обеспечивают источники СИ третьего поколения.

Совместное применение методов топографии и фазово-контрастного изображения позволяет изучать структурные дефекты различной природы без разрушения образца. Однако экспериментальные методы обеспечивают количественную информацию только при использовании теоретических методов решения обратной задачи. Комплексное исследование кристаллов SiC неразрушающими рентгеновскими методами с целью получения количественной информации об их микроструктуре способствует выполнению важной задачи освоения отечественного производства подложек для электронных приборов нового поколения.

Цель работы. Целью работы является исследование процессов образования и эволюции микропор и дефектов кристаллической структуры в монокристаллах карбида кремния путем количественного анализа фазово-контрастных изображений, полученных в жестком синхротронном излучении, и рентгеновских топограмм.

Задачи исследования: поиск условий визуализации микропор в монокристаллах методом фазово-контрастного изображения с использованием источников СИ умеренной яркости; разработка метода определения количественных параметров микротрубок путем моделирования фазово-контрастных изображений; анализ точности определения параметров новым методом; рассмотрение пределов применимости метода; изучение свойств микропор и дефектов структуры в условиях стабилизации политаипа карбида кремния при выращивании кристаллов методом сублимации и его новой модификацией — методом „свободного распространения“; исследование типа дислокационной структуры вблизи интерфейса между подложкой карбида кремния и слоем нитрида алюминия.

Научная новизна. В диссертации впервые получены следующие результаты.

1. Разработан метод компьютерного моделирования фазово-контрастных изображений для определения размеров сечений микропор в объеме монокристалла. Метод позволяет использовать пучок СИ с относительно большой шириной спектра наряду с монохроматическим излучением.
2. Путем моделирования изображений дислокационных микротрубок в монокристаллах карбида кремния выявлены неизвестные ранее морфологические особенности, в частности изменения формы и размеров их сечений, которые получили объяснение в построении моделей образования трубок и реакций между содержащимися в них дислокациями.
3. Обнаружен эффект образования пор на границах включений инородных политаипов SiC в результате притяжения микротрубок к границам включений. Эффект объяснен взаимодействием поля упругой деформации включения с дислокациями внутри трубок. Показано, что в условиях устойчивого роста основного политаипа SiC происходит закрытие пор и снижение плотности дефектов кристаллической структуры.
4. Установлено, что процессы эволюции дислокаций в политаипно-однородных кристаллах SiC протекают при взаимодействии микротрубок между собой и с дислокациями со сплошным ядром; уменьшение размеров сечений в результате реакций приводит к постепенному зарастанию микротрубок.
5. Определены условия получения качественных кристаллов SiC методом свободного распространения за пределы контура кристалла-затравки в условиях осевого и бокового градиентов температуры. Показано, что снижение плотности дислокаций и микротрубок за пределами сектора

границы базиса происходит при условии отсутствия включений паразитных политипов.

6. Рентгеновскими исследованиями специальных модельных систем — слоев нитрида алюминия без опоры на подложки, полученных испарением подложки карбида кремния, — установлено, что в результате релаксации напряжений несоответствия периодов решеток AlN и SiC формируется мозаичная дислокационная структура, для которой характерны разориентация ( $\sim 1\text{--}2$  угл. мин.) и менее заметная деформация ( $\sim 5 \times 10^{-4}$ ). Принципиальное отличие слоев AlN от пленок GaN состоит в снижении плотности прорастающих дислокаций на 4–5 порядков, обусловленном тем, что островковый механизм роста AlN на подложках SiC не является основным.

Научная и практическая значимость. Визуализация микропор в объеме монокристалла без разрушения образца, которая продемонстрирована и обоснована в данной работе, открывает новые возможности изучения материалов. В тех случаях, когда изменение поглощения рентгеновских лучей, вызванное микропорой, ничтожно мало, а изменение деформации кристаллической решетки не проявляется на рентгеновской топограмме или не поддается однозначной интерпретации, на некотором расстоянии от образца сдвиг фазы приводит к неоднородному распределению интенсивности, которое можно измерить. В большинстве опубликованных работ обратная задача не решалась, и фазово-контрастные изображения использовались лишь для наблюдения за внутренним строением материалов. В настоящей работе предложен метод решения обратной задачи путем моделирования изображений, который может быть использован как для монохроматического излучения, так и в широком спектре СИ. Сочетание микроскопического масштаба объектов наблюдения, количественной информации и неразрушающего характера исследования позволяет заключить, что разработанный подход дает существенный вклад в развитие методов исследования реальной структуры кристаллов. Объяснения экспериментально наблюдаемых эффектов, полученные благодаря совместному применению методов регистрации фазово-контрастных изображений и дифракционных топограмм, способствуют пониманию процессов, протекающих в реальных кристаллах, и могут быть использованы для развития технологий получения совершенных кристаллов карбида кремния.

Достоверность и надежность экспериментальных результатов обеспечена использованием самого современного оборудования и корректных методов решения поставленных задач. Правильность выводов вытекает из сопоставления теории с экспериментом. С другой стороны, физическая обоснованность теоретических оценок и моделей подтверждается соответствием экспериментальным наблюдениям.

Апробация работы. Полученные в работе результаты докладывались на следующих международных и всероссийских конференциях и симпозиумах:

- 1) International summer school-conference „Advanced Problems in Mechanics“, АРМ: (2017, 2015, 2014, 2010, 2004, 2003), St. Petersburg, Russia.
- 2) Петербургские чтения по проблемам прочности: XXIII (2018), XXI (2014), XVIII (2010, 2008), XVII (2007), XVI (2006), XV (2005), XIII (2003), С.-Петербург, Россия.
- 3) XV International conference „Intergranular and interphase boundaries in materials“: 2016, Moscow, Russia.
- 4) 12<sup>th</sup> International Conference on „Synchrotron Radiation Instrumentation“, SRI: 2015, New York, USA.
- 5) European conferences „Silicon Carbide and Related Materials“, ECSCRM: 11<sup>th</sup> (2016) Halkidiki, Greece; 10<sup>th</sup> (2014) Grenoble, France; 9<sup>th</sup> (2012) St. Petersburg, Russia.
- 6) International conference „Silicon Carbide and Related Materials“, ECSCRM: 16<sup>th</sup> (2015) Giardini Naxos, Italy; 10<sup>th</sup> (2003) Lyon, France.
- 7) Biennial Conference on High Resolution X-Ray Diffraction and Topography (Imaging), ХТОР: 11<sup>th</sup> (2012) St. Petersburg; 9<sup>th</sup> (2008) Linz, Austria; 8<sup>th</sup> (2006) Baden-Baden, Germany; 6<sup>th</sup> (2002) Grenoble, France; 5<sup>th</sup> (2000) Jaszowiec, Poland.
- 8) Национальные конференции „Рентгеновское, синхротронное излучения, нейтроны и электроны для исследования наносистем и материалов“, РСНЭ: (2011, 2009, 2007, 2003), Москва, Россия.
- 9) Научные семинары-школы с международным участием „Современные методы анализа дифракционных данных“: (2006, 2004), Великий Новгород, Россия.
- 10) International conference „Experimental and computing methods in high resolution diffraction applied for structure characterization of modern materials“, HREDAMM: 2004, Zakopane, Poland.
- 11) International conference „Extended defects in semiconductors“, EDS: (2008) Poitiers, France; (2006) Halle, Germany.
- 12) International conference „Defects in semiconductors“: (2013, 2009), St. Petersburg, Russia.
- 13) Всероссийская конференция по физике полупроводников: 2013, С.-Петербург, Россия.
- 14) Всероссийская конференция „Рентгеновская оптика“: 2014, г. Черноголовка, Московской области.
- 15) National conference „Meeting of Korean Synchrotron User Association“: (2016, 2015) Pohang city, Republic of Korea.

Публикации. По теме диссертации опубликовано 40 научных работ, в том числе:

- 37 научных статей в отечественных и зарубежных журналах;
- 3 главы в книгах открытого доступа, размещенных в интернет.

Структура и объем диссертации. Работа состоит из введения, пяти глав основного текста, заключения и списка литературы. Общий объем диссертации составляет 220 страниц, из них 7 таблиц и 83 рисунка. Список цитируемой литературы состоит из 295 наименований.

*Основные положения, представленные к защите*

- Экспериментально доказано и теоретически обосновано, что метод рентгеновского фазового контраста с использованием синхротронного излучения позволяет получать изображения микропор в объеме монокристаллов (например, карбида кремния) с субмикронными размерами поперечного сечения.
- Компьютерное моделирование фазово-контрастных изображений позволяет определять размеры сечений микропор; при этом диаметры эллиптического сечения микротрубок получаются из совпадения расчетных кривых с экспериментальными кривыми распределения интенсивности, измеренными как в монохроматическом излучении, так и в розовом пучке с относительно большой шириной спектра.
- В растущих монокристаллах карбида кремния дислокационные микротрубки упруго взаимодействуют друг с другом и вступают в реакции, которые происходят как при непосредственном контакте их свободных поверхностей, так и бесконтактным образом. Эффекты взаимодействия состоят в уменьшении размеров сечений и постепенном зарастании микротрубок.
- Зарождение включений инородных политипов в растущем кристалле карбида кремния сопровождается формированием пор из дислокационных микротрубок, которые притягиваются к границам включений, накапливаются и группируются на границах под влиянием поля упругой деформации включения. Поры, образовавшиеся в результате слияния микротрубок, продолжают свой рост вместе с включениями, поглощая новые микротрубки. Зарастание включений приводит к полному закрытию пор.

## Краткое содержание диссертации

**Введение** очерчивает круг проблем, которые связаны с темой диссертации, обосновывает актуальность темы и ставит цель работы, объединяющую проведенные исследования. Во введении изложены основные результаты, на основе которых сформулированы положения, выносимые на защиту; описаны новизна и значимость полученных результатов. Введение завершают сведения о апробации содержания диссертации и основных публикациях по ее теме.

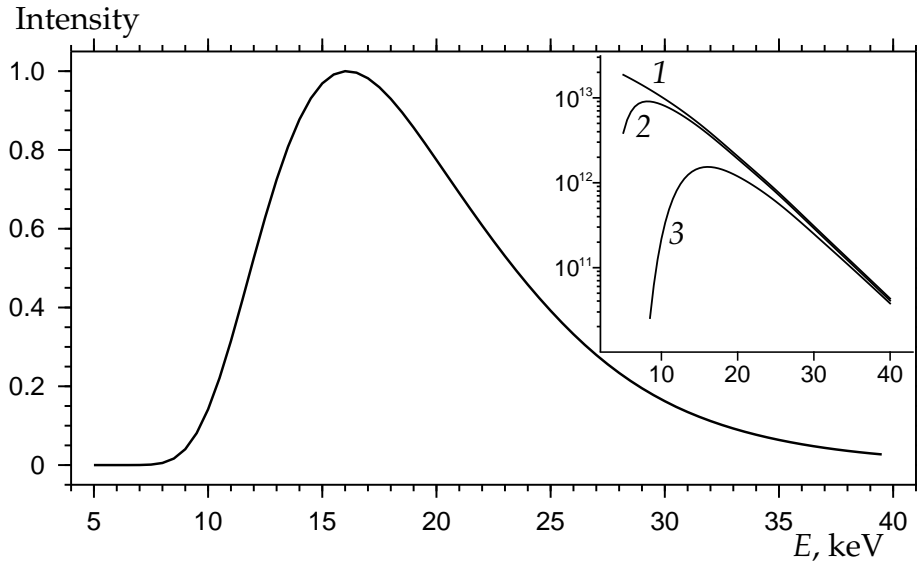
**Главу 1** составляет обзор литературы, который построен следующим образом. В первом разделе описаны природа и свойства микропор в монокристаллах SiC. На примерах показаны ограничения традиционных методов изучения микропор в объеме кристалла. Во втором разделе представлен метод фазово-контрастного изображения прозрачных объектов на просвет в синхротронном излучении (СИ), с помощью которого можно получать довольно полную картину с изображением микропор в объеме кристалла без его разрушения. Описаны принципы метода, который был впервые предложен и экспериментально продемонстрирован в 1995 г. на самом современном источнике СИ в Гренобле, Франция [1,2]. Распространение метода и его адаптация к источникам СИ умеренной яркости рассмотрены на примере национальных научных центров в Юго-Восточной Азии.

Третий раздел посвящен методу рентгеновской топографии и тем особенностям, которые отличают топографию в СИ от ее лабораторного прототипа. В четвертом разделе обсуждается совместное применение методов регистрации фазово-контрастных и рентгено топографических изображений в процессе одного эксперимента. Даны примеры сочетания методов для решения задач материаловедения. В выводах сформулированы вопросы, оставшиеся без ответа к началу настоящего исследования.

**В главе 2** описано компьютерное моделирование фазово-контрастных изображений микропор и решение обратной задачи. Изображения были получены в экспериментах с пространственно-когерентным пучком СИ, который имел весьма невысокую временную когерентность. Представлены метод моделирования и компьютерная программа, разработанные в рамках данного исследования; показано их применение в общем случае и в особых условиях.

В первой главе было отмечено, что важной особенностью некоторых станций, открытых для использования метода фазового контраста в материаловедении, биологии, медицине и других областях было устранение монохроматора ради увеличения потока и достижения высокого пространственного и временного разрешения в условиях умеренной яркости СИ. В результате метод, исходно созданный для количественного определения параметров микрообъектов [1], столкнулся с серьезными проблемами при решении обратной





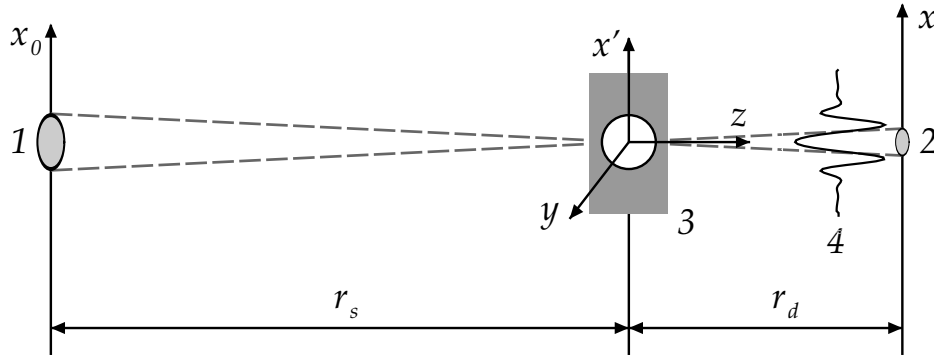
**Рис. 1.** Нормализованный спектр СИ, рассчитанный с учетом поглощения в Ве окне и в кристалле SiC. На вставке показаны спектры в логарифмическом масштабе: 1 – исходный спектр; 2 – после поглощения в Ве окне; 3 – после дополнительного поглощения в образце SiC. По осям отложены энергия фотонов  $E$  [кэВ] и интенсивность излучения [фотон/с/мрад  $0.1\% \Delta E/E$ ]. Ширина пика  $\Delta E$  на половине высоты максимума, локализованного вблизи значения  $E = 16$  кэВ ( $\lambda = 0.775 \text{ \AA}$ ), составляет 11 кэВ.

задачи.

В схеме без монохроматора спектр излучения позади образца имеет форму пика, который получается весьма широким. Пик возникает естественным путем. Как известно, при уменьшении энергии фотонов интенсивность спектра СИ убывает за счет поглощения во всех объектах на пути пучка, включая образец. При увеличении энергии интенсивность монотонно уменьшается.

Спектр, соответствующий проведенным экспериментам, показан на рис. 1 из раздела 2.1. Полная энергия электронов равна 2.5 ГэВ. Спектр излучения от поворотного магнита монотонно убывает в интервале от 5 до 40 кэВ. Реальный спектр, который регистрирует детектор, рассчитан с учетом поглощения в бериллиевом окне толщиной 2 мм и в пластине SiC толщиной 0.5 мм. Его ширина  $\Delta E$  на половине высоты максимума, локализованного вблизи значения  $E = 16$  кэВ ( $\lambda = 0.775 \text{ \AA}$ ), составляет 11 кэВ. Излучение с широким спектром называется розовым пучком.

В качестве модельной системы рассмотрена микротрубка в кристалле в розовом пучке СИ, которая в общем случае имеет два диаметра эллиптического сечения с размерами от долей микрометра до нескольких микрометров. Изменение интенсивности из-за поглощения в такой микротрубке (МТ) очень мало. Поэтому ее изображение полностью определяется сдвигом фазы вдоль пути лучей в кристалле. В ближнем поле, то есть на небольшом расстоянии от объекта, ширина фазово-контрастного изображения такой МТ мала по сравнению с эффективным разрешением детектора, которое составляет примерно



**Рис. 2.** Схема формирования фазово-контрастного изображения микротрубки в кристалле. 1 – источник СИ; 2 – проекция источника на детекторе; 3 – кристалл с микротрубкой, показано ее поперечное сечение; 4 – профиль интенсивности на детекторе. Ось  $z$  направлена параллельно пучку СИ.

0.5 мкм. В то же время трубка создает угловую расходимость рассеянного излучения  $\theta = \lambda/D = 5 \times 10^{-5}$ , где  $\lambda \approx 0.8 \text{ \AA}$ , и поперечный размер трубки  $D = 1.6 \text{ мкм}$ . На большом расстоянии  $r_d = 50 \text{ см}$ , то есть в дальнем поле, размер ее изображения формально равен  $r_d\theta = 25 \text{ мкм}$ , и оно может быть зафиксировано указанным детектором.

Однако в дальнем поле изображение превосходит собственный размер объекта, и для определения диаметров поперечного сечения микротрубки требуется выполнить решение обратной задачи. Когерентное изображение МТ при освещении ограниченным пучком в дальнем поле представляет собой профиль квадрата модуля преобразования Фурье трансмиссионной функции МТ. В рассматриваемом нами случае пучок не ограничен, а изображение сильно искажено суммированием по широкому пику спектра излучения. При этом изображения для разных длин волн, вообще говоря, различаются, и суммирование не сводится к свертке двух функций. В таких условиях применять прямые методы решения обратной задачи невозможно. Вместо них разработан универсальный метод компьютерного моделирования изображений на основе некоторой упрощенной модели объекта.

На рис. 2 из раздела 2.2 микротрубка схематически показана в виде пустого цилиндра, поперечный  $D$  и продольный  $D_0$  диаметры которого направлены соответственно поперек (ось  $x'$ ) и вдоль пучка (ось  $z$ ). При расчете принимаем, что электронная плотность одинаковая всюду, где есть вещество, и там функция  $\rho(x, z) = 1$ ; но она равна нулю в пустоте — там, где вещества нет. Трубку можно представить как квазилинейный объект, у которого электронная плотность быстро изменяется поперек ее оси и медленно — вдоль оси, и описать одномерным приближением теории фазового контраста.

В теории воздействие на когерентную волну со стороны объекта описывается трансмиссионной функцией  $T(x)$ . В общем случае  $T(x)$  представляет собой отношение амплитуды волны, прошедшей через однородный объект к

амплитуде волны для объекта с пустотами. Так как при низкой плотности пустот преломлением лучей внутри объекта можно пренебречь, трансмиссионная функция может быть представлена экспонентой типа

$$T(x) = \exp(iK\eta t(x)), \quad (1)$$

где  $K = 2\pi/\lambda = (2\pi/hc)E$  – волновое число,  $\lambda$  – длина волны монохроматического излучения,  $E$  – энергия фотонов;  $h$  – постоянная Планка;  $c$  – скорость света;  $\eta = \delta - i\beta = 1 - n = -\chi/2$ , где  $n$  – комплексный коэффициент преломления рентгеновских лучей, который описывает как поглощение излучения в веществе ( $\beta$ ), так и изменение фазы ( $\delta$ );  $\chi = \varepsilon - 1$  – восприимчивость среды,  $\varepsilon$  – диэлектрическая проницаемость;  $t(x)$  – толщина материала на пути луча, направленного вдоль оптической оси  $z$  и отклоненного на координату  $x$ . Для объекта с пустотами функция  $t(x)$  становится переменной.

$$t(x) = \int_{z_0}^{z_1} dz \rho(x, z), \quad (2)$$

Фазовый контраст на некотором расстоянии  $z$  от объекта определяется пропагатором Френеля, который для сферической волны в параксиальном приближении имеет вид:

$$P(x, z) = \frac{1}{(i\lambda z)^{1/2}} \exp\left(i\pi \frac{x^2}{\lambda z}\right) \quad (3)$$

Нас интересует функция  $t(x)$  (2), которую легко определить из фазы трансмиссионной функции  $T(x)$  путем численного расчета. Последний удобно выполнять для относительного изменения интенсивности

$$\frac{\Delta I(x)}{I_0} = |a(x)|^2 - 1 \quad (4)$$

Если объект имеет конечные размеры, то за его пределами функция  $T(x)$  равна единице. По этой причине в расчетах удобно использовать интеграл с конечными пределами

$$a(x) = 1 + \int dx' P(x - x', z) [T(x) - 1], \quad (5)$$

где  $r' = r_d r_s / r_t$ ,  $r_t = r_s + r_d$  (рис. 2). Формулы для относительной интенсивности (4) и амплитуды (5) в явном виде описывают фазовый контраст относительно единичного фона.

Так как МТ имеет малый продольный размер, то вполне достаточно учесть изменение фазы и амплитуды волны в рамках геометрической оптики без учета изменения траектории лучей, т.е. предполагая, что все лучи параллельны оптической оси. Исключая однородную часть кристалла и учитывая только искажение волны за счет неоднородности, считаем, что

трансмиссионная функция  $T(x) = 1$  при  $|x| > R = D/2$ . А при  $|x| < R$  она равна:

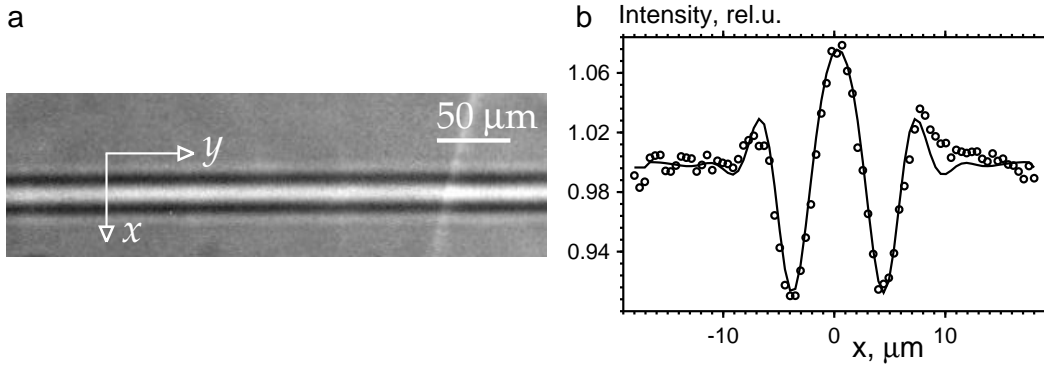
$$T(x) = \exp \left( [i\Phi + M] \left( 1 - \frac{x^2}{R^2} \right)^{1/2} \right), \Phi = \frac{8\pi}{\lambda} \delta D_0, M = \Phi \frac{\beta}{\delta} \quad (6)$$

Здесь  $R = D/2$  и  $R_0 = D_0/2$  – радиусы эллиптического сечения соответственно поперек и вдоль направления пучка СИ, а параметры  $\delta$  и  $\beta$  определены в формуле (1).

Для численного моделирования использовалась компьютерная программа FIMTIM (FITting MicroTube Image). В модели микротрубки для расчета кривых задавались конкретные значения диаметров  $D$  и  $D_0$ . Программа вычисляла серию профилей интенсивности на детекторе для набора длин волн монохроматического излучения и точечного источника в соответствии с формулами (3), (5) и (6). Свертка пропагатора Френеля с трансмиссионной функцией объекта вычислялась методом быстрого преобразования Фурье [3]. При этом фурье-образ трансмиссионной функции вычислялся численно, а фурье-образ пропагатора Френеля имеет аналитическое выражение. Обратное преобразование Фурье от произведения фурье-образов двух функций давало искомый ответ. Затем вычислялась свертка с функцией интенсивности в поперечном сечении источника, в результате чего профили интенсивности монохроматического излучения искажались. Дальнейшее искажение имело место в процессе суммирования всех расчетных кривых для разных длин волн с весом, соответствующим спектру излучения. Последний вычислялся программой FIMTIM с учетом поглощения излучения в кристалле, содержащем МТ.

На следующем этапе вычисленная кривая сравнивалась с экспериментальной кривой, которая нормировалась таким образом, чтобы иметь единичный фон. Фактически вычислялась суммарная интенсивность (сумма по всем точкам), которая затем делилась на число точек и все экспериментальные значения делились на полученное значение. Для подгонки использовалась сумма квадратов отклонений вычисленных значений изображения от экспериментальных значений  $\chi^2(D, D_0)$ . При этом определялись такие значения  $D$  и  $D_0$ , для которых эта функция  $\chi^2(D, D_0)$  имела минимум. Определенной проблемой являлся выбор центральной точки на экспериментальной кривой. Она также определялась из условия минимума  $\chi^2$ . Для поиска точки минимума использовались стандартные методы.

В качестве типичного примера выполним моделирование изображения единичной МТ в монокристалле SiC, полученное на расстоянии  $r_d = 40$  см от образца (рис. 3,а). Экспериментальное распределение интенсивности, измеренное поперек изображения МТ с помощью программы ImageJ [4], показано круглыми маркерами на рис. 3,б. Теоретическая кривая, которая совпала с экспериментальной кривой с наилучшей точностью ( $\chi_{min}^2 =$



**Рис. 3.** (а) Фазово-контрастное изображение микротрубки в СИ с широким частотным спектром. Спектральный максимум находится при  $E = 16$  кэВ. Ширина на половине высоты максимума  $\Delta E = 11$  кэВ. (б) Экспериментальный профиль интенсивности (круглые маркеры), измеренный на расстоянии  $r_d = 40$  см от образца. Теоретическая кривая (сплошная линия) для наименьшего значения суммы квадратов отклонений.

$9.8 \times 10^{-5}$ ), представлена на том же рисунке сплошной линией. Из условия наилучшего соответствия определены значения диаметров:  $D = 1.36$  мкм и  $D_0 = 1.82$  мкм. Площадь сечения МТ равна:  $\sigma = \pi(D \times D_0)/4 = 1.94$  мкм<sup>2</sup>.

Далее в параграфах 2.3–2.5 обсуждаются возможности и ограничения метода моделирования в особых случаях.

1. Микротрубка имеет малый размер сечения вдоль направления пучка СИ.
2. Ось микротрубки имеет наклон относительно направления пучка СИ.
3. Сечение поворачивается вокруг оси микротрубки по мере ее распространения в кристалле.

Решение каждой из вышеперечисленных задач позволило объяснить результаты экспериментальных наблюдений. Ниже приводим основные выводы.

- Метод моделирования изображений МТ, полученных в условиях дальнего поля, имеет ограничения, вызванные малым размером поперечного сечения МТ. Площадь сечения можно определить всегда. А отдельно диаметры  $D$  и  $D_0$  можно определить только в том случае, когда не выполняются условия  $D \ll r_1$  и  $\Phi < 0.5$ . Здесь  $r_1 = (\lambda r_d)^{1/2}$  – радиус первой зоны Френеля, и  $\Phi = (2\pi/\lambda)\delta D_0$  – фаза. (Для справок, при  $\lambda = 0.775$  Å малое отличие коэффициента преломления от единицы  $\delta = 2.6 \times 10^{-6}$ .) В поисках компромисса между размером изображения и его информативностью не следует использовать слишком большие расстояния  $r_d$  от образца.
- Если ось МТ имеет наклоны относительно осей системы координат, изображенной на рис. 2, то параметры трансмиссионной функции  $D$  и  $D_0$  (6), вычисленные в результате моделирования, не будут совпадать с истинными значениями диаметров трубки  $d$  и  $d_0$ , направленных

поперек и вдоль распространения пучка СИ. Правильные диаметры можно восстановить путем подгонки только для МТ, ось которой строго перпендикулярна пучку. В других случаях получаемые с помощью программы значения необходимо интерпретировать привлекая дополнительную информацию.

- Размер площади сечения МТ не зависит от изменения угла между осями  $x$  и  $d$  на рис. 2. При условии, что ось трубки перпендикулярна направлению пучка  $z$ , моделирование одного изображения позволяет решить сразу две задачи, определив не только диаметры эллиптического сечения  $d$  и  $d_0$ , но и угол поворота сечения вокруг оси МТ.

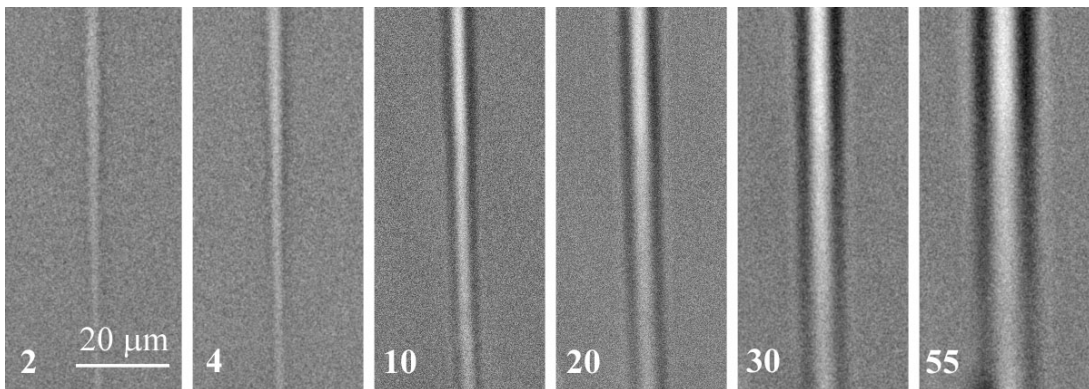
Первый вывод следует из формулы, которая описывает профиль нормированной интенсивности на большом расстоянии  $r_d$  от микротрубки с малым продольным диаметром  $D_0$ , освещенной когерентным монохроматическим излучением от точечного источника:

$$I(x) \approx 1 + \frac{\pi^2 \delta}{\lambda r_1} D D_0 b(x) \cos\left(\pi \frac{x^2}{r_1^2} + \frac{\pi}{4}\right), b(x) = \frac{2x_c}{x} J_1\left(\frac{x}{x_c}\right),$$

$$x_c = \frac{r_1^2}{\pi D} \quad (7)$$

Здесь  $J_1(x)$  – функция Бесселя первого порядка,  $\lambda$  – длина волны излучения,  $r_1$  – радиус первой зоны Френеля на расстоянии  $r_d$ ,  $\delta$  – декремент коэффициента преломления.

Параметр  $x_c$ , который пропорционален  $r_d \theta$  ( $\theta = \lambda/D$ ), определяет ширину полосы рассеянного трубкой излучения. Из-за того, что пучок не ограничен размерами объекта, внутри этой области возникают осцилляции интенсивности, причем первый максимум имеет полуширину, пропорциональную диаметру первой зоны Френеля. Это изображение имеет вид светлой зоны в центре, окруженной темными зонами и далее снова светлыми зонами. Заметим,



**Рис. 4.** Серия изображений микротрубки, полученных на разных расстояниях от образца до детектора. Расстояния в сантиметрах указаны цифрами на фрагментах. Энергия фотонов в максимуме спектра  $E = 16$  кэВ. Ширина на половине высоты максимума  $\Delta E = 11$  кэВ.

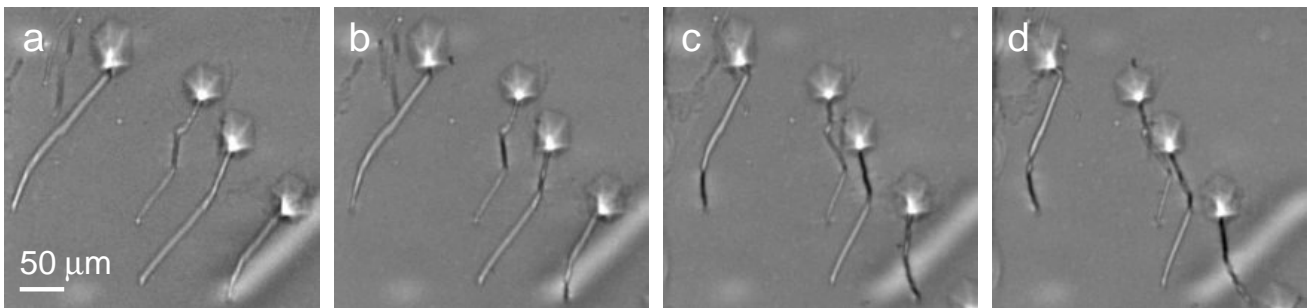
что хотя косинус имеет много осцилляций с одинаковой амплитудой, после суммирования по широкому спектру излучения остаются только центральная светлая и ближайшие темные полосы.

Такого типа изображения можно видеть на рис. 4. Серия изображений участка одной МТ была записана на детектор на разных расстояниях от образца. На тех из них, которые получены на расстояниях 2 и 4 см, горизонтальный диаметр сечения монотонно уменьшается вдоль оси трубки в направлении сверху вниз. В ближнем поле размер изображения коррелирует с истинным размером сечения, и можно сделать вывод, что сечение данной МТ действительно изменяется вдоль ее оси. Однако на малых расстояниях изображения узкие, а паразитный фон, который регистрирует детектор, – сильный. По этим причинам, как правило, изображения записывают на расстояниях от 10 до 50 см, где их структура изменяется. При  $r_d > 10$  см промежуток между черными полосами уже не уменьшается сверху вниз, то есть профиль распределения интенсивности в горизонтальном направлении один и тот же на всех высотах вдоль оси МТ. Изменяется только величина контраста.

Обращаясь к формуле (7), находим, что в центральной части изображения МТ, когда  $|x| < x_c$ , профили интенсивности определяются только косинусом, поскольку в дальнем поле  $x_c \gg r_1$ . Косинус не зависит от диаметров сечения МТ. То есть профили интенсивности имеют универсальный характер. А величина контраста определяется только произведением  $DD_0$ .

Для иллюстрации второго вывода рассмотрим ситуацию частного случая, когда ось МТ имеет наклон относительно направления распространения излучения (ось  $z$  на рис. 2). Обозначив угол наклона  $\vartheta$ , находим, что параметры трансмиссионной функции равны:  $D = d$ ,  $D_0 = d/\sin \vartheta$ , где  $d$  – диаметр МТ. При малом угле наклона  $D_0 \gg D$ . В принципе, можно определить величины  $d$  и  $\vartheta$  из параметров  $D$  и  $D_0$ . Однако для этого нужно быть уверенным, что МТ имеет круглое, а не эллиптическое сечение.

Экспериментально установлено, что такие МТ имеют весьма необычные изображения, центральная часть которых черного цвета. В то же время у трубок, оси которых перпендикулярны направлению пучка СИ, центральная



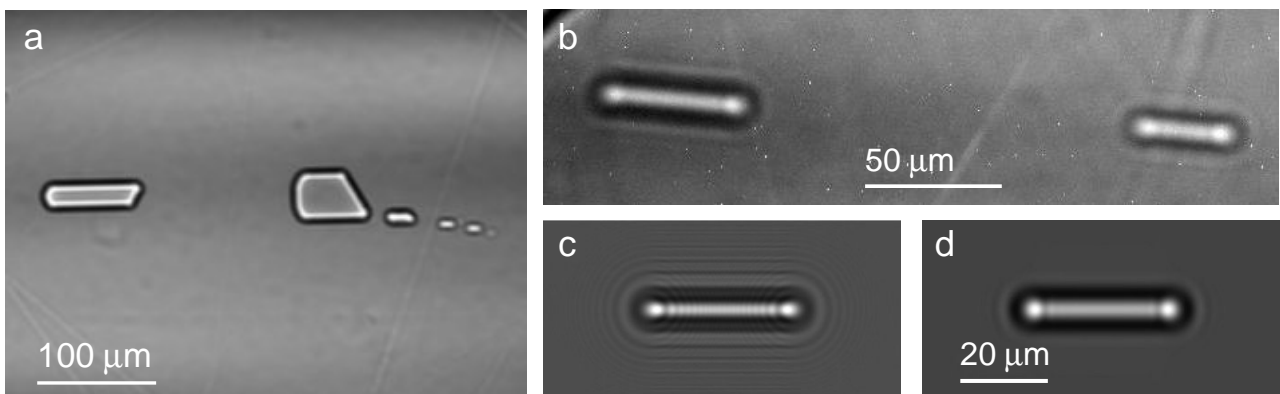
**Рис. 5.** Изображения микротрубок из серии проекций, измеренных путем поворотов образца SiC в пучке СИ. Соседние снимки различаются на угол  $2^\circ$ .

часть изображений белого цвета. Изменение знака контраста на изображениях трубки при поворотах образца долгое время казалось загадочным. Эта загадка была решена путем численного моделирования изображений с помощью программы FIMTIM. Причиной смены контраста является изменение угла  $\vartheta$  между осью МТ и направлением пучка СИ. При не очень малых значениях угла  $\vartheta$  набег фазы в сечении микротрубки мал и контраст стандартный. Если же угол  $\vartheta$  становится очень малым, то размер продольного сечения трубки пучком возрастает, и это приводит к осцилляциям волнового поля в области сечения. На большом расстоянии в розовом пучке эти осцилляции усредняются, и результатом усреднения является черный контраст.

На рис. 5 представлена серия фазово-контрастных изображений, записанных при поворотах образца. Сразу видно, что ориентация МТ более сложная, чем принято считать. Трубки могут отклоняться от начального направления своего распространения. Можно видеть смену знака контраста вдоль осей МТ. Типичный контраст (темные края и светлая середина) сменяется обратным (черная середина и светлые края).

Далее в разделе 2.6 описано решение обратной задачи для двумерных объектов. Последние представляют собой мелкие поры со сглаженными краями. Поры были обнаружены в образцах из кристаллов 6H-SiC, выращенных по оригинальной технологии, которая совмещала достоинства двух разных подходов [5, 6]. Технология позволила предотвратить распространение дислокационных МТ в растущий кристалл. Однако полученные кристаллы содержали другие микропоры. Определение параметров этих микропор путем моделирования их изображений способствовало решению проблемы их образования.

В отличие от более крупных фасетированных пор (рис. 6, *a*), мелкие поры имеют форму капсул (рис. 6, *b*). Капсула аппроксимируется цилиндром с круглым поперечным сечением, как у трубки. Однако, в отличие от трубки,



**Рис. 6.** (*a*) Микропоры в монокристалле 6H-SiC, выращенном в направлении  $[11\bar{2}0]$ . (*b*) Фазово-контрастное изображение микропор в форме капсул. Расстояние от образца до детектора  $z_1 = 35$  см. (*c*) Изображение капсулы, рассчитанное для излучения от точечного источника СИ и идеального детектора. (*d*) Сглаженное изображение после вычисления свертки с гауссианом (пояснения в тексте).



она имеет конечную длину и оканчивается полусферами с двух сторон цилиндра. Экспериментальные изображения были получены в монохроматическом пучке СИ с энергией фотонов  $E = 16$  кэВ, сформированным многослойным монохроматором с разрешением  $\Delta E/E = 0.4$  %. Задача моделирования состояла в определении параметров капсульных пор путем сравнения экспериментальных изображений с теоретическими. Ниже приведен алгоритм двумерного расчета.

На большом расстоянии  $r_s = z_0$  от источника СИ излучение можно разложить на монохроматические гармоники и аппроксимировать их выражением

$$E(x, y, z_0) = \exp(iKz_0)P_2(x, y, z_0). \quad (8)$$

где  $K = \omega/c = 2\pi/\lambda$ ,  $\omega$ —частота излучения,  $c$ —скорость света,  $\lambda$ —длина волны, и

$$P_2(x, y, z) = P(x, z)P(y, z), \quad P(x, z) = \frac{1}{(i\lambda z)^{1/2}} \exp\left(i\pi \frac{x^2}{\lambda z}\right). \quad (9)$$

Здесь используется декартова система координат с осью  $z$  вдоль направления пучка СИ (оптическая ось) и осями  $x, y$  вдоль горизонтальной и вертикальной осей в плоскости, перпендикулярной пучку. Формулы (8) и (9) соответствуют параксиальному приближению, которое справедливо для рентгеновского излучения с хорошей точностью. Воздействие на когерентную волну со стороны объекта описывается трансмиссионной функцией. Для объектов малых размеров фазовый фактор  $\exp(iKz)$  может быть опущен, поскольку он не влияет на интенсивность, измеряемую детектором.

Рассмотрим микропору в кристалле. Последний не оказывает воздействия на распределение интенсивности; он лишь однородно уменьшает интенсивность вследствие поглощения. Обозначим максимальную толщину поры вдоль пучка  $t_0$ . Влияние пустоты на электромагнитное поле излучения состоит в увеличении фазы и амплитуды волны по сравнению с остальной частью кристалла, в которой пустота отсутствует. Это может быть учтено выражением:

$$T(x, y) = \exp(iK[\delta - i\beta]t(x, y)) \quad (10)$$

где  $\delta$  и  $\beta$  — это параметры, характеризующие преломление и поглощение так, что комплексный коэффициент преломления материала равен  $n = 1 - \delta + i\beta$ , и  $t(x, y)$  — это переменная толщина поры вдоль оптической оси. Выражение (10) удобно использовать при расчете, потому что  $T(x, y)$  равно единице вне поры. После расчета необходимо умножить интенсивность на коэффициент  $\exp(-\mu_0 t_0)$ , чтобы учесть поглощение внутри пластины. Здесь  $\mu_0 = 2K\beta$  — линейный коэффициент поглощения.

За образцом на расстоянии  $r_d = z_1$  волновое поле может быть получено путем расчета интеграла Кирхгофа и вычисления свертки:

$$E(x, y, z_t) = \int dx_1 dy_1 P_2(x - x_1, y - y_1, z_1) T(x_1, y_1) P_2(x_1, y_1, z_0) \quad (11)$$

где  $z_t = z_0 + z_1$ . Преобразуем интеграл к виду, более удобному для расчета:

$$E(x, y, z_t) = P_2(x, y, z_t) \int dx_1 dy_1 P_2(x_r - x_1, y_r - y_1, z_r) T(x_1, y_1), \quad (12)$$

где  $x_r = xz_0/z_t$ ,  $y_r = yz_0/z_t$ ,  $z_r = z_1z_0/z_t$ . В дальнейшем удобно рассмотреть относительное волновое поле

$$A(x, y, z_t) = \frac{E(x, y, z_t)}{P_2(x, y, z_t)} \quad (13)$$

и преобразовать выражение к интегралу с конечными пределами:

$$A(x, y, z_t) = 1 + \int dx_1 dy_1 P_2(x_r - x_1, y_r - y_1, z_r) [T(x_1, y_1) - 1]. \quad (14)$$

В итоге, мы получим выражение для фазово-контрастного изображения, которое регистрирует детектор:

$$C(x, y) = |A(x, y, z_t)|^2 \exp(-\mu_0 t_0) \quad (15)$$

Для изображения микропоры в форме капсулы с цилиндрическим сечением используем формулу:

$$t(x, y) = t_0 \left( d - \frac{y^2}{R} \right)^{1/2} \quad (16)$$

где  $t_0 = 2R$ , и

$$\begin{aligned} d &= 1 & -a < x < a \\ d &= 1 - (x + a)^2/R^2 & x < -a \\ d &= 1 - (x - a)^2/R^2 & x > a \end{aligned} \quad (17)$$

В этом случае у нас есть только два параметра: радиус кривизны  $R$  и длина области постоянного сечения  $2a$ . Расчет свертки (14) был выполнен с помощью двух преобразований Фурье. Сначала вычислялся фурье-образ трансмиссионной функции  $[T - 1]$ . Результат умножался на фурье-образ пропатора Френеля  $P_2(x, y, z_r)$ . Обратное преобразование Фурье от произведения фурье-образов двух функций давало искомый ответ. Процедура FFT (быстрое преобразование Фурье) проводилась на сетке из  $2048 \times 1024$  точек с шагом 0.05 мкм.

Моделирование с использованием вышеприведенного алгоритма выполнено для следующих условий эксперимента: энергия фотонов  $E = 16$  кэВ,  $z_0 = 34$  м,  $z_1 = 35$  см,  $a = 20$  мкм. Параметру  $R$  присваивались различные значения с целью подогнать расчетные изображения к экспериментальному. Максимально близкое совпадение с экспериментом было получено для значения  $R = 3.5$  мкм. Изображение, рассчитанное для точечного источника, показано на рис. 6, с. Наличие интерференционных осцилляций обусловлено дифракционной природой рассеяния. Однако на экспериментальных изображениях эти осцилляции не видны.

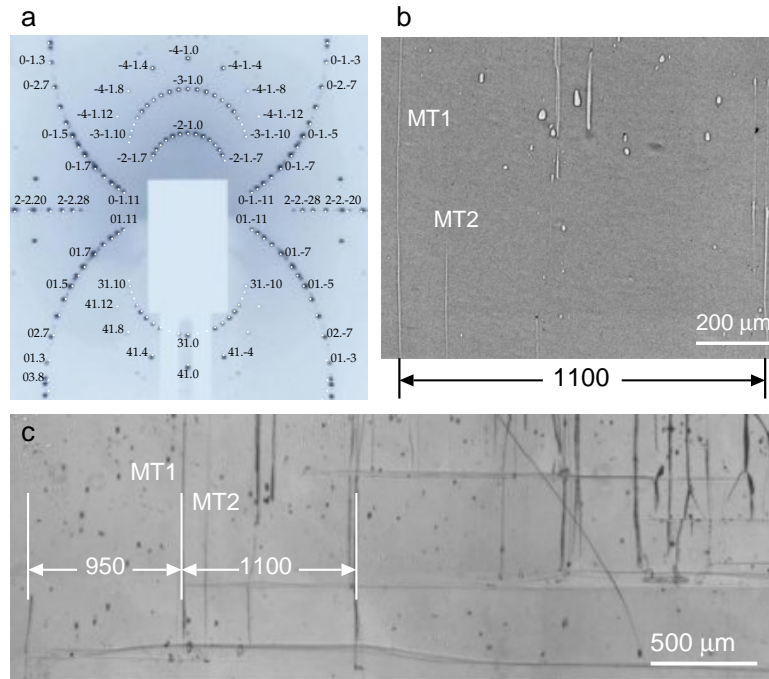
Примем во внимание, что реальный источник СИ имел размеры  $60(V) \times 160(H)$  мкм<sup>2</sup>. Учет полуширины источника выражается в сдвиге картины на детекторе. Для улучшения совпадения расчетное изображение было сглажено на 0.6 мкм по вертикали и на 1.6 мкм по горизонтали. Это довольно малые значения. Более важный фактор, отрицательно влияющий на качество совпадения, — это ограниченное разрешение детектора. Хотя оптимизированный размер пикселя детектора меньше микрометра ( $\sim 0.5$  мкм), реальное пространственное разрешение хуже.

Далее, на рис. 6,*d* показан результат свертки с гауссианом, имеющим полуширину 2 мкм по вертикали и 4 мкм по горизонтали. Результирующее изображение выглядит почти так же, как экспериментальное. Для того, чтобы получить картину в розовом пучке СИ, необходимо рассчитать изображения для различных энергий и просуммировать их все в одно целое в соответствии с эффективным спектром пучка. Очевидно, что такая процедура приведет к существенному ослаблению контраста.

**Глава 3** посвящена экспериментальному исследованию микротрубок (МТ) в монокристаллах SiC методом фазово-контрастного изображения. Показано, как экспериментальные исследования, которые сопровождаются компьютерным моделированием фазово-контрастных изображений, позволили обнаружить новые свойства и неизвестные ранее морфологические особенности дислокационных МТ. Предложены механизмы формирования морфологических особенностей.

В разделе 3.1 представлены экспериментальные доказательства неустойчивости цилиндрической формы МТ. Круглое сечение может переходить в эллиптическое, и размеры сечений могут изменяться вдоль осей МТ. На поверхности некоторых трубок наблюдаются локальные искривления. Наконец, МТ могут внезапно обрываться в кристалле. Эти особенности нельзя объяснить при помощи уже известных моделей (см., например, [7, 8]). Экспериментальные данные позволяют допустить, что формирование МТ в значительной мере определяется кинетикой процессов зарождения и взаимодействия дефектов, а не термодинамикой Франка. В настоящей работе предложен механизм формирования овальных микротрубок на основе процесса коагуляции вакансий вокруг дислокаций, вытянутых вдоль оси роста [0001] кристалла. Механизм заключается в охвате трубкой сразу нескольких дислокаций со сплошным ядром.

В разделе 3.2 рассматривается явление взаимодействия между дислокационными МТ. В частности, в параграфе 3.2.1 описан эффект коррелированного уменьшения размеров сечений двух МТ, расположенных на некотором расстоянии друг от друга. Согласно правилу Франка [9], радиус микротрубки  $r$  связан с ее вектором Бюргерса  $b$  соотношением  $r \sim b^2$ , и установленный эффект косвенно свидетельствует о том, что винтовые супердислокации внутри трубок могут упруго взаимодействовать без прямого контакта между трубками.

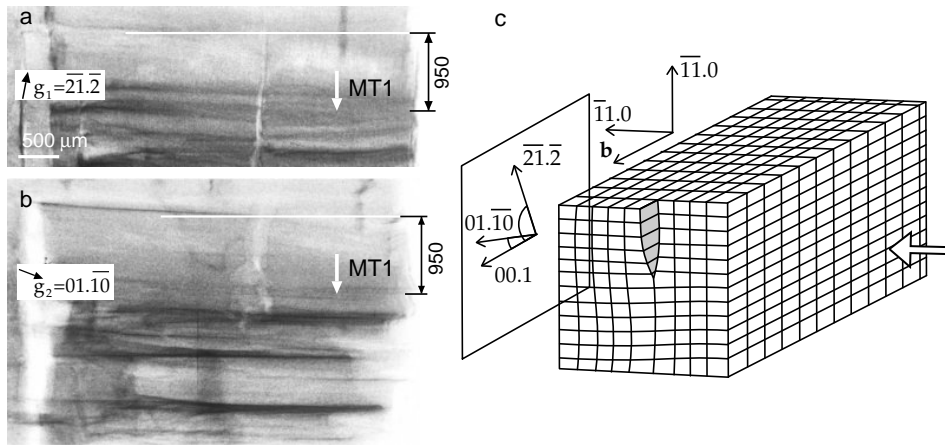


**Рис. 7.** (а) Лауэграмма пластины 4H-SiC ( $\bar{1}100$ ). Направления  $[\bar{1}100]$  и  $[0001]$  расположены в горизонтальной плоскости соответственно параллельно и перпендикулярно направлению пучка СИ. Расстояние от образца до пленки 13 см. (б) Рентгеновское фазово-контрастное изображение, записанное на детектор на расстоянии  $r_d = 7$  см. Микротрубки переменного сечения, удаленные от других трубок, обозначены МТ1 и МТ2. (с) Оптическая микрофотография, на которой видны микротрубки (вертикальные линии) и включения инородных политипов (горизонтальные линии). Расстояния указаны в микронах. Пояснения в тексте.

ми. До сих пор считалось, что необходимым условием реакции, приводящей к уменьшению векторов Бюргерса и диаметров МТ, является их непосредственный контакт [10]. Такие контактные реакции могут эффективно уменьшить плотность МТ в кристаллах SiC. Однако с уменьшением плотности они становятся маловероятными. Альтернативой контактным реакциям могут служить *бесконтактные* реакции.

Эффект был обнаружен в образцах в форме пластин, вырезанных из кристаллов 4H-SiC параллельно оси роста  $[0001]$ . На рис. 7,а показана лауэграмма, согласно которой поверхность одной из пластин имеет ориентацию  $(\bar{1}100)$ . На фазово-контрастном изображении этого образца можно заметить изменение размеров сечений двух соседних трубок, обозначенных МТ1 и МТ2 (рис. 7,б). Вследствие этой особенности, а также из-за удаленности от других МТ, трубки были выбраны для более подробного изучения. На рис. 7,б локализация более крупной трубки МТ1 отнесена к месту, отстоящему на расстояние 1100 мкм от группы других МТ. На оптической микрофотографии (рис. 7,с) эта группа находится справа от МТ1. А слева от нее виден дефект на поверхности пластины. Последний служил репером, от которого производился отсчет расстояний на рентгеновских топограммах.

Среди рефлексов, представленных на лауэграмме (рис. 7,а), были



**Рис. 8.** Топограммы с изображениями микротрубки МТ1 и соседних с ней дислокаций и микротрубок. Полихроматическое СИ. Пленка Kodak SR-45. Положение репера отмечено белой линией. (а) Отражение  $\mathbf{g}_1 = \bar{2}\bar{1}\bar{2}$ . Угол  $\angle \mathbf{g}_1, \mathbf{b} = 78.8^\circ$  при условии  $\mathbf{b} \parallel [00.1]$ . (б) Отражение  $\mathbf{g}_2 = 01\bar{1}\bar{0}$ . Угол  $\angle \mathbf{g}_2, \mathbf{b} = 20.6^\circ$ . (с) Диаграмма искажений кристаллической решетки, вызванных винтовой дислокацией с вектором Бюргерса  $\mathbf{b} \parallel [00.1]$ .

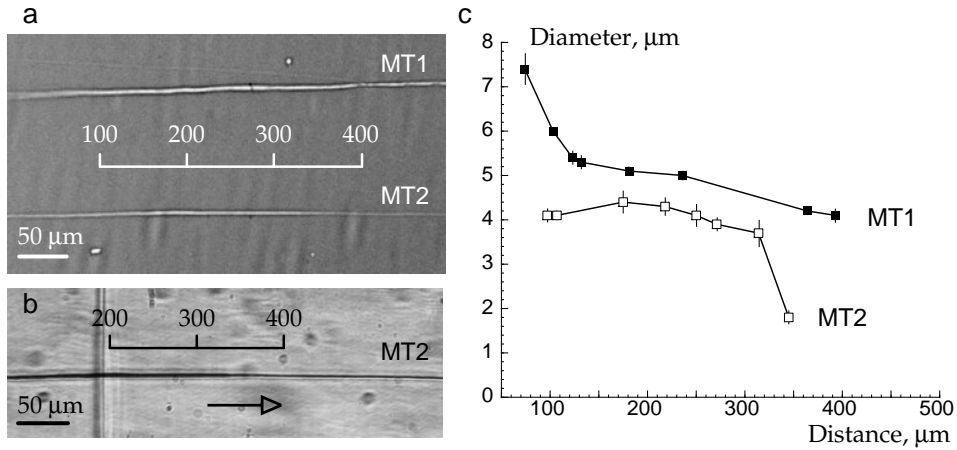
выбраны отражения  $\bar{2}\bar{1}\bar{2}$  и  $01\bar{1}\bar{0}$ . Лауэтопограммы в белом пучке СИ, увеличенные через оптический микроскоп, представлены на рис. 8, *a–b*. Белая стрелка указывает на местоположение МТ1. Искажение решетки, вызванное винтовой супердислокацией, расположенной вдоль оси трубки, показано в виде диаграммы на рис. 8, *с*. Вектор Бюргерса супердислокации  $\mathbf{b} \parallel [00.1]$ . Большой стрелкой, обращенной влево, обозначено направление пучка СИ, параллельное оси  $[\bar{1}\bar{1}.0]$ . На диаграмме нанесены проекции векторов дифракции  $\mathbf{g}_1 = \bar{2}\bar{1}\bar{2}$  и  $\mathbf{g}_2 = 01\bar{1}\bar{0}$  на плоскость пленки.

Контраст изображения МТ1 выше в отражении  $01\bar{1}\bar{0}$ , чем в отражении  $\bar{2}\bar{1}\bar{2}$ . Контраст уменьшается увеличением угла  $\angle \mathbf{g}, \mathbf{b}$  от  $20.6^\circ$  до  $78.8^\circ$ . Известно, что контраст винтовой дислокации равен нулю, когда выполняется условие  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$  при  $\angle \mathbf{g}, \mathbf{b} = 90^\circ$ . Поведение контраста МТ1 не противоречит утверждению о том, что супердислокация имеет винтовую ориентацию вектора Бюргерса.

Фазово-контрастные изображения были записаны на разных расстояниях между образцом и детектором. Одно изображение из серии показано на рис. 9, *a*. Кроме двух рассматриваемых МТ1 и МТ2 на изображении присутствует еще одна тонкая трубка, которая находится в контакте с МТ1. Конфигурация представляет собой пример контактного взаимодействия, которое описано ниже.

Размеры сечений трубок МТ1 и МТ2 изменяются в направлении роста кристалла. Это особенно хорошо видно на оптической микрофотографии (рис. 9, *b*). Диаметры сечений были определены путем компьютерной симуляции профилей относительной интенсивности с помощью программы FIMTIM. Профили были измерены на разных уровнях вдоль осей трубок.

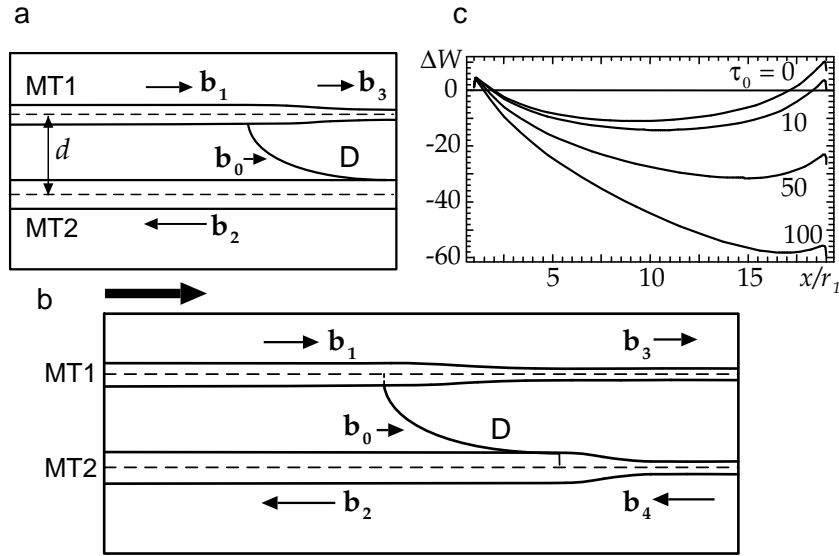
Результаты моделирования показаны на рис. 9, *с*. Можно видеть, что



**Рис. 9.** (a) Фазово-контрастное изображение микротрубок МТ1 и МТ2. Расстояние от образца до детектора  $r_d = 10$  см. (b) Оптическая микрофотография трубки МТ2. Стрелкой показано направление роста кристалла. (c) Изменение поперечных диаметров сечений микротрубок МТ1 и МТ2 в зависимости от расстояния вдоль оси трубки.

между изменениями сечений МТ1 и МТ2 существует следующая корреляция. Для МТ1 поперечный диаметр резко уменьшается от 7.4 до 5.3 мкм на интервале от 72 до 121 мкм вдоль ее оси, тогда как для соседней с ней МТ2 уменьшение диаметра от 3.7 до 1.8 мкм происходит немного позже на интервале от 312 до 343 мкм. Коррелированное уменьшение сечений МТ является признаком взаимодействия между дислокациями, расположенными внутри трубок. Эта идея подробно рассмотрена в параграфе 3.2.2.

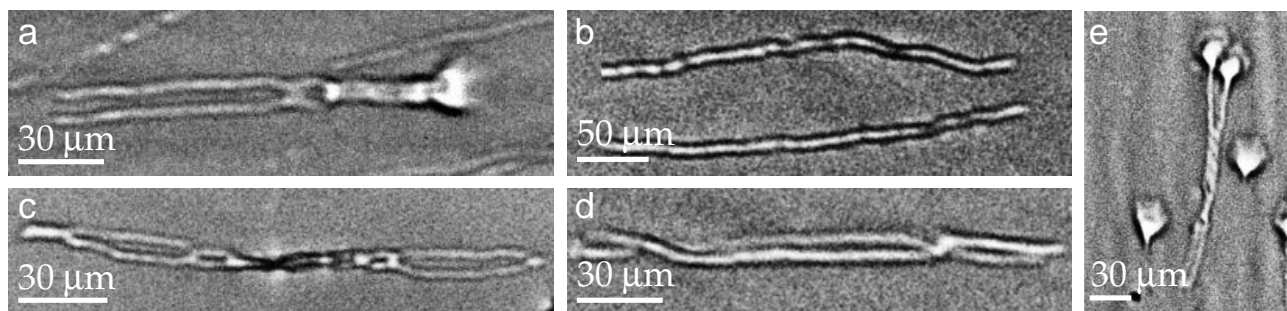
Схема протекания бесконтактной реакции между близкими МТ в растущем кристалле SiC представлена на рис. 10, где поперечное сечение кристалла изображено в последовательные моменты времени. Пусть МТ1 и МТ2, находящиеся на расстоянии  $d$  друг от друга, содержат винтовые супердислокации противоположного знака с векторами Бюргера соответственно  $\mathbf{b}_1$  и  $\mathbf{b}_2$ . Направление роста показано жирной стрелкой, обращенной вправо. Предположим, что во время роста кристалла МТ1 испускает дислокационную петлю  $D$  с вектором Бюргера  $\mathbf{b}_0$ , которая, расширяясь, достигает поверхности МТ2 и реагирует с ее дислокацией (рис. 10, a). Фронтальный (верхний) сегмент  $D$  поглощается микротрубкой МТ2. В результате вектор Бюргера МТ1 изменяется от  $\mathbf{b}_1$  до  $\mathbf{b}_3$ , и радиус МТ1 уменьшается. Соответствующие дислокационные реакции можно описать уравнениями:  $\mathbf{b}_1 - \mathbf{b}_0 = \mathbf{b}_3$  и  $\mathbf{b}_2 + \mathbf{b}_0 = \mathbf{b}_4$ , где  $\mathbf{b}_3$  и  $\mathbf{b}_4$  - векторы Бюргера микротрубок МТ1 и МТ2 после бесконтактной реакции (рис. 10, b). Польза от этой реакции может быть в том, что обе трубки уменьшают свои диаметры: МТ1 после эмиссии дислокации со сплошным ядром, а МТ2 - после ее поглощения. Можно ожидать, что уменьшение сечений обеих МТ постепенно приведет к их полному зарастанию. Слабой стороной этой качественной модели является то обстоятельство, что винтовые дислокации в кристаллах SiC вряд ли могут скользить вследствие большой величины векторов Бюргера.



**Рис. 10.** Схема протекания бесконтактной реакции между микротрубками МТ1 и МТ2. (а) Микротрубки содержат винтовые супердислокации с векторами Бюргерса противоположных знаков  $\mathbf{b}_1$  и  $\mathbf{b}_2$ . МТ1 испускает дислокационную петлю  $D$  с вектором Бюргерса  $\mathbf{b}_0$ ;  $\mathbf{b}_1$  уменьшается до  $\mathbf{b}_3$ . (б) Сегмент  $D$  поглощается МТ2, которая изменяет свой вектор Бюргерса от  $\mathbf{b}_2$  до  $\mathbf{b}_4$ . (с) Зависимость энергии  $\Delta W$ , связанной с испусканием дислокации  $D$  микротрубкой МТ1 вблизи микротрубки МТ2, от нормированной дислокационной координаты  $x/r_1$  для  $d/r_1 = 20$ ,  $b_1/b_0 = b_2/b_0 = 7$  и  $\tau_0 = 0, 10, 50$  и  $100$  МПа. Энергия  $\Delta W$  приведена в единицах  $Gb_0^2/4\pi$ . Пояснения в тексте.

Естественно предположить, что в области между трубками (но вдали от их поверхности) есть термические напряжения, возникшие в процессе роста кристалла. Обозначив соответствующее напряжение сдвига  $\tau_0$ , можно рассчитать изменения энергии  $\Delta W$ , связанное с испусканием винтовой дислокации с вектором Бюргерса  $\mathbf{b}_0$ . Предположим, что МТ1 и МТ2 имеют круглые сечения с радиусами  $r_1$  и  $r_2$ . Пусть их векторы Бюргерса сначала равны между собой и составляют  $7\mathbf{b}_0$ . И пусть испускание дислокации  $D$  происходит под действием сдвиговых термонапряжений  $\tau_0$ .

Результат расчета представлен на рис. 10,с, из которого видно, что существуют два энергетических барьера для обмена дислокацией. Однако напряжение  $\tau_0$  уменьшает оба эти барьера. В диапазоне значений напряжений от 10 до 100 МПа, характерных для роста объемных кристаллов SiC, первый барьер уменьшается довольно слабо, зато второй весьма сильно. Первый барьер имеет высоту примерно  $1.5Gb_0^2/\pi$ , где  $G$  – модуль сдвига, на единицу длины дислокации, то есть  $0.48Gb_0^3$  на один период решетки. Справедливо допустить, что такой барьер можно преодолеть за счет флуктуаций термонапряжений. Высота второго барьера примерно в пять раз выше при  $\tau_0 = 0$ , но она падает до  $0.16Gb_0^3$  при  $\tau_0 = 100$  МПа. Можно заключить, что термическое напряжение сдвига весьма эффективно способствует переносу дислокации и делает его возможным даже между МТ с большими векторами Бюргерса одного знака.



**Рис. 11.** Конфигурации, образовавшиеся в результате контактных реакций дислокационных микротрубок в кристаллах SiC. Показаны реакции слияния (a) и закручивания с формированием дислокационных диполей (c), (d). Момент сближения двух микротрубок отражает фрагмент (b). Расщепление микротрубки на две меньшего диаметра (e).

Далее в параграфе 3.2.3 рассмотрены контактные взаимодействия между МТ. Эти последние имеют место в местах плотных скоплений МТ и проявляются в виде трансформации трубок. В данной работе трансформации разных типов были обнаружены при проведении экспериментов с кристаллами, которые содержали включения инородных политипов. Взаимосвязь между изменением формы трубок и протеканием реакций содержащихся в них дислокаций была установлена путем теоретического анализа. Последний позволил объяснить формирование следующих конфигураций (рис. 11): (1) дислокационных пучков; (2) слившихся МТ, когда две или несколько трубок соединяются в одну; (3) спиралей, образованных двумя и более МТ; (4) полупетель, которыми заканчиваются двойные спирали; (5) разветвляющихся трубок. Реакции слияния трубок, разветвления одной трубки на две с меньшими диаметрами и образования полупетель, приводящее к остановке их распространения, оказываются особенно полезными, потому что они способствуют быстрому снижению плотности МТ.

Заметим, что ни один из методов, которые обычно применялись ранее для изучения МТ, не давал возможности наблюдать на микроуровне за морфологией этих дефектов. Такие приборы как оптический микроскоп с дифференциальным контрастом Номарского, сканирующий электронный или атомно-силовой микроскоп выявляют спирали роста и ямки на ростовой поверхности. Просвечивающий электронный микроскоп регистрирует дифракционное изображение дислокации, линия которой проходит внутри трубки. Методы рентгеновской топографии хорошо чувствуют поля напряжений, но не отличаются высоким разрешением. В отличие от перечисленных, метод фазово-контрастного изображения на просвет в СИ предоставляет информацию как о форме, так и о ее микроскопических изменениях на всем пути распространения МТ в кристалле. Благодаря этому он может использоваться для *post-factum* интерпретации изменений, происходящих в процессе роста кристалла.

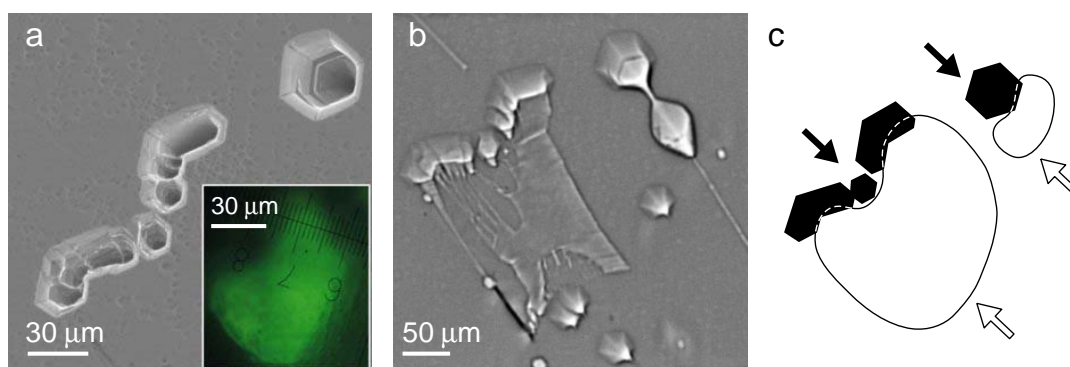


**Глава 4** излагает результаты исследования процессов формирования и эволюции дефектной структуры в условиях стабилизации основного поли типа растущего кристалла SiC. Актуальность исследования обусловлена проблемой получения высоко-легированных политипно-однородных кристаллов SiC большого диаметра. Вначале рассматривается зарождение пор, вызванное появлением включений инородных политипов. Приводятся экспериментальные свидетельства важной роли дислокационных микротрубок в образовании и росте пор. Акцентируется внимание на особенностях поведения микротрубок в поле упругих напряжений включения. Затем описываются наблюдения над включениями, порами и микротрубками при устойчивом росте основного политипа. Обсуждаются превращения дефектов. Экспериментально продемонстрировано повышение структурного совершенства в условиях политипной однородности.

Исследованы кристаллы SiC, полученные разными модификациями метода сублимации. В разделах 4.1–4.4 изложены результаты наблюдения над слитками, выращенными в условиях осевого температурного градиента между источником и затравочным кристаллом. Раздел 4.5 посвящен изучению формирования дефектной структуры в монокристаллах, полученных по новой технологии в условиях осевого градиента температуры и радиального теплового поля. Последнее обеспечивало свободное распространение растущего кристалла за пределы контура кристалла-затравки.

Исследование проводилось следующими методами. Визуализация дефектов на поверхности образцов осуществлялась методами оптической и сканирующей электронной микроскопии (СЭМ). Для получения картин распределения пор и МТ в объеме кристаллов применялись методы фазово-контрастного изображения и топографии в синхротронном излучении. Включения инородных политипов выявлялись посредством фотолюминесцентной (ФЛ) микроскопии. Для возбуждения ФЛ использовалось ультрафиолетовое (УФ) излучение.

На рис. 12 показан пример совместного использования методов. Поры



**Рис. 12.** (а) Поры на поверхности образца 4H-SiC. Метод СЭМ. На вставке: ФЛ-микрофотография включения 21R-SiC. (b) Рентгеновское фазово-контрастное изображение того же места в объеме образца. (c) Диаграмма включения, пор и микротрубок.

на поверхности образца 4H-SiC, обработанной расплавом гидроксида калия, выявляет метод СЭМ (рис. 12, *a*). Включение инородного политипа, расположенное в том же месте под поверхностью образца, представлено на ФЛ-микротографии. Темно-зеленый цвет ФЛ характерен для политипа 21R-SiC (при температуре 77 К). Сопоставляя изображения, замечаем, что поры находятся на границе включения (рис. 12, *c*). Фазово-контрастное изображение обнаруживает интересные особенности строения этих пор: они образованы путем слияния микротрубок в объеме образца (рис. 12, *b*).

В ранее проведенных исследованиях локализацию пор по границам включений инородных политипов объясняли эффектом их формирования из тех МТ, которые зародились на самих границах из винтовых супердислокаций. В данной работе исследован вклад других МТ, расположенных в соседних с включением областях растущего кристалла. Эти МТ перемещались по направлению к включению под влиянием силы взаимодействия с его границами. Эффект взаимодействия упоминался в литературе. Однако механизмы процессов зарождения, формирования, разрастания и остановки роста пор ранее не были объяснены.

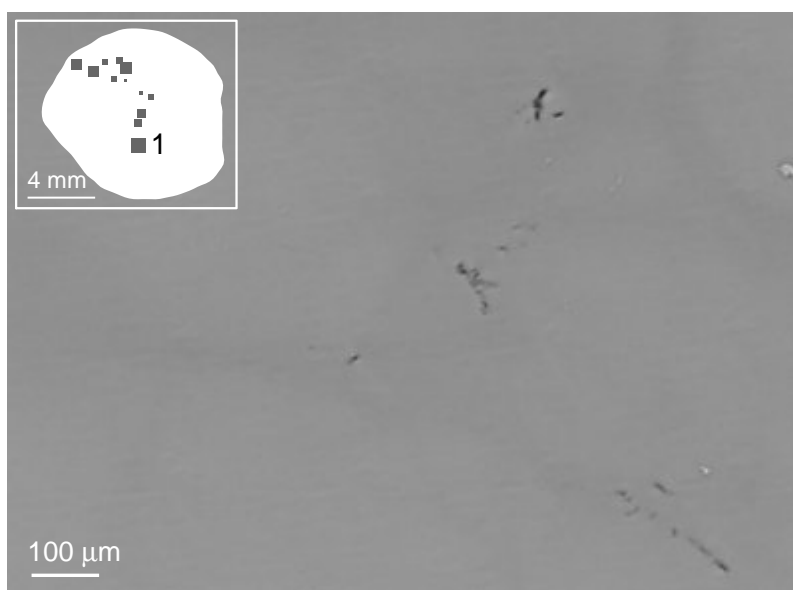
По результатам экспериментального исследования, представленного в разделах 4.1–4.3, установлено, что зарождение включений паразитных политипов, происходящее, как правило, на начальной стадии роста кристалла SiC, всегда сопровождается формированием пор из дислокационных микротрубок. Последние приближаются к границе включения, совершая при этом сложные перемещения параллельно и перпендикулярно фронту роста. Они взаимодействуют, вступая в контактные реакции. МТ группируются на границах включений, и поры формируются за счет слияния МТ между собой. Поры растут, привлекая новые МТ.

Для объяснения этих экспериментальных наблюдений, были сформулированы основные идеи. Включение обладает собственными полями упругой деформации, обусловленными несоответствием параметров и/или разориентацией его кристаллической решетки относительно решетки матрицы. Поля упругой деформации включения могут взаимодействовать с дислокациями внутри трубок. Когда мигрирующая МТ достигает границы включения, она частично снимает напряжения несоответствия, создаваемые включением. Теоретические модели [11], разработанные на основе этих идей, внесли весомый вклад в понимание вышеперечисленных механизмов.

Объяснение не может быть полным без ответа на вопрос о том, насколько обратим процесс формирования пор из микротрубок? Для прямого наблюдения за процессами эволюции включений, пор и МТ в слитке в целом был реализован следующий подход. Выращенный монокристалл SiC разрезался перпендикулярно оси роста [0001] на пластины, которые нумеровались по направлению от кристалла-затравки до вершины. Приготовленные образцы ориентировались на рентгеновском дифрактометре для фиксации направле-

ния разориентации поверхности относительно базисной грани. На следующем этапе каждый образец исследовали методом фазово-контрастного изображения, предварительно установив идентичность ориентации с помощью съемки лауэтопограмм. Таким образом, методы получения фазовых изображений и топограмм совмещали в процессе одного эксперимента, регистрируя их последовательно с помощью детекторов. При этом разрешение фазовых изображений определялось выбором размера эффективных пикселей ПЗС матрицы в системе „сцинтиллятор – ПЗС“. А разрешение лауэтопограмм зависело от размера точки плоскопанельного детектора. Для повышения разрешения использовали пленку.

Чтобы проследить за изменениями, одну и ту же область наблюдения находили в каждой пластине. Картины, записанные на детектор в различных по высоте сечениях образца, сравнивали между собой. Результаты, описанные в разделе 4.4, показывают, что в условиях политипной однородности кристалл вновь становится сплошным. Стабилизация основного политипа устраняет несоответствие решеток между включением и матрицей, тем самым устраняя причины для генерации новых пор. Заращение включений приводит к полному закрытию пор. При этом в ансамбле микротрубок происходят процессы самоорганизации. Дислокационные МТ упруго взаимодействуют и вступают в реакции друг с другом, а также с дислокациями со сплошным ядром. В результате некоторые из них уменьшают свои векторы Бюргерса или аннигилируют и затем зарастают. Другие образуют плотные группы, удаленные друг от друга (рис. 13) и могут продолжать распространяться внутри растущего кристалла. В конце процесса роста плотность МТ, как правило, уменьшается.

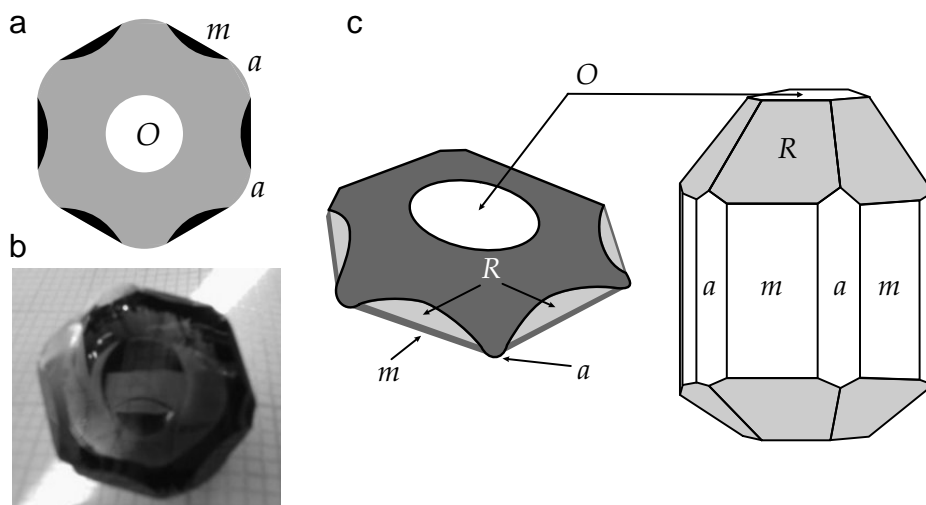


**Рис. 13.** Микротрубки в последней по направлению роста пластине из слитка 6H-SiC. Вставка на рисунке показывает контур образца, на котором отмечены места скопления микротрубок. Рисунок демонстрирует увеличенное изображение квадрата 1.

В разделе 4.5 описана проблема получения кристаллов SiC в условиях осевого и бокового градиентов температуры. Последний формирует тепловое поле между центром тигля и стенками тигля. Назовем „нормальным“ рост кристалла в направлении  $[0001]$ , а „латеральным“ — рост в направлениях, перпендикулярных  $[0001]$ . В условиях, когда нормальный и латеральный рост происходят в течение одного процесса, поперечное сечение растущего слитка увеличивается по отношению к сечению кристалла-затравки [12–14]. Это должно приводить к уменьшению средней плотности дислокаций и МТ, потому что они не имеют возможности прорасти за пределы контура затравки.

На первой стадии выращивания кристалл SiC растет в направлении оси  $[0001]$  и в то же время увеличивается в боковом направлении так, что отношение скорости бокового роста к скорости осевого роста составляет величину от 0.35 до 1.75. В результате он увеличивает свой поперечный размер в 3–5 раз, приобретая габитус секториально построенного гексагонального кристалла. После того, как желаемый диаметр достигнут, латеральный рост подавляется; в то же время осевой рост усиливается на второй стадии. Для описываемых кристаллов затравками служили подложки 6H-SiC (0001) диаметром 8 мм с плотностью дислокаций и МТ соответственно  $10^4 \text{ см}^{-2}$  и  $10 \text{ см}^{-2}$ . Температура роста была 2000–2300° С; давление Ar составляло 0.1 миллибар.

На рис. 14 из параграфа 4.5.1 показаны диаграмма (а) и фотография (b) граней, имеющихся на кристалле SiC, полученном методом „свободного распространения“ [13]. Грань базиса  $O$  — это округлая области в центре слитка, расположенная над затравкой. Хорошо видно увеличение сечения,



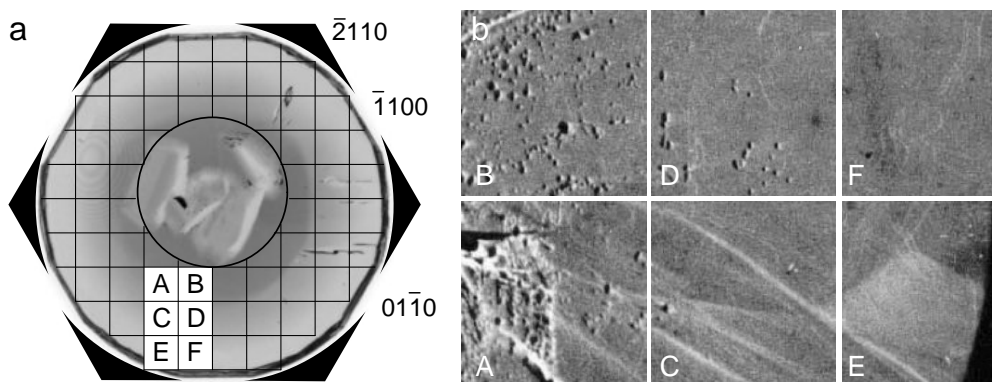
**Рис. 14.** (а) Облик кристалла 6H-SiC, образованный гранью базиса  $O$  и гранями призматического пояса  $m \{10\bar{1}0\}$  и  $a \{11\bar{2}0\}$ . (b) Фотография кристалла 6H-SiC. Вид сверху. (c) Секториально построенный гексагональный кристалл. Грани ромбоэдра обозначены буквой  $R$ .

достигнутое на первом этапе роста, когда сформировались наклонные грани  $R$ , пересекающие грани гексагональной призмы  $m$  (рис. 14, *c*). Кристалл, показанный на фотографии, имеет 20 мм в диаметре и 20 мм в высоту. Другие подобные кристаллы были до 40 мм в диаметре. Образцы для исследования были вырезаны параллельно грани базиса и граням призм.

Далее в параграфах 4.5.2 и 4.5.3 описано исследование дефектной структуры, выполненное методами фазово-контрастного и брэгг-дифракционного изображения с привлечением методов оптической и ФЛ-микроскопии. На рис. 15, *a* можно видеть фотографию пластины с ориентацией (0001). Ее центральная область очерчена окружностью, а латеральная область покрыта сеткой. Форма края явно указывает на присутствие граней призматического пояса:  $m$  и  $a$ . Вызывает интерес неоднородный контраст в центре пластины. По данным ФЛ-микроскопии, которые на рисунке не приводятся, в центральной части кристалла сформировались включения паразитных политипов.

В данном образце плотность дислокаций и МТ оценивалась по ямкам травления. Для наглядного представления, рентгеновская топограмма была разбита на квадратные ячейки площадью 4 мм<sup>2</sup>. Рассмотрим фрагмент сетки из 6 квадратов  $A, B, \dots, F$  в латеральной области образца (рис. 15, *b*). Ясно видно, что в квадратах  $E$  и  $F$ , расположенных на периферии латеральной области, ямок нет. Однако ямки появляются в квадратах  $C$  и  $D$ , то есть в середине латеральной области. Их количество постепенно увеличивается по направлению к центральной области и резко увеличивается у границы между центральной и латеральной областями, то есть в квадратах  $A$  и  $B$ . Средняя плотность ямок травления равна  $1.6 \times 10^3 \text{ см}^{-2}$ . Те ямки, которые расположены по краю центральной области, составляют и 91% от этой величины.

Для оценки средней плотности МТ был использован метод фазово-контрастного изображения. Большим достоинством метода является просто-



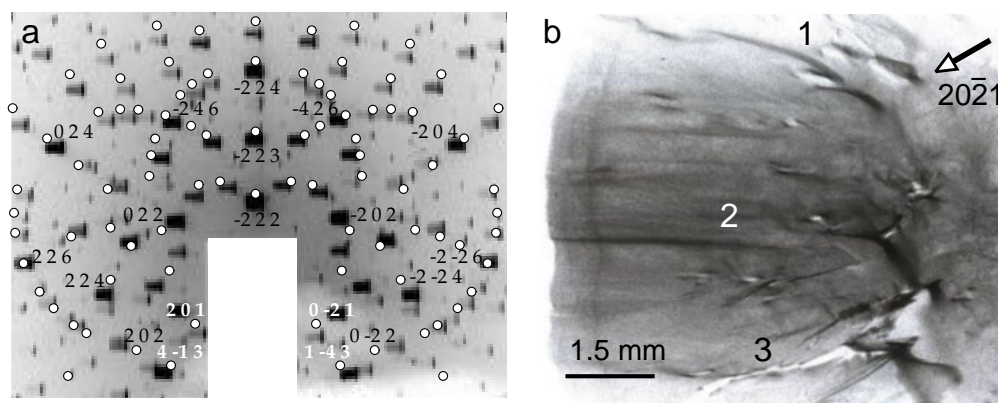
**Рис. 15.** (а) Фотография кристаллической пластины 6H-SiC (0001). Центральная область очерчена окружностью. Латеральная область покрыта сеткой. (б) Изображения ямок травления дислокаций и микротрубок на рентгеновской топограмме. Метод Ланга. Излучение  $\text{CuK}\alpha$ . Отражение  $10\bar{1}.10$ .

та, с которой можно оценить плотность МТ отдельно от дислокаций со сплошным ядром. С одной стороны, последние просто нельзя наблюдать этим методом. С другой стороны, проблема различения трубок и других нарушений сплошности решается благодаря специфическим особенностям контраста этих дефектов. Плотность МТ в латеральной части образцов была равна  $9 \text{ см}^{-2}$ .

Таким образом, наибольшее количество дислокаций и МТ находится в центральной части кристалла, расположенной над затравкой. Быстрое уменьшение количества этих дефектов происходит по направлению к периферии латеральной области. Заметим, что публикация [13], в которой метод свободного распространения был предложен и экспериментально продемонстрирован, сообщала другие цифры. Плотность дислокаций уже в середине латеральной области не превышала  $10 \text{ см}^{-2}$ , а дислокационные МТ не наблюдались. Тот факт, что плотность МТ оказалась примерно на порядок выше, можно объяснить присутствием включений паразитных политипов, зарождение которых вызвало снижение структурного качества образцов. Кроме вышеперечисленных дефектов, в образцах обнаружены щелевидные поры, вытянутые между центральной и периферийной частями пластин вдоль направлений  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ .

Более полное понимание процессов дефектообразования было достигнуто с помощью метода рентгеновской топографии. При этом регистрация топограмм сочеталась с записью фазово-контрастных изображений. Поскольку замена детектора практически не сказывалась на положении пучка на образце, то и не возникало существенных трудностей с тем, чтобы определить какая часть кристалла изображалась на снимках обоих типов. В частности, лауэтопограмма, показанная на рис. 16, *a*, соответствует области образца, расположенной между щелевидными порами.

После проведения индицирования интенсивных отражений, на пленке были выбраны топограммы в отражениях  $\{20\bar{2}1\}$ . Они располагались вблизи



**Рис. 16.** (а) Лауэ-топограмма пластины 6H-SiC (0001). Вертикальное направление:  $[\bar{1}120]$ . Расстояние между образцом и пленкой 145 мм. Индицирование отражений выполнено на основе стандартных данных для 6H-SiC. (б) Топограмма в отражении  $20\bar{2}1$ . Границы между разориентированными областями обозначены цифрами 1, 2 и 3.

центра снимка Лауэ, поэтому давали почти неискаженные изображения дефектов. Одна топограмма, увеличенная с помощью оптического микроскопа, показана на рис. 16, *b*. На топограмме изображения отдельных дислокаций не разрешаются. В то же время контраст фона весьма неоднородный. Это дает основания считать, что исследуемый кристалл несовершенный. Изменения интенсивности интегрального отражения, приводящие к неоднородному фону картины, вызваны статистическими флуктуациями высокой локальной плотности дислокаций. На этом фоне можно наблюдать линии темного (1, 2) или светлого (3) контраста (рис. 16, *b*). Изменение контраста этих линий в разных отражениях позволяет охарактеризовать его как ориентационный контраст границ между разориентированными областями.

Для установления связи между дефектами были получены фазово-контрастные изображения от образцов, ориентированных параллельно граням призм. На изображениях доминировали два типа дефектов — МТ и щелевидные поры. Причем в образцах с *m*-ориентацией МТ наблюдались редко. Напротив, образцы, ориентированные параллельно *a*-граням, всегда содержали МТ и довольно крупные тучатые поры. Эти и другие данные дали основания предполагать о существовании плоских дефектных границ, ориентированных параллельно оси роста  $[0001]$  и по осям  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ .

Для объяснения вышеописанных наблюдений были предложены две категории дефектов структуры, весьма различных как по своему происхождению, так и по местоположению в слитке. При обсуждении результатов в параграфе 4.5.4 дислокации и дислокационные МТ отнесены к первой категории, а плоские щелевидные поры — ко второй. Часть дефектов первой категории наследуется из затравки, и они развиваются в центральной области растущего кристалла. Кроме того, дефекты могут вновь появиться в процессе роста в условиях политипной неоднородности. Щелевидные поры образуются в латеральной части слитков SiC. Естественно предположить, что поры зарождаются на некоторых ранее существовавших плоских дефектах, характерных для сублимационного роста объемных кристаллов SiC. С одной стороны, хорошо известно, что рост кристалла в направлении  $[0001]$  сопровождается образованием малоугловых границ и полос скольжения из краевых дислокаций вдоль направлений  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  (см., например, [15]). Эти дефекты расположены на периферии слитков. Они вызваны развитием термонапряжений в процессе роста и остывания кристалла. С другой стороны, свободное распространение кристалла SiC от цилиндрической затравки может начаться с множественного зарождения центров кристаллизации, дальнейший рост и срастание которых приводит к формированию плоских дефектных границ вдоль направлений  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  высокой скорости роста.

Какова бы ни была природа плоских дефектов, для их трансформации в поры необходимо выполнение следующих условий. Они должны поглотить большое количество вакансий или привлечь некоторые „элементарные“ поры,

уже существующие вокруг них. Обсуждение обеих этих возможностей с использованием количественных оценок показало, что формирование пор возможно, во-первых, по механизму диффузии вакансий вдоль дислокаций, которые являются элементарными составляющими плоских дефектных границ. Во-вторых, поры могут появиться в результате притяжения микротрубок к плоским дефектам и друг к другу. Отметим, что в боковую часть слитков дефекты из кристалла-затравки не распространяются. Причиной увеличения плотности МТ за пределами контура затравки являются включения инородных политипов.

Когда кристалл SiC разрастается латерально в условиях теплового поля, стабильность параметров теплового поля является принципиально важным фактором для получения материала высокого структурного совершенства. Контроль параметров играет основную роль в подавлении включений политипов на стадии их зарождения. При этом происходит снижение плотности дислокаций и МТ за пределами сектора базисной грани. На стадии нормального роста низкая плотность дефектов сохраняется при условии, что политипная однородность не нарушается.

**Глава 5** построена на экспериментальных результатах, полученных при исследовании объемных монокристаллов нитрида алюминия (AlN), выращенных на подложках из кристаллического карбида кремния методом сублимации. AlN является лучшим (и в настоящее время единственным) материалом для собственных подложек, способных обеспечить качественные эпитаксиальные слои нитридов металлов III группы для оптоэлектронных устройств, работающих в УФ диапазоне.

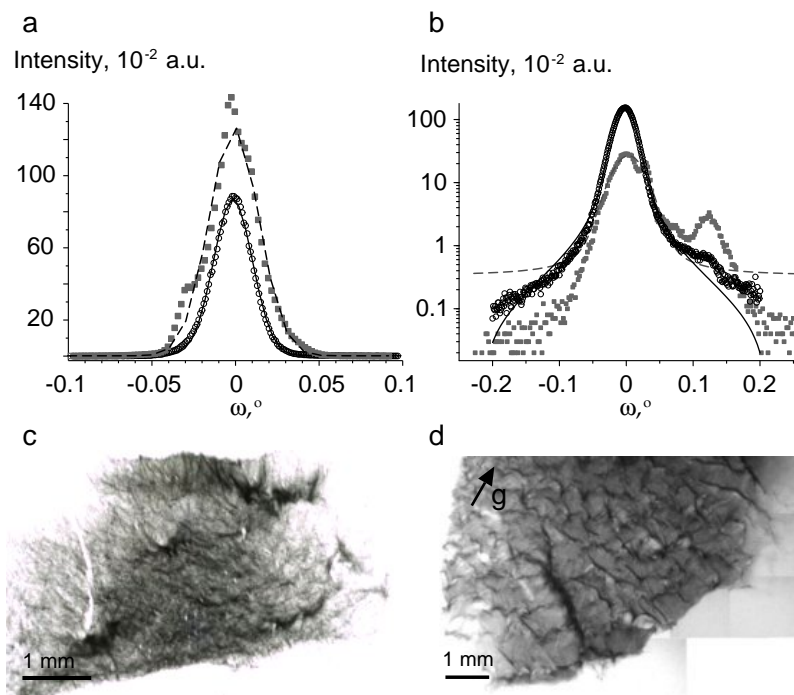
Задача исследования состояла в определении типа дислокационной структуры вблизи интерфейса AlN-SiC. Ее решение требовало тонких пленок AlN, потому что в толстых слоях вклад интерфейса смешан с рассеянием от объема кристалла. Между тем подложки SiC не могут обеспечить выращивание тонких сплошных (нерастресканных) пленок AlN из-за большого различия коэффициентов термического расширения AlN и SiC. Для решения поставленной задачи были использованы специальные образцы, полученные по оригинальной технологии, позволяющей полностью предотвратить растрескивание AlN путем испарения подложек SiC. В разделах 5.1 и 5.2 содержатся сведения о структурных свойствах AlN и об особенностях технологического процесса получения образцов. Последние имели хорошую сплошность при субмиллиметровой толщине и представляли собой модельный объект, отвечающий необходимым требованиям.

Исследование дислокационной структуры в AlN/SiC описано в разделе 5.3. Эксперименты проводилось методом рентгеновской топографии с использованием полихроматического СИ и методом трехкристальной дифрактометрии на лабораторном источнике рентгеновского излучения. По ходу изло-



жения рассмотрены требования к источникам СИ для рентгеновской топографии. Обсуждаются условия эксперимента, нацеленного на визуализацию дислокаций в несовершенных кристаллах: характеристики образцов, выбор брэгговских отражений и факторы, влияющие на разрешение изображений. Показаны возможности современных рентгеновских детекторов в сравнении с пленкой для определения типов дислокационных структур в нарушенных кристаллах.

Рассмотрим проведение исследования на примере двух слоев AlN, обозначив их буквами А и В. Технологические процессы их получения проводились при температурах  $T_A = 2020^\circ \text{C}$  и  $T_B = 2000^\circ \text{C}$  в атмосфере азота при давлении 1.01 бар. За время роста толщина слоев достигла величин  $h_A^2 = 1.7 \text{ мм}$  и  $h_B^2 = 0.75 \text{ мм}$ . Толщина испаренных подложек SiC была равна  $h_A^1 = 2.7 \text{ мм}$  и  $h_B^1 = 0.15 \text{ мм}$ . На рис. 17, *a* показана трехкристальная кривая качания, пиковая интенсивность которой растет с толщиной образца. Однако на двухкристальных кривых интенсивность от более толстого слоя А ниже, чем от слоя В (рис. 17, *b*). Поведение пиковой интенсивности, которая более чувствительна к изменению структурного совершенства, чем интегральная интенсивность, указывает на то, что слой А имеет более высокую плотность



**Рис. 17.** Кривые дифракционного отражения и рентгеновские топограммы слоев А и В с испаренной подложкой. (а) Трехкристальные кривые качания в линейном масштабе, аппроксимированные функцией Гаусса. Отражение 0004. Слой А – сплошные квадраты, слой В – незакрашенные кружки. (б) Двухкристальные кривые качания, аппроксимированные функцией Войта. Рефлекс  $10\bar{1}4$  в геометрии скользящего отражения. (с) Слой В. Рентгеновская топограмма на просвет в белом СИ. (д) Слой А. Топограмма в монохроматическом СИ с энергией фотонов  $E=20 \text{ кэВ}$ .  $g = \bar{1}2\bar{1}8$ . Изображения получены на рентгеновских пленках Kodak SR45 (с) и M100 (д).

дислокаций, чем слой В.

Значения полуширины (full width at half height maximum, FWHM) пиков брэгговских отражений слоев А и В представлены в таблице 1 в сравнении с литературными данными. В таблице использованы следующие сокращения: слои AlN без опоры на подложки (AlN freestanding, ANF); пленки без опоры на подложки (AlN freestanding films, ANFF); объемные кристаллы AlN на затравках SiC (AlN bulk, ANB). В последней строке таблицы приведены литературные данные для структуры GaN/SiC.

Для обоих образцов А и В трехкристальные кривые качания для симметричного отражения 0002 имеют полуширину  $W_\omega \approx 100$  угл. сек., и они не шире, чем двухкристальные кривые  $w$  объемных кристаллов AlN высотой 8–10 мм. Из таблицы видно, что объемные кристаллы (ANB) и пленки (ANFF) характеризуются более широкими пиками асимметричных отражений по сравнению с симметричными. Уширение такого типа в GaN было объяснено влиянием краевых прорастающих дислокаций. В частности, для пленок GaN/SiC пики асимметричных отражений были шире симметричных в 2–8 раз, когда плотность краевых прорастающих дислокаций превышала плотность винтовых на три порядка. В данной работе мы не наблюдали уширения асимметричных отражений по сравнению с симметричными. Для слоев А и В уширение  $\omega$ -кривых, как правило, больше, чем кривых  $2\omega - \omega$ -сканирования. Это означает, что в образцах имеется слабая деформация, но разориентация распределена в большом угловом интервале. По литературным данным, уширение двухкристальных кривых объемных кристаллов также обусловлено разориентациями решетки, которые вызваны прорастающими дислокациями.

Анализ по методике Вильямсона–Холла позволяет сделать приблизительную оценку средней разориентации  $\tau$  областей когерентного рассеяния в слоях

**Таблица 1.** Сравнение полуширины двухкристальных  $w$  [угл. сек.] и трехкристальных  $W_\omega$  и  $W_{2\omega-\omega}$  [угл. сек.] кривых дифракционного отражения слоев А и В, образцов ANFF, ANB и слоев GaN/SiC толщиной  $h$  [мм]

Рефлекс	0002	0004		10 $\bar{1}$ 2		10 $\bar{1}$ 3	10 $\bar{1}$ 4				
Образец	$h$	$w$	$W_\omega$	$W_{2\omega-\omega}$	$W_\omega$	$W_{2\omega-\omega}$	$w$	$w$	$w$	$W_\omega$	$W_{2\omega-\omega}$
Слой А	1.5		125	40	114	110			187	101	52
Слой В	0.6		116	18	96	37			117	92	39
ANFF <sup>1</sup>	1	137					231				
ANB <sup>2</sup>	8	72						200			
ANB <sup>3</sup>	8	380					300				
GaN/SiC <sup>4</sup>	8e-3		60							470	

<sup>1</sup>Yamakawa M., *et al.* Appl. Phys. Express 2011, **4**, 045503. <sup>2</sup>Sumathi R. CrystEngComm. 2013, **15**, 2232.

<sup>3</sup>Sumathi R., *et al.* J. Mater. Sci. 2014, **25**, 3733. <sup>4</sup>Lee C., *et al.* J. Electron. Mater. 2001, **30**, 162.

А и В. Из кривых качания симметричных отражений можно определить углы наклона отражающих плоскостей относительно направления  $[\bar{1}2\bar{1}0]$ , перпендикулярного одновременно и к нормали поверхности, и к плоскости рассеяния. Углы наклона, полученные из линейной зависимости  $W_\omega \times \sin \omega$  от  $\sin \omega$ , равны  $\tau_A = 120$  угл. сек. и  $\tau_B = 68$  угл. сек. В то же время зависимость  $W_{2\omega-\omega} \times \cos \omega$  от  $\cos \omega$  дает возможность вычислить среднюю деформацию  $\epsilon$  в направлении нормали к поверхности образца. Средняя деформация отличается между слоями А и В:  $\epsilon_A = 8 \times 10^{-4}$ ,  $\epsilon_B = 2 \times 10^{-4}$ . Наконец, средний размер области когерентного рассеяния для слоя А меньше, чем для слоя В. Уширение отражений обратно пропорционально размеру области и прямо пропорционально плотности дислокаций. Слой В имеет более низкую плотность дислокаций, чем слой А.

Рентгеновские топограммы слоев В и А (рис. 17, *c-d*) показывают, что более тонкому слою В свойственно неоднородное распределение дислокаций, локализованных в разных системах скольжения. Плотность дислокаций находится в интервале, верхняя граница которого превышает величину  $5 \times 10^5 - 10^6 \text{ см}^{-2}$ . В слое А (рис. 17, *d*) ансамбль дислокаций относится к типу блочных структур с малоугловыми границами субзерен. В колиммированном излучении от многослойника области кристалла между границами находятся в отражающем положении. Исходя из оценки полуширины кривой отражения многослойника при энергии  $E = 20 \text{ keV}$ , заключаем, что максимальная разориентация субзерен не превышает 6.5 угл. мин. Данная оценка не противоречит той (1–2 угл. мин.), которая была получена методом дифрактометрии при анализе уширений пиков симметричных отражений.

Таким образом, можно сделать вывод, что в слоях AlN на подложках SiC формируется разориентированная дислокационная структура, которой не свойственно преобладающее количество вертикальных прорастающих дислокаций преимущественно краевого типа как в пленках GaN, потому что островковый механизм роста слоев AlN не является основным. Характеристики такой структуры — это разориентация плоскостей решетки ( $\tau$ ) и менее заметная деформация ( $\epsilon$ ), соответственно на уровне  $\tau \sim 1 - 2$  угл. мин. и  $\epsilon \approx 5 \times 10^{-4}$ .

**Заключение** содержит резюме диссертационного исследования. Выполненная работа доказала эффективность метода фазово-контрастного изображения на просвет в СИ для изучения микроструктуры монокристаллов, которые находят важное практическое применение в электронной промышленности и специальной технике. Среди решенных задач отмечены вклады в проблемы получения высоко-легированных политипно-однородных кристаллов SiC большого диаметра и развития новых методов их выращивания; а также в исследование кристаллов AlN на подложках SiC.

## Основные результаты

1. Разработан метод компьютерного моделирования фазово-контрастных изображений для определения размеров сечений микропор в объеме монокристалла. Метод позволяет использовать пучок СИ с относительно большой шириной спектра наряду с монохроматическим излучением.
2. Путем моделирования изображений дислокационных микротрубок в монокристаллах карбида кремния выявлены неизвестные ранее морфологические особенности, в частности изменения формы и размеров их сечений, которые получили объяснение в построении моделей образования трубок и реакций между содержащимися в них дислокациями.
3. Обнаружен эффект образования пор на границах включений инородных политипов SiC в результате притяжения микротрубок к границам включений. Эффект объяснен взаимодействием поля упругой деформации включения с дислокациями внутри трубок. Показано, что в условиях устойчивого роста основного политипа SiC происходит закрытие пор и снижение плотности дефектов кристаллической структуры.
4. Установлено, что процессы эволюции дислокаций в политипно-однородных кристаллах SiC протекают при взаимодействии микротрубок между собой и с дислокациями со сплошным ядром; уменьшение размеров сечений в результате реакций приводит к постепенному зарастанию микротрубок.
5. Определены условия получения качественных кристаллов SiC методом свободного распространения за пределы контура кристалла-затравки в условиях осевого и бокового градиентов температуры. Показано, что снижение плотности дислокаций и микротрубок за пределами сектора грани базиса происходит при условии отсутствия включений паразитных политипов.
6. Рентгеновскими исследованиями специальных модельных систем — слоев нитрида алюминия без опоры на подложки, полученных испарением подложки карбида кремния, — установлено, что в результате релаксации напряжений несоответствия периодов решеток AlN и SiC формируется мозаичная дислокационная структура, для которой характерны разориентация ( $\sim 1\text{--}2$  угл. мин.) и менее заметная деформация ( $\sim 5 \times 10^{-4}$ ). Принципиальное отличие слоев AlN от пленок GaN состоит в снижении плотности прорастающих дислокаций на 4–5 порядков, обусловленном тем, что островковый механизм роста AlN на подложках SiC не является основным.

Основные результаты позволяют сделать заключение, что цель работы достигнута: изучены процессы образования, взаимодействия и эволюции микропор и дефектов структуры в монокристаллах SiC путем количественного анализа фазово-контрастных изображений и рентгеновских топограмм.

## Литература

- [1] Snigirev A., Snigireva I., Kohn V., Kuznetsov S., Schelokov I. On the possibilities of x-ray phase contrast microimaging by coherent high-energy synchrotron radiation // *Rev. Sci. Instrum.* 1995. Vol. 66. No. 12. P. 5486–5492.
- [2] Cloetens P., Barrett R., Baruchel J., Guigay J.-P., Schlenker M. Phase objects in synchrotron radiation hard x-ray imaging // *J. Phys. D: Appl. Phys.* 1996. Vol. 29. No. 1. P. 133–146.
- [3] Van Loan C. Computational frameworks for the Fast Fourier Transform // Philadelphia: SIAM, 1992.
- [4] <http://imagej.nih.gov/ij/download.html>
- [5] Nakamura D., Gunjishima I., Yamaguchi S., Ito T., Okamoto A., Kondo H., Onda S., Takatori K. Ultrahigh-quality silicon carbide single crystals // *Nature*. 2004. Vol. 430. P. 1009–1012.
- [6] Mokhov E.N., Nagalyuk S.S. Structural perfection of silicon carbide crystals grown on profiled seeds by sublimation method // *Mater. Sci. Forum.* 2013. Vol. 740–742. P. 60–64.
- [7] Strunk H.P., Dorsch W., Heindl J. The nature of micropipes in 6H-SiC single crystals // *Adv. Eng. Mater.* 2000. Vol. 2. No. 6. P. 386–389.
- [8] Dudley M., Huang X. R., Huang W. The mechanism of micropipe nucleation at inclusions in silicon carbide // *Appl. Phys. Lett.* 1999. Vol. 75. No. 6. P. 784–786.
- [9] Frank F.C. Capillary equilibria of dislocated crystals // *Acta Crystallogr.* 1951. Vol. 4. P. 497–501.
- [10] Gutkin M.Yu., Sheinerman A.G. Elastic interaction of micropipes in crystals // *Phys. Status Solidi B.* 2002. Vol. 231. No. 2. P. 356–372.
- [11] Шейнерман А.Г. Дислокационные модели релаксации напряжений и разрушения в наноструктурных и пористых твердых телах: дис. ... доктора физико-математических наук: 01.02.04, 01.04.07: защищена 26.03.2009; утв. 09.10.2009.
- [12] Jacobson H., Yakimova R., Råback P., Syväjärvi M., Birch J., Janzén E. Lateral enlargement of silicon carbide crystals // *Mater. Sci. Forum.* 2002. Vol. 389–393. P. 39–42.
- [13] Mokhov E.N., Ramm M.G., Ramm M.S., M.S. Roenkov A.D., Vodakov Yu.A., Karpov S.Yu., Makarov Yu.A., Helava H. Growth of faceted free-spreading SiC bulk crystals by sublimation // *Mater. Sci. Forum.* 2003. Vol. 433–436. P. 29–32.
- [14] Dedulle J.M., Anikin M., Pons M., Blanquet E., Pisch A., Madar R., Bernard C. Free growth of 4H-SiC by sublimation method // *Mater. Sci. Forum.* 2004. Vol. 457–460. P. 71–74.
- [15] Ha S., Nuhfer N.T., Rohrer G.S., De Graef M., Skowronski M. Identification of prismatic slip bands in 4H SiC boules grown by physical vapor transport // *J. Electron. Mater.* 2000. Vol. 29. No. 7. P. L5–L8.

## Список публикаций по теме диссертации

1. Т. С. Аргунова, В. Г. Кон. Исследование микропор в монокристаллах методом фазово-контрастного изображения на просвет в синхротронном излучении // УФН. 2019. Т. 189. N. 6. С. 643–658;  
Т. S. Argunova, V. G. Kohn. Study of micropores in single crystals by in-line phase contrast imaging with synchrotron radiation // Physics – Uspekhi. 2019. V. 62. N. 6. P. 602–616. DOI: 10.3367/UFNe.2018.06.038371
2. V. G. Kohn, T.S. Argunova, J.H. Je. Microvoids in solids: SR phase contrast imaging and simulations // Phys. Status Solidi B. 2018. V. 255. N. 9. P. 1800209(1–7). DOI: 10.1002/pssb.201800209
3. Т. S. Argunova, M. Yu. Gutkin, J. H. Je, A. E. Kalmykov, O. P. Kazarova, E. N. Mokhov, K. N. Mikaelyan, A. V. Myasoedov, L. M. Sorokin, K. D. Shcherbachev. Distribution of dislocations near the interface in AlN crystals grown on evaporated SiC substrates // Crystals. 2017. V. 7. P. 163–175. DOI: 10.3390/cryst7060163
4. E. N. Mokhov, T. S. Argunova, J. H. Je, O. P. Kazarova, K. D. Shcherbachev. Freestanding single crystal AlN layers grown using SiC substrate evaporation method // CrystEngComm. 2017. V. 19. P. 3192–3197. DOI: 10.1039/C7CE00569E
5. Т. S. Argunova, M. Yu. Gutkin, K. D. Shcherbachev, S. S. Nagalyuk, O. P. Kazarova, E. N. Mokhov, J. H. Je. Thermal and lattice misfit stress relaxation in growing AlN crystal with simultaneous evaporation of SiC Substrate // Mater. Sci. Forum. 2017. V. 897. P. 711–714.  
DOI:10.4028/www.scientific.net/MSF.897.711
6. Т. S. Argunova, M. Yu. Gutkin, K. D. Shcherbachev, J. H. Je, J.-H. Lim, O. P. Kazarova, E. N. Mokhov. Microstructure and strength of AlN-SiC interface studied by synchrotron X-rays // J. Mater. Sci. 2017. V. 52. N. 8. P. 4244–4252. DOI:10.1007/s10853-016-0679-9
7. Т. С. Аргунова, В. Г. Кон, Дж.-Х. Лим, Дж. Х. Дже. Исследование макродефекта в монокристалле карбида кремния методом рентгеновского фазового контраста // Кристаллография. 2016. Т. 61. N. 6. С. 879–882;  
Т. S. Argunova, V. G. Kohn, J. H. Lim, J. H. Je. Study of a macrodefect in a silicon carbide single crystal by means of x-ray phase contrast // Crystallogr. Rep. 2016. V. 61. N. 6. P. 914–917. DOI: 10.1134/S1063774516040027
8. Т. С. Аргунова, М. Ю. Гуткин, Е. Н. Мохов, О. П. Казарова, J.-H. Lim, М. П. Щеглов. Предотвращение растрескивания кристаллов AlN на подложках SiC путем испарения подложек // ФТТ. 2015. Т. 57. N. 12. С. 2400–2404;  
Т. S. Argunova, M. Yu. Gutkin, E. N. Mokhov, O. P. Kazarova, J.-H. Lim, M. P. Scheglov. Prevention of AlN crystal from cracking on SiC substrates by evaporation of the substrates // Phys. Solid State. 2015. V. 57. N. 12. P. 2473–2478. DOI: 10.1134/S1063783415120057

9. Т. С. Аргунова, М. Ю. Гуткин, В. Г. Кон, Е. Н. Мохов. Механизмы формирования морфологических особенностей микротрубок в объемных кристаллах карбида кремния. // ФТТ. 2015. Т. 57. N. 4. С. 733–740;  
T. S. Argunova, M. Yu. Gutkin, V. G. Kohn, E. N. Mokhov. Mechanisms of the formation of morphological features of micropipes in bulk crystals of silicon carbide. // Phys. Solid State. 2015. V. 57. N. 4. P. 752–759. DOI: 10.1134/S1063783415040058
10. T. S. Argunova, M. Yu. Gutkin, O. P. Kazarova, E. N. Mokhov, S. S. Nagalyuk, J. H. Je. Synchrotron x-ray study on crack prevention in AlN crystals grown on gradually decomposing SiC substrates // Mater. Sci. Forum. 2015. V. 821–823. P. 1011–1014. DOI: 10.4028/www.scientific.net/MSF.821-823.1011
11. V. G. Kohn, T. S. Argunova, J. H. Je. Capsule-like voids in SiC single crystal: Phase contrast imaging and computer simulations // AIP Advances. 2014. V. 4. N. 9. P. 097134(1–7).
12. T. S. Argunova, V. G. Kohn, M. Yu. Gutkin, J. H. Lim, J. H. Je. Pink beam far-field imaging of micropipes and voids in SiC: a quantitative approach // In: Microscopy: advances in scientific research and education. P. 955–964. Badajoz, Spain: Formatex Research Center, 2014.
13. T. S. Argunova, M. Yu. Gutkin, J. H. Je, J. H. Lim, E. N. Mokhov, A. D. Roenkov. Structural transformation of lattice defects in free-spreading growth of bulk SiC crystals // CrystEngComm. 2014. V. 16. P. 8917–8923.
14. V. G. Kohn, T. S. Argunova, J. H. Je. Quantitative hard X-ray phase contrast imaging of micropipes in SiC // AIP Advances. 2013. V. 3. P. 122109(1–11).
15. A. G. Sheinerman, M. Yu. Gutkin, T. S. Argunova, E. N. Mokhov, S. N. Nagalyuk, J. H. Je. Contact-free micropipe reactions in silicon carbide // Mater. Sci. Forum. 2013. V. 740–742. P. 597–600.  
DOI: 10.4028/www.scientific.net/MSF.740-742.597
16. T. S. Argunova, M. Yu. Gutkin, J. H. Je, V. G. Kohn, E. N. Mokhov. Characterization of defects evolution in bulk SiC by synchrotron x-ray imaging // In: Physics and Technology of Silicon Carbide Devices. P. 27–45. Croatia: Intech, 2013. 402 P. DOI: 10.5772/52058
17. В. Г. Кон, Т. С. Аргунова, J. H. Je. О причине смены контраста на изображениях микротрубок в SiC с помощью синхротронного излучения // Поверхность. 2012. N. 10. P. 60–65.  
V. G. Kohn, T. S. Argunova, J. H. Je. On the cause of a contrast change in the SR images of micropipes in SiC // J. Surf. Investig. 2012. V. 6. N. 5. P. 840–844. DOI: 10.1134/S1027451012100072
18. M. Yu. Gutkin, A. G. Sheinerman, V. G. Kohn, T. S. Argunova, M. A. Smirnov, J. H. Je. Contact-free reactions between micropipes in bulk SiC growth // Phys. Status Solidi A. 2012. V. 209. N. 8. P. 1432–1437. DOI: 10.1002/pssa.201127682
19. T. S. Argunova, M. Yu. Gutkin, J. H. Je, E. N. Mokhov, S. S. Nagalyuk, Y. Hwu. SR phase contrast imaging to address the evolution of defects during

- SiC growth // *Phys. Status Solidi A*. 2011. V. 208. N. 4. P. 819–824. DOI: 10.1002/pssa.201026341
20. M. Yu. Gutkin, T. S. Argunova, V. G. Kohn, A. G. Sheinerman, J. H. Je. Micropipe Reactions in Bulk SiC Growth // In: *Silicon Carbide. Materials, processing and applications in electronic devices*. P. 187–206. Croatia: Intech, 2011. 546 P. DOI: 10.5772/23575
  21. В. Г. Кон, Т. С. Аргунова, J. H. Je. Особенности фазово-контрастных изображений микротрубок в SiC в белом пучке синхротронного излучения // *Поверхность*. 2011. N. 1. С. 5–10.  
V. G. Kohn, T. S. Argunova, J. H. Je. Features in phase contrast images of micropipes in SiC in white synchrotron radiation beam // *J. Surf. Investig.* 2011. V. 5. N. 1. P. 1–6. DOI: 10.1134/S1027451011010125
  22. V. G. Kohn, T. S. Argunova, J. H. Je. Far-field X-ray phase contrast imaging has no detailed information on the object // *J. Phys. D: Appl. Phys.* 2010. V. 43. N. 44. P. 442002(1–3). DOI: 10.1088/0022-3727/43/44/442002
  23. M. Yu. Gutkin, A. G. Sheinerman, M. A. Smirnov, T. S. Argunova, J. H. Je, S. S. Nagalyuk, E. N. Mokhov. Micropipe absorption mechanism of pore growth at foreign polytype boundaries in SiC crystals // *J. Appl. Phys.* 2009. V. 106. N. 12. P. 123515(1–7). DOI: 10.1063/1.3266677
  24. T. Argunova, V. Kohn, J-W. Jung, J-H. Je. Elliptical micropipes in SiC revealed by computer simulating phase contrast images // *Phys. Status Solidi A*. 2009. V. 206. N. 8. P. 1833–1837. DOI: 10.1002/pssa.200881609
  25. M. Yu. Gutkin, A. G. Sheinerman, T. S. Argunova. Micropipes in silicon carbide crystals // *Phys. Status Solidi C*. 2009. V. 6. N. 8. P. 1942–1947. DOI: 10.1002/pssc.200881454
  26. M. Yu. Gutkin, A. G. Sheinerman, M. A. Smirnov, V. G. Kohn, T. S. Argunova, J. H. Je, and J. W. Jung. Correlated reduction in micropipe cross sections in SiC growth // *Appl. Phys. Lett.* 2008. V. 93. N. 15. P. 151905(1–3). DOI: 10.1063/1.2998572
  27. Т. С. Аргунова, В. Г. Кон, J. H. Je. Компьютерное моделирование фазово-контрастных изображений в белом синхротронном излучении на примере микротрубок в карбиде кремния // *Поверхность*. 2008. N. 12. С. 48–53.  
T. S. Argunova, V. G. Kohn, J. H. Je. Computer simulation of phase-contrast images in white synchrotron radiation using micropipes in silicon carbide // *J. Synch. Investig.* 2008. V. 2. N. 6. P. 861–865. DOI: 10.1134/S1027451008060062
  28. V. G. Kohn, T. S. Argunova, J. H. Je. Study of micropipe structure in SiC by x-ray phase contrast imaging // *Appl. Phys. Lett.* 2007. V. 91. N. 17. P. 171901(1–3). DOI: 10.1063/1.2801355
  29. M. Yu. Gutkin, A. G. Sheinerman, T. S. Argunova, J. M. Yi, J. H. Je, S. S. Nagalyuk, E. N. Mokhov, G. Margaritondo, Y. Hwu. Role of micropipes in the formation of pores at foreign polytype boundaries in SiC crystals // *Phys. Rev. B*. 2007. V. 76. P. 064117(1–9). DOI: 10.1103/PhysRevB.76.064117



30. M. Yu. Gutkin, A. G. Sheinerman, T. S. Argunova, J. M. Yi, M. U. Kim, J. H. Je, S. S. Nagalyuk, E. N. Mokhov, G. Margaritondo, Y. Hwu. Interaction of micropipes with foreign polytype inclusions in SiC // *J. Appl. Phys.* 2006. V. 100. N. 9. P. 093518(1–10). DOI: 10.1063/1.2359686
31. Т. С. Аргунова, М. Ю. Гуткин, А. Г. Шейнерман, Е. Н. Мохов, J. H. Je, Y. Hwu. Исследование взаимодействия дислокационных микротрубок в монокристаллах SiC методом синхротронной фазовой радиогрaфии // *Поверхность.* 2005. N. 8. P. 59–66.
32. J. M. Yi, S. K. Seol, J. H. Je, T. S. Argunova, Y. Hwu, W-L. Tsai. White beam Laue topography using a scintillator-CCD combination // *Nucl. Instrum. Meth. A.* 2005. V. 551. N. 1. P. 152–156. DOI: 10.1016/j.nima.2005.07.049
33. M. Yu. Gutkin, A. G. Sheinerman, T. S. Argunova, E. N. Mokhov. Micropipes in crystals: experimental characterization, theoretical modeling and computer simulation // *Proc. SPIE.* 2005. V. 5831. P. 125–138. DOI: 10.1117/12.619538
34. T. S. Argunova, L. M. Sorokin, L. S. Kostina, J. H. Je, M. Yu. Gutkin, A. G. Sheinerman. The use of the diffraction and phase x-ray contrast in study of materials // *Crystallogr. Rep.* 2004. V. 49. N. 1. P. S33–S39.
35. M. Yu. Gutkin, A. G. Sheinerman, T. S. Argunova, E. N. Mokhov, J. H. Je, Y. Hwu, W-L. Tsai. Structural Transformation of Dislocated Micropipes in Silicon Carbide // *Mater. Sci. Forum.* 2004. V. 457–460. P. 367–370. DOI: 10.4028/www.scientific.net/MSF.457-460.367
36. M. Yu. Gutkin, A. G. Sheinerman, T. S. Argunova, E. N. Mokhov, J. H. Je, Y. Hwu, W-L. Tsai, G. Margaritondo. Synchrotron radiographic study and computer simulation of reactions between micropipes in silicon carbide // *J. Appl. Phys.* 2003. V. 94. N. 11. P. 7076–7082. DOI: 10.1063/1.1624481
37. M. Yu. Gutkin, A. G. Sheinerman, T. S. Argunova, E. N. Mokhov, J. H. Je, Y. Hwu, W-L. Tsai, G. Margaritondo. Micropipe evolution in silicon carbide // *Appl. Phys. Lett.* 2003. V. 83. N. 11. P. 2157–2159. DOI: 10.1063/1.1609038
38. T. S. Argunova, M. Yu. Gutkin, J. H. Je, H. S. Kang, Y. Hwu, W-L. Tsai, G. Margaritondo. Synchrotron radiography and X-ray topography studies of hexagonal habitus SiC bulk crystals // *J. Mater. Res.* 2002. V. 17. N. 10. P. 2705–2711. DOI: 10.1557/JMR.2002.0391
39. M. Yu. Gutkin, A. G. Sheinerman, T. S. Argunova, J. H. Je, H. S. Kang, Y. Hwu, W-L. Tsai. Ramification of micropipes in SiC crystals // *J. Appl. Phys.* 2002. V. 92. N. 2. P. 889–894. DOI: 10.1063/1.1488247
40. S. Milita, R. Madar, J. Baruchel, M. Anikin, T. Argunova. Coherent X-ray imaging investigation of macrodefects and micropipes on SiC // *Mater. Sci. Eng. B.* 1999. V. 61–62. P. 63–57. DOI: 10.1016/S0921-5107(98)00446-2