

316.275

A MAGYAR TUDOMÁNYOS AKADÉMIA  
MŰSZAKI FIZIKAI KUTATÓ  
INTÉZETÉNEK

1968

**KÖZLEMÉNYEI**  
**R - 1**





A MAGYAR TUDOMÁNYOS AKADÉMIA  
MŰSZAKI FIZIKAI KUTATÓ  
INTÉZETÉNEK

K Ö Z L E M É N Y E I

R.-1.

Budapest  
1968.

ИНСТИТУТ ТЕХНИЧЕСКОЙ ФИЗИКИ  
ВЕНГЕРСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

RESEARCH INSTITUTE FOR TECHNICAL PHYSICS  
OF THE HUNGARIAN ACADEMY OF SCIENCES

B U D A P E S T, Ujpest 1, Pf.76.

Felelős kiadó: Szigeti György akadémikus, igazgató  
Pécsi TEMPÓ KSZ. 68-B/5 formátum 400 pld. 1268 MSZ.

Felelős vezető: Negele Tibor

SZILÁRDTESTEK RÁCSHIBÁINAK LÁTHATÓVÁ TÉTELE  
RÖNTGEN-TOPOGRÁFIAI MÓDSZEREKKEL  
/Összefoglaló tanulmány/

Irta:

Dr. Szántó István

a műszaki tudományok kandidátusa  
tudományos osztályvezető

az Intézet Röntgenlaboratóriumának  
vezetője



X-RAY TOPOGRAPHIC METHODS FOR MAKING VISIBLE THE  
LATTICE DEFECTS OF SOLIDS

/General survey/

Dr.I.S.Szántó

Summary

In this study the development of the newest branch of X-Ray diffraction investigations is shown, i.e. the topographic procedures exploiting some physical effects: extinction, anomalous absorption, Pendellösung-phenomenon, respectively. These methods proved to be of practical use, first of all in the semiconductor technology as up-to-date quality control, which are most suitable for mapping contaminations and lattice defects in single crystals, mainly in Si, Ge and GaAs, used in the telecommunication industry. The critical review of the realized applications in this field is based on recent literature data and own laboratory experiences.





ВЫЯВЛЕНИЕ ДЕФЕКТОВ РЕШЕТКИ ТВЕРДЫХ ТЕЛ  
С ПОМОЩЬЮ РЕНТГЕНО-ТОПОГРАФИЧЕСКИХ МЕТОДОВ

( ОБЗОР )

И.Ш. Санто

В статье показано развитие топографических методов, как самых современных методов рентгенодифракции, основанных на использовании различных физических эффектов, таких как экстинкция, аномальное поглощение и явление Пендельлэунг. Эти современные методы качественного контроля, нашли себе применение в первую очередь в технологии полупроводников, в качестве методов для топографирования дефектов структуры и примесей таких веществ как Si, Ge и GaAs. Критическое рассмотрение использованных методов делалось на основе самой современной литературы и собственных экспериментальных наблюдений.



### Összefoglalás

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



T a r t a l o m

	oldalszám :
1. Bevezetés, célkitűzés	1
2. Strukturaérzékeny tulajdonságok hatása a félvezető gyártmányokra	3
3. Röntgendiffrakciós módszerek áttekintése	9
4. Röntgentopográfiai eljárások fejlődése	14
5. Kontrasztosságot okozó alapjelenségek	16
5.1 A röntgensugarak anomális abszorpciója	16
5.2 A röntgensugarak primér extinkciója	17
6. A diffraktált röntgensugárzás integrált intenzitása	18
6.1 Bragg-eset	21
6.2 Laue-eset	23
7. Lang-metodika	28
7.1 Próbatest előkészítés	33
7.2 Kristálylemezkek orientálása	34
7.3 Expozició, előhívás és nagyíthatóság	35
7.4 Topográfiai feloldóképesség	38
8. Borrmann-Schwuttke módszer	44
8.1 Feloldóképesség	45
9. Röntgen-topogramok értékelése	49
9.1 Kontraszt-kritérium	49
9.2 Direkt és dinamikus képek értelmezése	51
9.3 Egymáshoz kis szöggel hajló szubtartományok képe	56
10. Topográfiai módszerek alkalmazásának területei	59
10.1 Diszlokációk és egyéb rácshibák kimutatása	59
10.2 Precipitátumok, szennyeződések és diffúzióval bevitt idegen anyagok hatásának detektálása	62

10.3	Feszültség okozta rácstorzulások, diszlokáció- -mozgások megfigyelése	65
10.4	Roncsolt rétegek vastagságának mérése	71
10.5	Epitaxiális réteg vizsgálatok	72
10.6	Sugárzási károsodások megállapítása	78
10.7	Mágneses tartományok tanulmányozása	79
11.	Összehasonlítás rácshibák kimutatására használatos egyéb eljárásokkal	80
12.	Következtetések, ajánlások	87
13.	Felhasznált irodalom	91

### Függelék

A tanulmányban előforduló szimbólumok jegyzéke	99
--	----

### 1. Bevezetés, célkitűzés

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

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

áttételes következtetések sohasem hatottak olyan meggyőző erővel, mint a rácsszerkezet követlen megfigyelése.

Ekkor, a legutolsó másfél évtizedben terjedt el új reménységként a kutatólaboratóriumokban az elektronmikroszkópos szerkezetvizsgálat. Bár ez a metodika ragyogó új fejezetet nyitott az élő és élettelen anyagok szerkezetvizsgálatának fejlődéstörténetében, a szilárdtest kutatók számára ez sem bizonyult korlátlan lehetőségeket nyújtó megoldásnak. Igaz, egy korszerű elektronmikroszkóp képes arra, hogy  $5-10 \text{ \AA}$  nagyságrendű részletekről képet adjon. De ez egyben hátrány is, mert az elektronnalábbal egyszerre besugározható, ill. átvilágítható rácstérfogat oly csekély, hogy a vizsgált kristályos próba egészére jellemzőnek aligha lehet elfogadni. Másrészt az elektronmikroszkópos leképezéssel kapcsolatban nem szabad figyelmen kívül hagyni azt a több esetben beigazolt feltevést sem, hogy a kristályos minta rácshibáinak elrendezését, konfigurációját a nagyenergiájú elektronnalább erőteljesebben megváltoztathatja, mint amekkora hatást a diszlokációkat előidéző vagy mozgató mechanizmus egyáltalán okoz. Meg kell gondolni: lehetséges-e a kristályos anyag ilyenfajta megfigyelése az eredetileg vizsgálni szándékozott állapot megzavarása nélkül.

Indokoltnak látszik tehát az a törekvés, amelynek eredményeképpen a legutóbbi években új röntgeneljárások kerültek a fémfizikusok, szerkezetkutatók érdeklődésének előterébe. Főleg a félvezetők fizikájának és technológiájának rohamos



fejlődése hozta szükségképpen magával azoknak a módszereknek a kidolgozását és elterjedését, amelyek által a kristályrács szerkezetében végbemenő szubmikroszkópos változásokat közvetlen módon, kisebb sugárzási energiák bevezetése révén s főleg egyszerre nagyobb kiterjedésű térfogatokban lehet észlelni.

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

## 2. Strukturaérzékeny tulajdonságok hatása a félvezető gyártmányokra

A félvezetők számos tulajdonsága strukturaérzékeny. Az e célra használatos kristályokban található, rendszerint szubmikroszkópos hibák befolyásolják mind az elektromos jellemzőket, mind a metallurgiai, mechanikai sajátosságokat. A legutolsó évtized technikai gyakorlatában egyre nagyobb tért hódított a szilícium, a germánium, valamint a galliumarzenid. Ezek egykristályai nagy tökéletességű rácsszerkezettel valósulnak meg, amely már közeljár az ún. whisker ideálisan hibátlan strukturájához; nagyméretű egykristályt azonban ilyen minőségben nem könnyű előállítani. Erősáramu egyenirányító vagy híradástechnikai félvezető-alkatrészek céljára a kristály csak az esetben rendelkezik a megkívánt tulajdonságokkal, ha abba meghatározott mérvű és eloszlású idegen atom-mennyiséget építenek be. A kristályokban ezáltal definiált minőségű és sűrűségű rácshibák képződnek. Ezenkívül a gyártás közben velük együtt keletkező, egyébként nem kívánatos rácshibák hatá-

rozzák meg a félvezetők paramétereit üzemelés közben [112]. Igy a félvezető szerkezeti-elemek technológiájának problémáit lényegében a valódi kristályok hibastrukturájának tulajdonságváltozásaira lehet visszavezetni [135].

A rácshibákat Seeger [127] nyomán szokás osztályozni. E nomenklatura szerint megkülönböztetünk két dimenziós /szemcse-, iker- és szubhatárok/, egydimenziós /diszlokációs vonalak, réteghibák/ és nulla-dimenziós hibastrukturákat /vakanciák, intersticiálisok/. Ezek a hibák megbontják az atomok rács-szerkezetének térbeli rendjét, eltolódhatnak a szemcsehatárok és oly nagy mértékű torzulás keletkezhet, amely végül is repedésre, felhasadásra vezet.

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

A félvezető anyagok strukturális tökéletessége, homogénitása és egykristályos volta elsősorban a kristálynövesztési eljárás fejlettségén múlik [59], mert az alapanyag közvetlenül hat az előállított elektromos szerkezeti elemek minőségére. Általában már a kristály-huzás folyamata során keletkeznek vonalas és pontszerű rácshibák, amelyek közül azonban a diszlokációkat tisztán és gondosan beállított experimentális kö-

rülmények között ma már minimális értékre lehet korlátozni.

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

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

További nehézség a félvezető eszközök előállításánál lép fel. A modern tranzisztor-technológia olyan nagy kristályszeleteket igényel, amilyen csak lehetséges /85 mm átmérő és 150  $\mu$  vastagság körül [123] /. Az eszköz előállítás legalább 30 különböző műveletet foglal magában. A gyakorlat azt mutatja, hogy minden egyes technológiai lépés torzulásokat vihet be, elsősorban a fűrészelés, csiszolás és polírozás [114]. Ezek hatására deformált zónák, mozaik szerű polikristályos réteg keletkezik, feszültség-terek helyi csúcsokkal, amelyekből

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

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

A mikrominiaturizálás elterjedésével a planar-junctionokat alkalmazó félvezető technológia újabb problémákat vetett fel. A planar-junctionok olyan nagyfelszínű átmenetek, amelyeket csekély mélységig hatoló diffúziós folyamatok által preparáltak. A félvezető anyagok tömegében található strukturális hibák és oldott inhomogénitások lényeges szerepet játszanak a planar-junctionok hatékonysága, továbbá az eszközök előállítására és megbízhatósága tekintetében. Ez különösen az integ-

rált áramkörök esetében fontos [118], mivel azok megnövekedett területe összehasonlítva egy egyedi eszközzel, nyilvánvalóan a strukturális hibák és inhomogénitások megnövekedésével jár együtt. Az eszközök előállítási módja összefügg megbízhatóságának fokával is. A gyártási folyamat egy bizonyos fázisában keletkező hiba az előállítási technológia következő művelete során újabb hiba kiindulási oka lehet. Például, az a tartomány, ahol szennyező atomok szegregálhatnak, nagy rácstorzulású ill. magas diszlokációsűrűségű zóna lesz [74]. A szegregációk a gyártás közben keletkeznek, az eszköz valószínűleg nem lesz megfelelő a szivárgási áram megengedett mértéke vagy a rákapcsolható feszültség szempontjából. De még akkor is, ha az eszköz eredetileg megfelel az előírásoknak, van valószínűsége annak, hogy túl hosszú időtartamu hőigénybevétel, vagy elektromos feszültség hatására a szennyezők vándorolni fognak és precipitáció következik be, [47] amely ugyancsak az eszköz meghibásodására vezet.

Jól ismert tény, hogy a fémes szennyezők jelenléte a félvezető tömegében nagymértékű junction-szivárgási áramot okoz. Ezeket a szennyezőket getter-anyaggal elnyelve gyakran egy nagyságrenddel csökkenthető a szivárgási áram [48]. Hozzáteesszük, hogy fémprecipitátumok olyan nagy elektromos terű zónákat hozhatnak létre, amelyekből letörés indulhat ki. A tranzistorokban előforduló "szekunder letörés" jelensége világosan mutatja bizonyos hibák jelenlétét az anyagban [115]. Amikor ez előfordul, általában az az elfogadott feltevés, hogy a kristályban egy vagy több helyi melegpont keletkezett és ezeken a pontokon keresztül olyan koncentrációjú áram halad át, aminek következménye, hogy a félvezető helyileg megolvad

és az eszköz emiatt teljesen tönkremegy.

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

A félvezetők struktúra-érzékeny tulajdonságainak fenti ismeretetésével a kérdéskomplexumot nem a teljesség igényével tárgyaltuk. De már az eddigiekből is megállapítható: az anyag pontról-pontra változó tulajdonságai partikuláris helyeken a feszültség letörését vagy az áram túlságos koncentrációját okozhatják. Ezek a krisztallográfiai tökéletlenségek az eszköz meghibásodásának potenciális forrásai. A probléma tehát az,

hogy az eszköz-gyártás folyamán a szerkezeti imperfekciók és szennyezések hatását fel kell ismerni. Hogy ezt a problémát megoldhassuk, szükséges, hogy legyen olyan technikánk, amely képes a hibák okozta szerkezeti defektusok és szennyező szegregációk jelenlétének kimutatására.

### 3. Röntgendiffrakciós módszerek áttekintése

A röntgendiffrakciós s ezen belül főleg a topográfiai módszer éppen ilyen technika [137]. Azon a jelenségen alapszik, hogy az egyébként tökéletes kristályban lévő imperfekt térfogatrész nagyobb intenzitással diffraktál, mint a környezete. A kristályrácsban lévő zavarhelyek ezért fényérzékeny lemezen vagy számlálócsöves regisztrálással megkülönböztethetők; a hibás pontok, rácstartományok láthatóvá válnak. Mivel a röntgendiffrakciós metodikák roncsolásmentesek, ezért akár minden egyes gyártási fázis után meg lehet valósítani a kristályszerkezetek felülvizsgálatát, a röntgen-minőségellenőrzést.

Tekintsük át először vázlatosan, hogy a félvezető-eszköz előállítás területén mire használhatók általában a röntgendiffrakciós eljárások; majd rátérünk ezek, speciálisan a röntgentopográfiai metodikák előnyeinek és korlátainak részletesebb tárgyalására.

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

1/ Identifikálja a vizsgálandó szilárd test összetevő fázisait és szennyezőit.

2/ Tájékoztató

- a./ a kristályszerkezet alaptulajdonságairól /monokristály vagy sokkristályos-e az anyag/,
  - b./ egykristály esetén a rácsrendszerről és annak orientációs geometriájáról,
  - c./ polikristályos halmaz esetén a testet felépítő részecskék /koherens rácstartományok/ nagyságáról, alakjáról és eloszlásáról,
- 3/ Érzékeli a krisztallográfiai hibákat /diszlokációkat, részecske-határ- és szubhatár-zónákat, réteghibákat, stb./,
- 4/ Mutatja a kristályos anyagokban előforduló feszültségtereket, pontosabban az általuk okozott rácstorzulások nagyságát és irányát.

Az 1/ információt mindenkor a hagyományos, Debye-Scherrer-elv szerint dolgozó diffraktométeres eljárással nyerik [134] .

A 2.c/, 3/ és 4/ problémák megoldására csak polikristályos minták esetén nyújt a Debye-Scherrer-módszer lehetőséget, kombinálva a megfelelő vonalprofil-analitikai eljárással [131] .

A 2.a/ és 2.b/ alatt felsorolt vizsgálatfajtákhoz a klasszikus, elsősorban hátsó reflexiók elrendezésében dolgozó Laue-felvételek által juthatunk [39] .

A 3/ és 4/ információk megszerzésére egykristályokkal kapcsolatban a következő röntgendiffrakciós módszerek állnak rendelkezésre:

- I. a./ Minősítés a diffraktált vonalak félérték-szélessége /ún. rocking curve-felvételek/ alapján [26 , 27 , 73]



b./ Integrált reflexióképeesség összehasonlítása diffraktált görbék alatti területek meghatározásával [5 , 145]

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

II. A hibák "feltérképezésére" alkalmas ún. röntgentopográfiai módszerek különböző változatai egy-egy speciális effektust használnak fel a kristály-minta pontról-pontra való leképezéséhez. Nevezetesen:

a./ Eljárás normál abszorpciós kontraszt alapján /mikroradiográfia/ [90]

b./ Módszer az extinkciós effektus hasznosítására [78 , 80]

c./ Anomális abszorpció jelenségének alkalmazása kollimált röntgennyalábbal [8 , 24]

d./ Anomális transzmisszió divergens röntgennyaláb felhasználásával [138]

e./ Orientációkülönbségek, dőlt szubhatárok detektálása az ideális reflexiós helyzetből való eltérés alapján [18]

f./ Pendellösung effektuson alapuló leképezés [50 , 72].

I.a./ esetben a vizsgálandó egykristályt kissé elforgatjuk, névleges reflexiós helyzetéből mindkét irányban s eközben szalagvékonyra lekeskenyített monokromatikus röntgennyalábbal sugározzuk be. A tökéletes egykristály rendkívül meredek, nagyon keskeny diffrakciós vonalat produkál. Ha a szélessége növekszik, vagy egynél több csúcsa van a görbének, ez arra utal, hogy az egykristályon belül rácshibák, mizorientációs blokkok fordulnak elő. A félvezető kristályszeletek megmunká-

lás által mechanikai torzulást szenvedett felszíni rétege kerül ilyen állapotba. A roncsolt felszín ún. mozaik-strukturájának közvetlen és legegyszerűbb röntgen-evidenciája a "rocking-curve" kiszélesedése, ill. a görbe felhasadása. Alkalmazásának részleteiről a vonatkozó szakirodalom megfelelő tájékoztatást ad [28]. Itt arra kell rámutatnunk, hogy a II. alatt felsorolt topográfiai eljárások mindegyikéhez szükséges a "rocking-curve" előzetes felvétele, amely a beállítás kifogástalanságát hivatott biztosítani, a II.a eljárás kivételével. Az I.b./ alatt felsorolt módszer lényegében a topográfiai eljárásoknál alkalmazásra kerülő integrált intenzitás-arányok ill. kontrasztosság problematikájával analóg elvi megoldásra épül. Eltérést ezektől csak a diffraktométeres regisztrálás jelent. A kérdés részleteire a 6. fejezet ad választ.

A kristályrácok topográfiai bevizsgálása a II. alatt felsorolt effektusok valamelyikét hasznosító eljárással történik. A II.a./ alatti mikroradiográfia kivételével, amely évtizedek óta ismert, hagyományos eljárásnak tekinthető, és amely a minta egyes fázisait egymástól eltérő röntgenabszorpció viselkedésük révén a transzmittált sugárnyaláb helyi intenzitás-ingadozásaival teszi észlelhetővé, a többi effektust hasznosító módszerek a rácshibák láthatóvá tételét célozzák. Mindegyik módszernél azok a tulajdonságváltozások játszanak szerepet, amelyek folytán a rácshibák környezetében a torzult mező kialakul [95]. Megjegyzendő, hogy ezek a röntgentopográfiai eljárások csak az esetben bizonyulnak hatékony eszköznek az egyedi rácshibák /legtöbbször diszlokációk/ kimutatására, valamint eloszlásuk feltérképezésére, ha sűrűségük

$10^6$  vonal/cm<sup>2</sup> nagyságrendnél nem nagyobb [109]. Ez a határérték szorosan összefügg a topográfiai felvételek felbontóképességének korlátaival, amelynek részleteire a 7.4 fejezetben visszatérünk.

Tájékoztatóként megemlítjük, hogy a félvezető iparban szokásos minőségű Si és Ge egykristályokban előforduló diszlokációs-sűrűség:  $10^2 - 10^6$  cm<sup>-2</sup>, míg kilágyított állapotú közönségesebb fémek  $10^6 - 10^8$  cm<sup>-2</sup> vonalsűrűséget tartalmaznak. Megmunkált, deformált állapotban ez az érték több nagyságrenddel megnöhet [132].

Metodikai elrendezés szempontjából két főcsoportra oszthatók a röntgentopográfiai eljárások.

- 1/ A kristályfelszint határoló síkról való visszaverődés reflexiós elrendezésben megy végbe /ún. Bragg-eset/.
- 2/ A lemezke alakú kristályok átvilágítása transzmissziós elrendezésben történik /ún. Laue-eset/.

A II.a./, c./, d./ és f./ effektuson alapuló vizsgálatok csakis transzmissziós elrendezésben hajthatók végre, míg a II.b./ és e./ jellegű röntgentopográfiai felvételek készülhetnek mind reflexiós, mind pedig transzmissziós elrendezésben. Mindkét esetben a kristályrács alkalmasan indikáló atomsíksorait ideális reflexiós helyzetbe kell hozni és az elhajlított sugárnyaláb filmen vagy fényérzékeny lemezen kerül regisztrálásra. Reflexiós elrendezés esetében /1.ábra/ az atomsíkok leggyakrabban csaknem párhuzamosak a kristály felszínével. A reflektált, szekundér sugár ugyanazon az oldalon hagyja el a kristályt, ahol a primér nyáláb belépett.

Átvilágítás esetén /2.ábra/ a diffraktáló atomsíkok közelítően merőlegesek a kristály felszínére, a szekundér nyaláb a kristály hátsó oldalán lép ki.

#### 4. Röntgentopográfiai módszerek fejlődése

Az egykristályok helyi imperfekciói tanulmányozásának technikai koncepciója Berg [13] nevéhez fűződik, aki a röntgendiffrakciós kontrasztok információtartalmára már a harmincas évek elején rámutatott. Elgondolásait azóta számosan felhasználták és továbbfejlesztették. Ezek közül az első döntő lépést Barrett [9] tette, aki mikrofókuszu röntgenszó alkalmazásával sikeresen növelte meg a reflektált kép feloldóképességét és ezzel megteremtette az újfajta "mikroszkópia" alapjait. Ennél az extinkciós effektuson alapuló módszernél a karakterisztikus sugárnyaláb egy pontszerű vagy vonalalakú fókuszból érkezik a kristály felületére és annak azon síksorán hallik el, amely a kristályfelszínnel kis szöget zár be. A diffraktált sugárnyaláb egy fotólemeze esik, amelynek intenzitás-eloszlását a kristályfelület mentén regisztrálják /3.ábra/. Ez a módszer alkalmas a mozaik-blokkok nagyságának és dezorientációjának tanulmányozására. Lehetséges továbbá a kristály nagyobb deformációinak követése, amelyek a felszínen mutatkoznak, mint csuszási zónák, ill. a felület megmunkálása közben keletkező karcok. A Berg-Barrett technika ebben a formában eléggé érzékeny ahhoz, hogy a kristályrács dezorientációját a félívsekundum nagyságrendjében érzékelje; ugyanakkor a néhány  $10 \mu$  nagyságrendű felbontóképessége miatt egyedi diszlokációk vizsgálatára kielégítően nem alkalmazható [109].

A finomított Berg-Barrett metodikát Newkirk [104] és Bonse-Kappler [20] alkalmazták először diszlokációk tanulmányozására. Newkirk [105] megfelelő felbontóképességet azzal ért el, hogy a próbát a fókuszponttól eltávolította és a filmet olyan közel vitte a próbához, amennyire az csak lehetséges. A felbontóképesség így a néhány  $\mu$  nagyságrendbe került [20, 132]. Bonse [18] ugy ért el jó felbontóképességet, hogy a vizsgált kristályt akképpen helyezte el, mintha kettős kristályspektrométer lenne párhuzamos elrendezésben. A módszer nagyon érzékeny kis rácselfordulásokra, ezért feszültségmezők és egyedi diszlokációk tanulmányozására is alkalmas.

Az eddig ismertetett módszerek reflexiós elrendezésben működnek, azaz csak a kristályfelszint képezik le, ill. egy nagyon vékony, közvetlenül alatta fekvő réteget. Nagyobb kristályok egész térfogatára kiterjedő topográfiai vizsgálatot transzmissziós elrendezésben végezhetünk. Ez egyrészt az anomális abszorpció jelenségének felhasználásával /Borrmann [22]/, másrészt az extinkciós effektus alkalmazásával /Lang [81]/ került első ízben megvalósításra. Az előbbi módszert Borrmann, Hartwig és Irmler [24], majd Schwuttke [120], az utóbbit szintén Schwuttke [124] fejlesztette tovább. E két fajta topográfiai módszert kiemelkedő fontosságukra való tekintettel részletesebben is tárgyaljuk. Említésre méltó még Auleytner [6] és Renninger [113] munkássága, akik legújabbán a kettős diffraktométeres kristálytopográfia terén végeztek jelentős fejlesztő munkát.

Ezt a technikát kombinálta legújabbán anomális transzmisszióval Weissmann és Kalman [138].

## 5. Kontrasztosságot okozó alapjelenségek

A röntgensugarak reflexióképessége nagy mértékben a kristályrács atomsíkjainak minőségétől függ. A hibátlan atomsíkok más intenzitással verik vissza a röntgensugarakat, mint a rácshibás síkok. A megzavart és a hibátlan rács közt várható kontraszt-különbségek kialakulását tekintve a 3. fejezet II. alatt felsorolt effektusok érvényesülnek döntően, amelyek mind a megzavart rácsrendszerben, mind pedig az ideálisan perfekt kristályban erőteljesen kifejezésre jutnak. A topográfia szempontjából a legfontosabbak:

### 5.1 A röntgensugarak anomális abszorpciója

A röntgensugarak anomális abszorpciója közelítően perfekt kristályokban jön létre. Ugy jelentkezik, mint felerősödött transzmissziós sugárzás, ha a kristály Laue-elrendezési helyzetbe kerül. Az effektust Borrmann [23] fedezte fel, majd ezt követően Laue [39] értelmezte a kristályon belüli elektromágneses tér csomópontjainak, ill. atomhelyzeteinek egybeesése következtében, a létrejövő normál fotóelektromos abszorpciócsökkenés révén. Az effektust legjobban a hullámmező-moddellel lehet illusztrálni /4.ábra/. E modell szerint két állóhullám-alakzat képződik, ha egy monokromatikus röntgen-síkhullámvonulat lép be az ideális diffrakciós helyzetben lévő perfekt kristálydarabba. Az energiafolyam leginkább az atomsíkok mentén halad és az állóhullámok merőlegesen a folyás irányára. Egyszerű rács esetére az állóhullámok egyikének  $\frac{A}{2}$  csomópontjai olyan síkon helyezkednek el, amely egybe esik valamely  $/hkl/$  rács-

síksor helyzetével, míg a másik  $\sqrt{N}$  álló hullám csomópontjai ezek között középen vannak. Ha az atomokról feltételezzük, hogy pontszerű elnyelők és a kristály eléggé vastag, akkor az  $N$  hullám hamarosan teljesen abszorbeálódik az atomokkal való erős egymásra hatás következtében, míg az  $A$  hullám lényegében teljes intenzitással áthalad a kristályon, függetlenül annak vastagságától. Elhagyva a kristályt, az  $A$  hullám felbomlik két egymással egyenlő nyalábra, éspedig a transzmittált  $R_0$  és a diffraktált  $R$  nyalábra. Adott valódi atomok és ismert strukturafaktorok esetében az  $A$  hullámnak véges abszorpciós együtthatója van. Gyengülésének mértéke függ a röntgensugár polarizációjától is. A kristályt elhagyó röntgennyalábok ezért nagy mértékben monokromatikusak, párhuzamosak, erősen polarizáltak és meglepően nagy intenzitásuk van. Ez az intenzitás azonban kritikus mértékben függ a kristály rendezettségének fokától. Az atomsíkok periodicitásában előforduló hibák erősen csökkentik az  $A$  hullám intenzitását. Valójában azt találták, hogy az imperfekciók az  $A$  hullámmezőben árnyékot vetnek éppúgy, mint a fénysugár útjában található akadályok. Ezért ezt a jelenséget fel lehet használni közelítően perfekt és erősen abszorbeáló kristályokban /pl. germániumban/ lévő imperfekciók megfigyelésére.

## 5.2 A röntgensugarak primér extinkciója

Az atom elektron héján szóródó röntgensugárzás a primér sugárnyalábhöz képest  $\pi/2$  fáziseltolódást szenved. Ebből következik, hogy a kétszer reflektált sugár a primér nyalábtól  $\pi$  fázisban különbözik; következésképpen a kétszer reflektált - és a primér-nyaláb között egzakt a fáziskülönbség. A primér nyaláb a kristályon való keresztülhaladása közben a kétszer

reflektált nyalábbal destruktív interferenciát hoz létre és ennek révén gyengül. Ugyanez fordul elő minden olyan két-két sugár esetében, amelyek  $n$ -, ill.  $/n-2/$ -szeresen reflektálódnak. Ha a kristály perfekt, meghatározott fázisviszony alakul ki a primér, a kétszer reflektált és a sokszorosan reflektált sugarak között. Ennek a folyamatnak az eredménye az a dinamikus egyensúly, amely kioltja vagy legalábbis gyengíti a primér nyalábot a kristály belsejében megtett út mentén [77]. Ez a primér extinkció jelensége.

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

Mindkét tárgyalt effektus hasznosítható a rácshibák láthatóvá-tételére. Transzmissziós esetben egy dezorientált blokk okozta kontraszt-sáv képződésének sematikus vázlatát az 5. ábra szemlélteti. A kontraszt kialakulás lehetőségeinek korlátait a következőkben elméleti megfontolások alapján egymással szembeállítva tárgyaljuk.

#### 6. A diffraktált röntgensugárzás integrált intenzitása

A legtöbb röntgeneljárás divergens primér sugárnyalábbal dolgozik, amelyeknél a divergencia általában nagyobb a kristály atomsíkjain a Bragg-reflexiók helyzetben visszaverődő monokromatikus síkhullám kezdeti szélességénél /szóródásánál/. Ezért



annak a kontrasztnak a becslése végett, amelyet az ideális kristályon belül megzavart kristálytartomány okoz, érdemes az integrált intenzitásokat figyelembe venni. Határesetként felvesszük, hogy egy diszlokációs vonal közelében fekvő kristálytartomány oly mértékben válik megzavarttá, mintha valójában ideális mozaikkristály lenne, vagyis a primér és reflektált sugárzás közt fellépő mindenfajta kölcsönhatást elhanyagolhatónak tekintjük; sem extinkció, sem anomális abszorpció nem keletkezik. Ehhez a kvalitatív becsléshez két integrált intenzitás  $\rho$  arányát adjuk meg, nevezetesen az ideális mozaikkristályét  $R'$  az ideálisan perfekt kristályéra  $R_1$  vonatkozé-  
tatva. A valóságos kísérletek során ezt az arányt biztos kvantitatív módon nem lehet meghatározni, de a számítás mégis jól tájékoztat a hullámhossz, a struktúra-amplitudó, a kristályvastagság és más tényezők befolyásának hatásáról.

Tárgyalásunk folyamán a Laue-esettel kapcsolatban Zachariasen [146] klasszikus művében található szimbólikát alkalmazzuk, míg a Bragg-esetre Hirsch és Ramachandran [56] meg gondolásait vesszük át ill. fejlesztjük tovább. /E tanulmányban használt szimbólumok összesítő táblázatát a Függelékben lehet megtalálni./

Egy bizonyos  $H = /hkl/$  reflexióra az  $R_H$  integrált intenzitást az alábbi egyenlet definiálja:

$$R_H = \int_{\theta_H - \Delta\theta}^{\theta_H + \Delta\theta} \frac{P_H(\theta)}{P_0} d\theta \quad /1/$$

ahol a monokromatikus primér nyaláb energiafluxusa:

$$P_0 = \iint_{S_0} J_0 \cdot dS \quad /2/$$

a reflektált szekundér nyaláb energiafluxusa:

$$P_H = \iint_{S_H} J_H \cdot dS \quad /3/$$

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

$$n \cdot \lambda = 2d_H \cdot \sin\theta_H \quad /4/$$

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

$$\Delta\theta_H = \delta\theta_H + \operatorname{tg} \theta_H \cdot \frac{\delta d}{d_H} \quad /5/$$

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

Az /5/ összefüggés elemzése során kialakul az intenzitások változására, a kontraszt képződésre vonatkozó helyzetkép, amelyből látható módon a reflektált intenzitást befolyásoló  $\Delta\theta_H$  szögeltolódást a rácshibák által torzított mező okozza, egyrészt a torzulás folytán bekövetkező  $\theta_H$  orientáció-módosulás, másrészt a rácperiodicitás ód változása miatt.

Az ideálisan perfekt kristályról feltesszük, hogy a rácsszerkezete teljesen hibamentes. Ennek következményeként a primér és a reflektált hullámok között igen erős kölcsönhatás lép fel. A monokromatikus sugárzás egy atomsíksoron történő reflexiójának esetére a probléma a röntgeninterferenciák Darwin [41] -féle dinamikus felfogása szerint értelmezhető, amelyre vonatkozólag James [64] és Laue [89] klasszikus elméleti fejtegetéseire utalunk.

6.1 Bragg-eset. Az integrált intenzitások aránya egy félempirikus formula szerint írható le adott esetben. Nevezetesen:

$$\beta = 1 + 0,294 \cdot \frac{e^{-g}}{g} \quad /6/$$

ahol a  $\beta/g$  összefüggést a 6.ábra szemlélteti. A  $g$  változó az alábbiak szerint adott /számszerű adatai az I.táblázatban/:

$$g = \frac{t_{\text{ext}}}{t_{\text{abs}}} \quad /7/$$

A  $\underline{t}_{ext}$  a sugárzás behatolási mélységének a mértékszámát, ha az extinkciós effektus dominál adott mérési körülmények közt. Leglényegesebb itt a primér extinkció, vagyis az a jelenség, amely közben a kristályba behatoló primér röntgensugár intenzitása kétszeresen reflektált s így  $\pi$  fáziseltolódást szenvedett hullámmal interferálva erőteljesen csökken. Behatolási mélysége ezért már akkor is korlátozott, ha az abszorpciós hatások egyébként elhanyagolhatóak lennének.

A  $\underline{t}_{abs}$  a sugárzás behatolási mélységét közelítően adja meg akkor, ha az intenzitás gyengítést kizárólag abszorpciós effektusok váltják ki, ami pl. a statisztikusan rendezetlen, ideális mozaikkristály esete.

Formulákban kifejezve:

$$\underline{t}_{ext} = \frac{\cos \theta_H}{K} \cdot \frac{m \cdot c^2}{e^2} \cdot \frac{V}{\lambda |F|} \quad \text{és} \quad /8/$$

$$\underline{t}_{abs} = \frac{\cos \theta_H}{2} \cdot \frac{1}{\mu_0} \quad /9/$$

ahol  $K$  polarizációs faktor értéke egységnyi, ha  $\vec{E}$  merőleges a beesési síkra; és  $K = |\cos 2\theta_H|$ , ha  $\vec{E}$  párhuzamos vele; nem polárizált sugárzásra pedig  $K = \frac{1}{2} [1 + |\cos 2\theta_H|]$ .

Statisztikusan rendezetlen mozaikkristályban  $\underline{t}_{ext}$  korlátozást nem szenved; emiatt dominál a  $\underline{t}_{abs}$ , mint behatolási mélység. Hasonló a helyzet ideálisan perfekt kristály esetén, ha  $\underline{t}_{ext} \gg \underline{t}_{abs}$ , vagyis ha  $g \gg 1$ . Ezekben az esetekben  $\rho$  értéke a /6/-ban leírt képlet szerint adódik.

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

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

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

Megjegyzendő, hogy a /8/ és /9/ képletek olyan esetekre érvényesek, ahol a reflektáló atomsíkok vagy feltétlenül párhuzamosak a felszinnel /szimmetrikus Bragg-eset/, vagypedig pontosan merőlegesek a kristályfelületre /szimmetrikus Laue-eset/. A nem szimmetrikus esetekre történő felírás csak lényegtelen változást okoz. Emiatt a  $g$  nagyságának szögfüggését /eltérően az egzakt tárgyalásmódtól/ nem vettük figyelembe.

6.2 Laue-eset. A két integrált intenzitás  $\rho$  arányának kvalitatív kiszámítására elegendőnek véljük, ha itt is csak a szimmetrikus változatot tárgyaljuk. A sugárnyaláb keresztmetszete mentén feltételezve az egyenletes intenzitás-eloszlást, az integrált intenzitás elvileg a következő képpen írható fel:

$$R_H \approx \int_{\theta} \frac{J_H(\theta)}{J_0} \cdot d\theta \quad /11/$$

Zachariasen [146] szerint ideálisan perfekt kristályra

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

ahol az integrál-kifejezésben szereplő  $y$  mennyiség szimmetrikus esetre

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

amelynek alapján  $y$  lényegében a  $\theta$  szögváltozóval arányos.

A /12/-ben még szereplő mennyiségek:

$$A = \frac{t_0}{\tau_{\text{ext}}} \quad /14/$$

és

$$\chi = g \cdot K \cdot \frac{\mu_H}{\mu_0} \quad /15/$$

A  $\mu_H$  értéke csak kevésbé különbözik  $\mu_0$ -tól viszonylag nagy  $d_H$  atomsiktávolságok, ill. alacsony indexű reflexiók esetében. Ha azonban az atomsikok "simasága" csökken, vagy miként a gyémánt-rács típusnál az  $\{111\}$  atomsikok kettős síkakká alakulnak, ekkor a  $\mu_H$  kisebb lesz. Hasonló módon csökken  $\mu_H$  értéke magasabb indexű reflexiók alkalmazásakor. A  $\mu_H / \mu_0$  arányt kísérletileg kell meghatározni; germániumra Cu-K $\alpha$  sugárzás esetében néhány adatot a II. táblázat tartalmaz.

A /10/, /14/ és /15/ egyenletek felhasználásával

$$\chi \cdot A = \frac{t_0}{4t_{abs}} \cdot K \cdot \frac{\mu_H}{\mu_0} \quad /16/$$

lényegében a kristályvastagságnak az abszorpciós uthosszra vonatkoztatott viszonzszámát fejezi ki. A  $\chi$ ,  $A/t_0$  és  $\chi \cdot A/t_0$  értékekre,  $H = /220/$  atomsiksorra vonatkoztatva olyan numerikus adatokat találhatunk az I. táblázatban, amelyeket Si és Ge-kristályokon különböző hullámhosszu monokromatikus röntgensugarak felhasználásával mértek.

A /12/ egyenletben található integrál kifejezést  $i_1$  és  $i_2$  rész-integrálokra bonthatjuk.

Zachariasen idézett munkája szerint

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

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

A /12/ egyenletben szereplő második részintegrált

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

helyettesítéssel alakíthatjuk alkalmasan át a következők szerint:

$$i_2 = \int_0^{\frac{\pi}{2}} \text{ch}(2\chi A \cdot \sin \varphi) \cdot d\varphi - \frac{\pi}{2} \quad /19/$$

Ennek megoldása Meier [97] nyomán

$$i_2 = \frac{\pi}{2} \cdot [J_0(2\chi A) - 1] \quad /20/$$

A /20/ kifejezésben  $J_0/2\chi A/$  olyan módosított Bessel-függvényként adódik, amely ebben a nulladrendű esetben  $J_0/2\chi A/$  kifejezéssel egyértelmű; zérus argumentumhoz tartozó kezdő értéke :1 , s ez monoton emelkedik, míg a nagyobb argumentumok tartományában meg nem közelíti az

$$e^{\frac{2\chi A}{\sqrt{2\pi(2\chi A)}}} \quad \text{értéket.}$$

Ezzel a /12/ szerint felírt ideális hibátlan kristály integrált intenzitása az alábbiak szerint fejezhető ki:

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

A teljesen rendezetlen mozaikkristály integrált intenzitása fentivel szemben

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

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

A /21/ és /22/ arányba állítása következtében írható:

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



A 7.ábrán néhány  $\rho$  -görbét szemléltetünk állandóként választott  $\kappa$  értékekre az A vastagsági viszonzyszám függvényében. A görbék  $\kappa$  minden értékére  $\rho = 1$  pontból indulnak ki, ezután következik egy csökkenően ingadozó emelkedésű szakasz, amely kisebb  $\kappa$  paraméterű görbék esetén nagyobb A /azaz vastagabb kristályszeletekhez tartozó/ értékek felé fut le, mint a nagyobb  $\kappa$  -hoz tartozó görbék. A kristályvastagságoknak ebben a nagyobb  $\kappa$  -khoz tartozó zónájában mutatkozik ideálisan perfekt kristály esetén az ún. Pendellösung-effektus, amelyet Kato és Lang [72] mutatott ki először Si, LiF és kvarc-kristályokon. A  $\kappa =$  konstans görbék maximum-értéküket kb.  $\kappa \cdot A = 0,8$  helynél érik el. A  $\rho > 1$  tartományra, perfekt kristályban az extinkciós effektus dominál, ezért az integrált intenzitást felfogva az átvilágítás után, az jóval kisebbnek mutatkozik, mint a rácshibákkal telített, ideális mozaikkristály esetében. A görbék meredeken lefelé tartanak a nagyobb kristályvastagságok tartományához közeledve, ahol már az ideálisan perfekt kristályra az anomális abszorpció jelensége a mérvadó. A kontraszt itt ellenkezőjére fordul, mivel a hibátlan kristályon áthaladó sugár integrált intenzitása a mozaikkristályon áthaladó sugárét szembetűnő mértékben felülmulja.

A kontraszt-képződés elméletének részletesebb tárgyalása ennek a tanulmánynak a kereteit meghaladja. Ebben a tekintetben a vonatkozó legújabb összefoglaló dolgozatra utalunk [10]. Megjegyezzük azonban, hogy a félvezető technológiai gyakorlatban elforduló kristályok a két említett véglet között vannak. A valóságban ideálisan hibátlan, vagy hibákkal extrém módon telített kristályok alig kerülnek előnk; túlnyomó részben többé-kevésbé rácshibás valódi kristályokkal van dolgunk. Ennek meg-

felelően a topogramokat egyrészt a kinematikai elmélet alapján "direkt kép" gyanánt, másrészt a Darwin-teoria [41] érvényességét fogadva el, mint dinamikus képet interpretáljuk [45].

Nézzük, hogyan valósítható meg a gyakorlatban a kontrasztképződésen alapuló két legfontosabb topográfiai eljárás:

- 1./ Az extinkciós effektust felhasználó Lang-féle metodika
- 2./ Az anomális abszorpciót hasznosító Borrmann-Schwuttke eljárás.

### 7. Lang-metodika

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

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

A gyakorlati megvalósítás további jellemzői:

- a./ A röntgen sugárforrás vonalfókuszja vertikális helyzetben van. Ezen azt értjük, hogy a vonalfókusz és a róla emittálódó szalag-alaku primér nyaláb keresztmetszetének hosszabbik mérete merőleges a beeső és diffraktált nyalábok alkotta síkra,

a 8. ábra síkjára.

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

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

$$d\lambda = \lambda \cdot \frac{d\theta}{\operatorname{tg}\theta_H} \quad /24/$$

összefüggés szerint a nyaláb spektrális szélességének kisebbnek kell lennie, mint az alkalmazott sugárfajta  $K_{\alpha 1}$  és  $K_{\alpha 2}$  komponenseihez tartozó  $\lambda_{\alpha 1}$  és  $\lambda_{\alpha 2}$  hullámhosszok közti differenciának. Ez  $\Delta\theta_H$ -re átszámítva 1-2 ívpercet jelent az alkalmazott reflexiós síksortól függően.

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

e./ A vizsgálandó kristályt a próbatest-tartó megfelelő elforgatásával gondosan beállítják az ideális /Bragg-feltételt kielégítő/ diffrakciós helyzetbe, majd úgy rögzítik, hogy a  $\text{MoK}_\alpha$  vagy  $\text{AgK}_\alpha$  sugárfajtájú primér nyaláb áthatoljon rajta, közben elhajlást szenvedjen és elhagyva a kristályt, a hozzá mennél közelebb elhelyezett fotolemezt az  $S_3$  résen keresztül merőlegesen érje. A beállítás ellenőrzésére GM-csővet vagy szcintillációs számlálót használnak /rocking curve-felvétel végett/, ezáltal megvalósítható, hogy a  $K_{\alpha 1}$  sugárnyaláb a kristályszeletke felületére közelítően merőleges rácscsíkokon diffraktálódjék. A szögbeállítást  $10^{-4}$  mp pontossággal kell tudni ellenőrizni.

f./ A kristály és a fotolemez közt az  $S_3$  rést magában foglaló és a nyalábhoz képest rögzített ernyő felfogja a mintán elhajlás nélkül áthaladó primér sugárzást.

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

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

A Lang-metodika lehetőségeket nyújt a rács-zavarhelyek térbeli eloszlásának tanulmányozására, éspedig az ún. stereo-párok [54] által. A /hkl/ reflexión kívül fotografáljuk a /hkl/ reflexiót is, ami azt jelenti, hogy egy és ugyanazon síkot szimmetrikusan a másik oldalról is reflektálhatjuk /9.ábra/. A stereoszkópos megfigyelés a próba belsejében lévő zavarok plasztikus térbeli képének benyomását kelti. Ez a megfigyelési mód előnyös a diszlokációk közötti reakciók tanulmányozására, ha el akarjuk dönteni, hogy azok ténylegesen vagy csak látszólag, - a vetületben - metszik-e egymást.

Egy további alkalmazási terület: a szekciós topográfia [78], amely lehetővé teszi számunkra, hogy adott esetben a felszíni réteget a próba egyik vagy másik oldaláról vizsgáljuk. Ebben az elrendezésben /10. ábra/ az  $S_3$  rés úgy van a próba és a fotolemez közé helyezve, hogy nemcsak az egyenesen áthaladó primár sugárnyalábot, hanem a diffraktált sugárnyaláb egy részét is leernyőzi. Így a próbának csak a kérdéses rétegről kapunk felvilágosítást [17]. Ugyanilyen módon a felszín közelében megfigyelt diszlokációkat eltávolítva, tehát a deformált felszín zavaró befolyását kiküszöbölve, szelektíven beállítva a rést, a próba belsejét is megfigyelés alá vehetjük. A szekciós alkalmazás azonban csak olyan kisebb rendszámú anyagokra korlátozódik, amelyeknél lehetséges nagyobb vastagságu próbák besugárzása. Itt ugyanis a diffraktált sugárnyaláb egy részét viszonylag könnyen le lehet választani.

A Lang-féle eljárást Schwuttker [124] fejlesztette tovább, amennyiben bevezette az oszcillációs vizsgáló technikát /SOT = Scanning Oscillator Technique/. Ez különösen nagy átmérőjű kristályszeletek topogramjainak felvételére vált be. A módszer alkalmazási elve egy példán világítható meg. Tegyük fel, hogy a kristályszelet egy imperfekt /A/ zónát és egy olyan B térfogatrészt foglal magában, amely kissé eltérő orientációju a matrix többi részéhez képest. Az eredeti Lang-kamerás módszerrel a "wafer"-ről csak hiányos topogramot kaphatunk. Ha a kristályt a szokásos Bragg-féle reflexiós helyzetbe hozzuk, akkor a mizorientált B térfogatrész helyén fehér folt marad, /11. ábra/, az A zóna sötétebb lesz az extinkciós kontrasztnak megfelelően. Ha viszont a B zónát állítjuk reflexióképes pozícióba, akkor rajta kívül a wafer belseje sehohsem képeződik le;

a fotolemez tulnyomó része üres lesz [124] /11.b ábra/ jeléül annak, hogy a beállítás mennyire érzékeny az iv-mp nagyságrendű mizorientációkra. A felvételtechnika tökéletesítésére szolgál ilyen esetekben a SOT-eljárás, amelynek elvi vázolata a 12.ábrán látható. A kristály teljes térfogatát végigpásztázzuk Lang módszere szerint, de egyidejűleg oszcilláltatjuk is a kristályt meg a fotolemezt a beeső és reflektált röntgennyalábok alkotta sík normálisa körül. Az oszcilláció végkitérése át-fedi a wafer mizorientációinak lehetséges szögterületét és ezzel a reflexióképes helyzetek egész sorozata áll elő; az oszcilláción belül minden szögpozícióban leképezés jöhet létre, a topogramról leolvasható információ teljes lesz.

Megemlítjük még, hogy legújabbán nagy hőmérsékletű Lang-kamerát fejlesztettek ki [14, 15], amely képes  $900. C^{\circ}$ -on való tartós működésre. A kamera vákuum alatt vagy inert-gáz atmoszférába tett kristálypróbakkal dolgozik; követni tudja az izálás és lehűtés hatását egy sor topográfiai felvétellel, amelyek pl. Si szeletkében a gőzből lecsapatott  $SiO_2$  vékony réteg határfelületén keletkező feszültségváltozásokról adnak képet.

A 13. fénykép az MTA Műszaki Fizikai Kutató Intézete Röntgen-diffrakciós Laboratóriumának Hilger-gyártmányu, cserélhető anódu mikrofókuszos röntgensugár generátorát mutatja be a ráhelyezett Lang-kamerával, amely az ELTE Kísérleti Fizikai Intézetében készült egyedi darab. A fényképen látható még /a bal alsó sarokban/ az a vezérlő egység, amely a Lang-kamera kapcsoló és meghajtó szerkezetét foglalja magában, egyszer s mind szemlélteti a kristály és fotolemeztartó mindenkori

mozgását ill. helyzetét 20-szoros felnagyításban a beszabályozott végállásmutatók között. A helyzetmutatóra erősített mikrokapcsoló a végállásmutatók egyikébe ütközve - jelfogó közbeiktatásával - megfordítja a menetirányt; ezzel valósul meg a Lang-metodikára jellemző alternáló mozgás. A 13.képen látható még a röntgensugár intenzitás mérésére szolgáló GM-csőves /vagy szcintillációs számlálásra is alkalmas/ rate-meter, amelyhez a falon elhelyezett vonaliró-szerkezet csatlakozik; ezzel végezhető el a vizsgálandó egykristály ideális Bragg-helyzetének beállítása ill. a "rocking curve" felvétele. A 14.fénykép a Lang-kamerát külön szemlélteti. Jól kivehető a kép közepén a primér röntgennyalábott kollimáló cserélhető részek állványa, az egykristály-mintatartó, balról a számlálócső-kar, jobbról pedig a kristály beállítását elősegítő optikai rendszer, továbbá a finomállító forgatógombok és fékező-rögzítő csavarok. A kristályt és fotolemezt hordozó kocsi 20 mm lineáris elmozgásra képes, sebessége kb. 17 mm/óra.

### 7.1 Próbatest előkészítés

A kristályszeleteket a kompakt egykristályból 1 mm körüli vastagságban vágják ki. A 15.ábrán látható kivágási módzatok mindegyike olyan, hogy a wafer oldalfelülete /a/ általában kis indexű sík, amilyen az /111/, /110/ vagy /112/. Az [111] kristálynövesztési iránnyal párhuzamosan /15.a ábra/ vagy rá merőlegesen /15.b ábra/, esetleg az [112] irányra merőlegesen /15.c ábra/ vágják ki a szeletkét legalább  $\pm 0,5^\circ$  orientációs szögpontossággal. Az így kapott lemezek felületi rétegének roncsolódásait korund-porral történő lappolással, ill. maratóssal távolítják el. Szerencsés körülmény, hogy a röntgen-

topográfiai vizsgálathoz nem szükséges a próbatesteket azonos vastagsággal kialakítani. Fontos azonban, hogy a felületi károsodásokat maratással teljesen eltávolítsák, mert ezek a készítendő topogramokon zavaróan hatnak. Ugyancsak el kell kerülni a szeletkék befogása közben előforduló elasztikus torzulásokat, mivel azok is szuperponált zavaró kontrasztot okozhatnak a topográfiai felvételen. Maratás után a szeletke néhány tized mm vastag marad, amely a Lang-metodika említett kontraszt-kritériumát a vizsgált anyag rendszámától és a sugárfajtától is függően kielégíti.

## 7.2 Kristálylemezkek orientálása

A topográfiai reflexióképeség feltételének precíziós beállításához a műszerteknikai adottságokon kívül az is szükséges, hogy a próbatest-tartóba rögzített kristályszeletke térbeli helyzetét, vagyis saját lapjainak geometriáját a röntgennyaláb irányához viszonyítva is pontosan bemérjük. Egy bizonyos választott  $/hkl/$  síksorhoz és  $\theta$  szöghöz tartozó röntgen reflexió jellemzésére szükséges még néhány további adat ismerete [121], amelyeknek értelmezését a 16. ábra hivatott megkönnyíteni. Eszerint a lemezke főtengelye  $\bar{A}$ , legnagyobb oldalfelülete  $\underline{a}$ , a felület normálisa:  $\bar{N}$ . Ha a beeső primér nyaláb iránya  $\bar{S}_0$ , a diffraktált nyalábé:  $\bar{S}$ , akkor  $\alpha$  jelenti az  $/\bar{S}-\bar{S}_0/$  eredő és az  $\bar{A}$  vektor által bezárt szöveget;  $\beta$  viszont az  $/\bar{S}-\bar{S}_0/$  és az  $\bar{N}$  normális által közbezárt szög [101]. A beállítások legnagyobb részénél  $\alpha$  és  $\beta$  egyenlő  $90^\circ$ -al, vagyis a beeső ill. diffraktált nyalábok által definiált sík a kristályt határoló oldalfelületre merőleges. Lang-topogramok felvételéhez célszerű az  $\alpha$  és  $\beta$  szöveget iv-perc, míg a  $\theta$  szög helyességét iv-mp pontossággal ellenőrizni.



### 7.3 Expozíció, előhívás és nagyíthatóság

A topográfiai felvételekhez legjobban bevált az Ilford-L4 típusu finomszemcsés nukleáris fotolemez használata, amelyet 25, 50 és 100  $\mu$ -os emulzió bevonat vastagsággal hoznak forgalomba. Ezesetben a kristályszeleség minden mm-ére 1/2-1 óra expozi-  
ciót kell számítani. A felvételi időt rövidíteni lehet ugyan film alkalmazásával, de csakis a kontraszt és felbontási viszonyok rovására. 100  $\mu$ -os emulzióréteget használnak AgK-, 50  $\mu$ -osat Mo-K, Co-K és Cu-K sugárzáshoz, míg a 25  $\mu$  rétegvastagságu lemezt a Cr-K sugárfajtához alkalmazzák. Az utóbbiakat kis áthatolóképeségük miatt főleg reflexiók, Berg-Barrett technikával készülő topogramokhoz részesítik előnyben. A transzmissziós Lang metodikához viszont a kemény Ag-K és Mo-K sugárzás használatos, de ez sincs hátrány nélkül.

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

értjük itt az expozíció alatt egy négyzetmikron területre beeső fotonok számát.

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

Tág tere van a kombinációs rugalmasságnak az előhívó eljárás során is [86]. Ellenőrizhetjük az ezüst szemcsék növekedését azáltal, hogy széles határok közt változtatjuk a sűrűségét, ami az expozíciós időtartam variálásával érhető el. Egy bizonyos sűrűség megvalósítható rövidebb megvilágítás és forszírozott előhívás által, vagy hosszabb expozícióval és gyenge hívással. Az előbbi gyorsabb felvételkedzítést, az utóbbi módszer jobb képminőséget eredményez. Nagy elővigyázattal kell dolgozni hívás közben az emulziók kezelése tekintetében, mivel ha nedvesek még, könnyen összekarcolhatók vagy deformálódnak. Általában a D-19b vagy az Amidol előhívó használatos. Az utóbbi kevésbé hőfokérzékeny. Az emulzió komoly mértékben eltorzul, vagy teljesen leolvadhat, ha az utolsó kimosóviz hőfoka meghaladja a  $23\text{ }^{\circ}\text{C}$ -ot. Ott, ahol kontinentális jellegű a klíma és ennek megfelelően a hálózati vezeték télen  $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ -os, nyáron  $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ -os vagy ennél magasabb hőfoku vizet szolgáltat, szükséges nyáron egy külön vízűtőberendezés beállítása a lemezek mosására vagy a kánikula idejére ajánlatos szabadságra menni.  
/A.R.Lang privát-leveléből idéztük/.

A következőkben néhány Lang-metodikával felvett, az MTA Műszaki Fizikai Kutató Intézet Röntgenlaboratóriumában készült topogramot mutatunk be. A felvételek  $[111]$  orientációja, kb. 0,5 mm vastag különböző diszlokáció-sűrűségű Si-egy kristályok topográfias képeit szemléltetik mintegy 10-szeres nagyításban. A leképezéshez a kristályok  $/220/$  síksorait állítottuk reflexióképes helyzetbe;  $AgK_{\alpha 1}$  primérsugárzást alkalmaztunk 50 kV, 340  $\mu$ A üzemi adatokkal. A Hilger-röntgensugár generátor finomfókusza vertikális irányban az 5  $\mu$  szélesség tizszeresére elnyult ellipszis alakúnak látszott a kristály felől. A csőfókusz-kristályfelszín közti távolság ebben az elrendezésben 300 mm volt, a kristály-fotolemez közt a  $\theta$  szög beállítástól függően 5 - 20 mm távolságok adódtak. Expozíciós időtartam 1 óra a kristály szélesség minden milliméterére. Előhívási idő 15 perc D-19 hívóban 20 C<sup>o</sup>-os hívótank-hőmérsékleten.

A 17. ábra jellegzetes diszlokációs hálózatot szemléltet. A vonalak egymással 60 ill. 120 fokot zárnak be; az  $[110]$  irányítotttság a kép függőleges irányával egybeesik. A mintegy  $10^4/cm^2$ -re becsülhető diszlokáció-sűrűség kifogástalan vonal-felbontást tett lehetővé az ismertetett vizsgáló elrendezés esetében. Az elszórt, jól kivehető pontok precipitátumok jelenlétére utalnak. A 18. ábra szemmel láthatóan nagyobb diszlokáció-sűrűséget mutat; becslésünk szerint  $10^5-10^6$  vonal/cm<sup>2</sup> lehetett a rácshibák koncentrációja. A Lang topográfiai felbontás néhol elérte a metodika lehetőségeinek felső határát. A 19. felvételen látható, hogy a diszlokáció-sűrűség nagyobb  $10^7/cm^2$ -nél; a vonalak sávokká, foltokká álltak össze, felfedezhetőek a topogramon felületi karcok nyomai is. A roncsolt felszíni réteg eltávolítása után a Lang-topogramok, de az egykristály minősége is javul.

#### 7.4 Topográfiai feloldóképesség

Nézzük most a Lang-kamera felbontóképességét. E célra jobb, ha külön-külön vesszük vizsgálat alá a felbontást a szórósíkhöz képest a/ vertikális irányban és

b/ horizontális irányban, amely a szelet-alaku kristály felszínének a szórósíkkal alkotott metszésvonalával párhuzamos [142].

/Szórósík az, amely tartalmazza a beeső  $S_0$  és reflektálódó  $S$  nyalábokat/

a/ A  $d_v$  vertikális felbontást a röntgen sugárforrás fókuszá-  
nak  $f$  átmérője befolyásolja döntően. A 20. ábra szemlélteti a  
röntgen nyalábok geometriai elrendezését. Lássuk azt az ese-  
tet, ahol a véges méretű kör alakú forrásból kisugárzó röntgen  
nyaláb diffraktálódik a reflexió síkjának  $P_1$  pontjában  $\theta_H$   
Bragg-szögnél.  $P_1$  ponttal, mint csuccsal kupos felületet té-  
telezzünk fel, amelynek alkotója  $\frac{\pi}{2} - \theta_H$  szöget zár be  $P_1$ -nél  
a reflexió sík  $\bar{N}$  normálisával. Mivel a kupfelület metszi a  
röntgen sugárforrást is, a metszésvonal, amelynek hossza  $f$ ,  
minden pontjára vonatkozóan a Bragg-feltétel kielégül. Más  
szavakkal: a  $P_1$  pontban olyan reflexió jön létre, amely köze-  
litően  $f/l$  arányban divergál, ahol  $l$  a röntgen sugárforrás és  
a vizsgált minta közötti távolság. Ennek megfelelően, ha egy  
fotolemezt helyezünk el a  $P_1$  ponttól  $m$  távolságban a reflexió  
irányában, a diffraktált nyalábra merőlegesen, akkor a lemezen  
a röntgen sugárforrásnak  $\frac{m \cdot f}{l}$  arányban zsugorodott  $i_f$  képét  
kapjuk. Hasonló módon a  $P'_1$  pontban nyert reflexió által,  
amely pont  $P_1$ -től  $d_v$  távolságra van a vertikális síkban, ugyan-  
csak leképeződik a lemezen a röntgen sugárforrás  $i'_f$  képe; ezt  
szemlélteti a 21. ábra.

Ha e két kép egymást átfedi, akkor a  $P_1$  és  $P'_1$  pontok közt a lemezen nem lehet különbséget tenni. A 21. ábra mutatja ezeket az  $i_f$  és  $i'_f$  képeket a vertikális síkban felrajzolva. Ha a fotolemezt a sraffozott zónába helyezük, akkor  $P_1$  a  $P'_1$ -től nem különböztethető meg. Ha a fényképező lemez a Q pontra illesztve van elhelyezve, miként az ábrán, akkor az a legkisebb  $d_v$  távolság, ahol a két pont még éppen külön látszik /azaz felbontódik/, az alábbi képlettel fejezhető ki:

$$d_v = \frac{m}{\lambda} \cdot f \quad /25/$$

Ha pl.  $f=40 \mu$ ,  $\lambda=320 \text{ nm}$ ,  $m=8$  mm, akkor  $d_v$  értéke  $1 \mu$  lesz.

A Lang-metodikában a kollimátor-rendszer olyan módon van megszerkesztve, hogy a topográfiai leképeződést az egykristály mintáról egy diffraktált  $K_{\alpha 1}$  sugárzás adja meg. Mindazonáltal a horizontális felbontóképességet geometriailag sokkal általánosabb esetben fogjuk megbecsülni.

b/ Tegyük fel, hogy egy P pont a próbában a beeső nyalábct  $\Delta\theta$  szögterületbe diffraktálja ill. szórja egy bizonyos  $\theta_H$  Bragg szögnél. Ha a beeső nyaláb két pontban diffraktál, és pedig a próba felületével párhuzamos, tehát horizontális vonalon fekvő  $P_2$  és  $P'_2$ -ben, amint ez a 22. ábrán látható, akkor az a legkisebb  $d_h$  távolság, amelynél  $P_2$  és  $P'_2$  külön-külön megkülönböztethető, az aszimmetrikus Laue-elrendezés esetére a következő képpen adott:

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

ahol  $\beta$  a kristályfelület és a reflektáló /szóró/ sík normálisai közti szög. A  $\beta$  és  $\theta_H$  pozitívek, ha azokat a próbatest felület hátrafelé eső normálisától ill. a beeső nyalábtól balra fekvő oldalon mérték. Ha a beeső nyaláb  $\gamma$  szögdivergenciája nagyobb, mint a  $K_{\alpha 1}$  és  $K_{\alpha 2}$  sugárzásához tartozó vonalcsucok közti  $\Delta\theta_{K\alpha 12}$  szögműködés, amely a próbáról reflektálódhat, akkor a próba egyetlen pontja egyidejűleg reflektálhatja a  $K_{\alpha 12}$ -vonalpárt. Ezen esetben  $\gamma \approx \Delta\theta = \Delta\theta_{K\alpha 12}$  van érvényben, ahol

$$\Delta(\theta_{K\alpha 12}) = \frac{\Delta\lambda}{2d_H \cos\theta_H}, \quad /27/$$

és

$$\Delta\lambda = \lambda_{K\alpha 2} - \lambda_{K\alpha 1} \quad /28/$$

Mivel a szimmetrikus Laue-esetre  $\beta = \frac{\pi}{2}$ , és  $\theta_H$  általában nem több mint 10 ívfok nagyságrendű, ezért a formula az alábbi összefüggésre vezet:

$$d_h \cong m \cdot \Delta(\theta_{K\alpha 12}) \quad /29/$$

Gyakorlati esetekben, ha  $m=10$  mm és  $\Delta\theta_{K\alpha 12} = 2' = 6 \cdot 10^{-4}$  Rad, ezt helyettesítve /29/-be,  $d_h = 6 \mu$  értéket kapunk.

Ha jobb minőségű felbontás kívánatos, a kollimációs rendszert oly módon kell megalkotni, hogy  $\gamma$  jelentékenyen kisebb legyen, mint  $\Delta\theta_{K\alpha 12}$ . Erre a célra, a szokásos esetekben  $\gamma$ -nak egy ívpercnél kisebbnek kell lennie. A Lang-metodika számára szerkesztett kollimátor-rendszer eleget tud tenni ennek a követelménynek.

Ilyen körülmények között érdekes lehet számunkra, hogy megvizsgáljuk a rácshiba körül azt a mezőt, amely hozzájárul a topográfiai kép kialakulásához. Ha rövid hullámhosszu karakterisztikus röntgen sugárzást /amilyen az  $AgK_{\alpha}$  vagy  $MoK_{\alpha}$ / és alacsony indexű síksor diffrakcióját alkalmazzuk transzmissziós elrendezésű felvételre, akkor a kristályok reflexióképes szögszóródása:  $\Delta\theta_H$  mindössze néhány ívmásodperc lesz, a dinamikus elméletnek megfelelően. Ha egy diszlokációt választottunk, mint egyfajta rácshibát, mivel ez a valódi kristályokban előfordulók közül a legközönségesebb, akkor a reflektáló rácssíkoknak a diszlokáció körüli elhajlása /dőlése/ szögét a tökéletes zónához képest durván  $b/r$  összefüggéssel lehet közelíteni, ahol  $b$  a Burgers-vektor és  $r$  a diszlokáció magjától való távolság. Ha a kristályt a  $\theta_H$  Bragg-szögre állították be a tökéletes rácstartománynak megfelelően, ahol  $r$  elegendően nagy, akkor a diszlokáció közelében lévő hely hozzájárulását a reflexióképződéshez a  $b/r \approx \Delta\theta_H$  /30/

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

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

Itt kell megemlítenünk, hogy a beeső nyaláb  $\Delta\theta$  szögdivergenciája általában  $60$  ív-mp körüli érték. Így lehet megérteni, hogy a szögdivergencia kis tört része mekkora szerepet

játszik a diffrakcióban tökéletes rácstartomány esetén. Ugy lehet felfogni, mintha a rácssík dőlésszöge meredeken változna a diszlokáció magjának közelében és lépcsőzetesen a magtól nagyobb távolságban. Ténylegesen a diszlokációk látha-

tóságából az elektronmikroszkópiában, következtethetünk arra, hogy a maghoz eléggé közel fekvő rácssíkoknak a dőlésszöge meghaladja az egy ivpercet, mivel a  $\Delta\theta$  szögszórás az elektron-diffrakciónál két-három nagyságrenddel nagyobb lehet. Tehát, ha a központosított röntgensugarak divergens nyalábként az ideális Bragg szöghelyzetben esnek rá a reflektáló síkokra, akkor ott, ahol a zóna perfekt, létre jön a diffrakció. Néhány iv-mp-nél nagyobb dőlésszög esetén az erősen torzult régióban már nem jön létre reflexió, mivel a Bragg-feltétel nem teljesül. De a centrális irányhoz képest ferdébben eső nagyobb divergenciájú sugarak reflektálódni tudnak ebben a régióban is, eleget téve a Bragg-feltételnek, amint az az 5. ábrán látható. Ha a dőlésszög nő, akkor ti. a beeső divergens röntgennyaláb kívülsőbb lévő része még tud reflektálódni. Ennek megfelelően az egy ivpercnyire divergens röntgennyaláb teljes egészében hozzájárul a diszlokáció leképeződésének kialakulásához. Megjegyzendő, hogy a fenti érvelés hipotézisen alapszik. Eszerint az ideális rácállapot fogalmilag olyan kicsiny kristályokra is átvihető, amelyek diszlokációk jelenlétében elhajolnak, vagy torzulnak és ekkor a kicsiny kristályok mégis a saját tartományukon belül ideális kristályokként viselkednek. Ez magában foglalja azt a feltevést is, hogy ezektől a kicsiny kristályoktól eredő diffrakciós nyalábok nem interferálnak egymással, és ezért nem is olthatják ki egymást.

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



Összefoglalva a felbontóképesség problémáját, megállapítható: A röntgensugár reflexió intenzitása szembetűnően megnő a diszlokációk körül [80], mégpedig a magoktól számított mintegy 10  $\mu$ -os hatósugárral. A módszer érzékenységre jellemző, hogy csavardiszlokációs szemszögből tehát a diszlokáció úgy tekinthető, mintha egy olyan kb. 20  $\mu$  átmérőjű viszonylag hibás strukturájú kristályhenger lenne, amely a hibátlan kristály-alapanyagba van beágyazva. A henger aránylag nagy kiterjedése biztosítja az egyes diszlokációk láthatóságát, ha a megfelelő topográfiai eljárást alkalmazzuk. De ez egyuttal világosan korlátozza is azt a felbontást, amellyel a diszlokáció-eloszlások egyáltalán tanulmányozhatók. Nyilvánvaló, hogy ha a diszlokáció-sűrűség növekszik, ezzel együtt jár az egyes diszlokációkat körülvevő hibátlan rácstér fogat csökkenése. Ugyanakkor a diszlokáció által okozott kontrasztsáv, a kép szélessége is zsugorodik. A diszlokáció-sűrűség mérésének felső határa ott van, ahol az egyes hibás henger-tér fogatokat még külön-külön lehet észlelni. Ennek a felbontásnak olyan diszlokációs sáv-szélesség felel meg, amely a jelenlegi technikai adottságok közt 5 mikronnál kisebb értékre alig csökkenthető.

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

### 8. Borrmann-Schwuttke módszer

Anomális transzmisszió útján, a Borrmann-effektuson alapuló metodika által egészen a legutóbbi időkig viszonylag kevés topogramot készítettek, valószínűleg azért, mert alkalmazhatósága csak néhány, majdnem tökéletes kristályfajtára /Si és Ge/ korlátozódott. Napjainkban az effektust megtalálták cink és réz egykristályok átvilágításakor; általánosan ismertté vált, hogy a diszlokációk tanulmányozása fémkristályokban Borrmann-topográfiaival is lehetséges. Az alapjelenséget már ismertettük /5.1 fejezet/, most a kísérleti elrendezés főbb jellemzőit tárgyaljuk. A 23. ábra az elrendezés geometriai vázlatát szemlélteti. A kollimátor réssel párhuzamos, vertikális helyzetű vonalfókuszról monokromatikus röntgen sugárzás indul ki. A reflexiós helyzetben rögzített kristályminta sugártovábbításra felhasznált siksorát  $\bar{N}$  normálissal lehet jellemezni. Ezek a síkok a kristály felületére merőleges irányitottságúak. A  $\bar{D}$ -vel jelölt primér /direkt/ nyaláb iránytörés nélkül halad át a  $t_0$  vastagságu mintán, egyrésze a rács-síksor mentén anomálishan, tehát csaknem gyengülés nélkül transzmittálódik / $\bar{R}_0$  nyaláb/, míg a reflektált  $\bar{R}$  nyaláb a hibátlan kristályszakaszon szintén anomálishan, vagyis abszorpciót alig szenvedve halad keresztül s elhagyva a kristály hátsó határfelületét a rá merőlegesen elhelyezett fotolemezre esik. Kristály és fotolemez ebben az elrendezésben is translációs szinkron mozgást végez. Így lehet az átvilágítható kristálytérfogatot horizontális irányban megnövelni. Az egyszerre megvilágított tartomány egyrészt a vonalfókusz szélességével, másrészt vertikálisan a nyaláb ezirányu méretével, a határoló rés, vagy a kristály-

szeletke felszínén lévő takarólap kivágásával definiált. A  $\bar{D}$  és  $\bar{R}_0$  nyalábokat sugárelnyelő ólomernyővel szokás felfogni; leképezésük az  $\bar{R}$  nyaláb regisztrálta topogramhoz képest nem nyújt lényeges információ-többletet. Az eddigiekből belátható, hogy a Lang-kamera adott esetben  $\mu_0 \cdot t_0 \cong 10$  kritériumnak eleget téve/ anomális transzmissziós topogramok felvételére is alkalmas. Ha olyan a próbatest-tartó kiképzése, hogy a kristályt az  $\bar{N}$  tengely körül mintegy  $10^\circ$ -al el lehet forgatni [144], akkor Borrmann stereo-topogram párokhoz juthatunk, amelyek bizonyos körülmények közt a rácshibák térbeli elrendezését jobban szemléltetik.

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

### 8.1 Feloldóképesség

Az anomális transzmissziós topográfiában kielégítő minőségű felbontás érhető el viszonylag szerény kollimációs követelmények mellett is; mindössze a vertikális divergenciát szükséges korlátozni és a  $K\alpha$ -vonalpár szétválasztását biztosítani. A szokásos fókuszméretű röntgensövek és megfelelő sugárforrás-minta távolság esetén az elég könnyen teljesíthető.

Vertikális irányban a felbontást a /25/ összefüggéssel itt is lehet írni, de az  $m$  távolság megválasztását a Borrmann-technika bizonyos adottságai korlátozzák. Mivel az  $\bar{R}_0$  és  $\bar{R}$  nyalábok egymást részben átfedhetik, ha a fotolemezt a kristály hátlapjához túl közel helyezik el, ezért létezik egy minimális  $m_{\min}$  távolság, amelynél csak távolabb szabad a regisztáló lemezt rögzíteni. Értéke:

$$m_{\min} = \frac{1}{2f} \cdot \text{ctg } \theta_H \quad /31/$$

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

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

$$d_{\min} = \frac{f}{2 \cos^2 \theta_H} \cdot \frac{\Delta \lambda}{\lambda} \approx d_h \quad /32/$$

Cu- $K\alpha$  sugárzás és a használatos kísérleti elrendezés adataival az anomális transzmissziós technika horizontális feloldóképessége:

$$d_h \approx \frac{13 \mu}{\cos^2 \theta_H} \quad /33/$$

Ez az extinkciós technika 5-10  $\mu$ -os felbontásával összemérhető mennyiségnek tekinthető [121].

Ha a sugárforrás és a kristály közé pl. 50  $\mu$  átmérőjű réz drótból rácsszerű hálót helyezünk el, akkor a topogramon előtűnik az anomális transzmissziós technika jellegzetes leképeződési sajátossága, amennyiben a vertikális irányú drótok konturjai diffuz módon szétmosódnak, míg a vízszintes drótok képe éles marad. Ez a kristálymintában végbemenő energia-szóródás közvetlen igazolása, amely Borrmann-delta [25] néven ismeretes és amely a topogramok horizontális irányú képességét erősen befolyásolhatja. A hatás kvantitatíve is leírható, amelyhez magyarázó vázlatként a 24. ábra szolgál.

A horizontálisan L kiterjedésű beeső nyaláb egy tökéletes kristályon keresztül haladva a Borrmann-deltának megfelelően kiszélesedik. Ez az effektus abból keletkezik, hogy a beeső nyaláb divergenciája nagyobb, mint az anomálisan reflektált nyaláb  $\Delta\theta$  szögdiszperziója. Ennek következtében olyan hullámmezők keletkeznek, amelyek adott szögtartományban legyezőszerűen szétterjednek. Mivel a tényleges abszorpciós együttható  $\mu_H$  értékről  $\mu_H^2 / (1 - \epsilon)$  nagyságúra csökken le a diffraktáló rácssíkok mentén, szimmetrikus Laue-esetre a  $\Delta_B$  Borrmann-delta kisebb lesz  $2\theta_H$ -nál [10]. Ezért írható:

$$\Delta_B \cong 2 \arctg \left[ \left( \frac{2 \cdot \ln 2}{\mu_H t_0 \cdot \epsilon + 2 \cdot \ln 2} \right)^{\frac{1}{2}} \cdot \operatorname{tg} \theta_H \right] \quad /34/$$

Feltételezve, hogy a kristályban lévő hiba D átmérőjű térfogatra terjed ki, amely térfogaton belül a hullámmező szóródik, emiatt a hiba árnyékot vet a fotolemezre, amelynek horizontális W szélessége az alábbiak szerint határozható meg:

$$W = 2 \cdot t_z \cdot \left( \frac{2 \cdot \ln 2}{\mu_H t_0 \cdot \epsilon + 2 \cdot \ln 2} \right)^{\frac{1}{2}} \cdot \operatorname{tg} \theta_H + D \quad /35/$$

ahol  $t_z$  a sugár uthossza a kristály belsejében lévő diszlokációtól a kilépő felületig a 24.ábrának megfelelően. Az ábrából még az is kivehető, hogy a hiba  $W$  méretű képe két részből tevődik össze, és pedig a  $Q \lesssim D$  intenzív és a  $/W-Q/$  diffúz zónából.  $Q$  értéke a könnyen áttekinthető geometria szerint  $\Delta_B$  és  $t_z$  függvénye. Emlékeztetnünk kell arra, hogy ez a jelenség csupán a horizontális felbontással kapcsolatos és olyan diszlokációra vonatkozik, amely a vertikális iránnyal párhuzamosan helyezkedik el a kristálytér fogaton belül. A 24.ábrából szembetűnően megmutatkozik, hogyha  $L > L_D$ , akkor a beeső nyaláb nem hat a divergenciára. Ha viszont  $L < L_D$ , akkor a felbontás  $L$  méretétől függ; a Borrmann-delta befolyása a horizontális felbontóképességre jelentékenyen csökkenhet, ha a nyaláb  $L$  szélessége és a diszlokáció által torzított tér  $D$  átmérője összemérhető egymással. A 24.ábra szögviszonyai eltulzottak a jobb szemléltetés végett, a leírt esetben  $L=0,6$  mm volt, ami lényegesen nagyobb, mint az  $L_D$  nyalábrész kiterjedése. Ujabb rések alkalmazásával a nyaláb vertikális vagy horizontális szélességét tovább lehet csökkenteni a feloldóképesség kívánt mértékű javítása céljából.

Egy diszlokáció felismerhetőségének határesetete a /35/ összefüggés felhasználásával az alábbiak szerint függ össze a  $D$  mérettel:

$$D \ll 2t'_z \cdot \left( \frac{2 \cdot \ln 2}{\mu_0 \cdot \epsilon_0 \cdot E + 2 \ln 2} \right)^{\frac{1}{2}} \quad /36/$$

Ez esetben a diszlokáció  $W$  képe a topogramon belevész a háttér szórt-intenzitás szintjébe, konturjai elkenődnek, észlelhetlenné válik.

## 9. Röntgentopogramok értékelése

### 9.1 Kontraszt-kritérium

A topogramok nagy érzékenységgel két kristálytulajdonságot mutatnak ki:

- a/ helyi változásokat a rácsszerkezet atomsorainak egymásutánjában, az ún. rácrendben, és
- b/ helyi változásokat a kristály legkisebb koherens rácstérfo-gatainak irányitottságában.

A kristály ideális rácrendjéhez képest tehát lokális, pontról-pontra történő változásokat lehet regisztrálni, amelyek ugy válnak kimutathatóvá, hogy a hibás kristályzóna röntgen reflexi-ós képessége két nagyságrenddel tér el a kristály perfekt részé- nek: a mátrixnak a reflektálóképességétől. A topogramok a szub- szemcsék orientációbeli változásaira még érzékenyebbek. Annymira, hogy a rác-síksorok egymáshoz képest ívmásodpercnyi eltérülé- sét, nem kevesebb, mint kétezer méteres görbületi sugaru kihaj- lás mentén már észlelni lehet. Ez a különlegesen nagy orien- táció-szenzibilitás egyben hátrányos is, ha nagyterületű kris- tályszeletről kell topogramot készíteni, amint erre a SOT-tech- nika ismertetése kapcsán már rámutattunk.

A röntgen topogramokat egyébként a kontraszt-kritériumok alap- ján lehet értékelni [79]. A különféle Bragg-reflexiók esetén különbözőképpen regisztrált kontrasztok tűnnek elő a képeken bizonyos kristályrác-hibák következtében. A hibák analízisé- hez sok esetben célszerű meghatározni az ún. hibavektort

/Burgers-vektort/, amelynek jele:  $\vec{b}$ . Iránya topográfiai uton akkor adódik könnyűszerrel, ha olyan a beállítás, hogy a fontosabb Bragg-reflexiókat a reflektáló síksorra merőlegesen lehet regisztrálni. A viszonyokat a kontraszt-kritérium alkalmazásával írhatjuk le. Eszerint az alábbi skaláris szorzat eredménye a két szélső helyzetben:

$$/ \vec{g} \cdot \vec{b} / = 0, \text{ minimális kontraszt esetén} \quad /37.a/$$

$$/ \vec{g} \cdot \vec{b} / = 1, \text{ maximális kontraszt esetén} \quad /37.b/$$

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

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

A Burgers-vektorra merőleges rácssíkokat a diszlokáció erősen torzítja,  $\vec{g}_2 \parallel \vec{b}$  helyzet áll elő, miáltal a reflexió a /37.b/ kritériumnak tesz eleget; a vizsgált  $\vec{g}_2$  irányból az éldiszlokáció a legnagyobb mértékben látható lesz. A rácssík távolságok helyi változásai ugyanis a röntgen sugárzás inkoherens



szóródását idézik elő, a minta kérdéses térfogatrésze mozaik-kristályként viselkedik. A diszlokáció szétszórja az intenzív röntgennyalábót, maximális kontraszt keletkezik.

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

Kontrasztot előidéző Pendellösung-csikok is gyakran megjelennek a topogramokon. Keletkezésüket a 6.2 fejezetben értelmeztük. Láthatóságuk foka a rácstökéletesség helyi állapotának szintén kvalitatív mutatója, a csikok számából pedig a minta lokális vastagságának kvantitatív mértékszámára lehet következtetni. Éppen olyan jól, mintha bármely mechanikai /letapogató/ mérő-eszközzel dolgoztunk volna. Itt azonban nincs szükség a próbatesttel való érintkezésvételre, amely deformációt okozhat.

## 9.2 Direkt és dinamikus képek értelmezése

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

A dinamikus kép a diszlokációtól távolabb eső enyhébb torzulásokból keletkezik. Az ilyen gyengébb torzulások főleg azáltal hatnak, hogy a koherensen reflektálódó sugarak újrendeződését idézik elő a kristály kilépő /hátsó/ felületén. A dinamikus kép diffuz; a direkt kép intenzív és jól lokalizálható, feltéve persze, hogy a  $\mu_0 \cdot t_0$  szorzat nem sokkal haladja túl az egységet. A minta vastagságok tartományát, amelyben intenzív, lokalizált diszlokációs direkt képek kaphatók, szélesíteni lehet nagyobb áthatoló képességű sugárzással, amilyen pl. a  $WK_\alpha [80]$ , de az általunk alkalmazott felvételeken a  $\mu_0 \cdot t_0 \cong 1$  feltétel  $AgK\alpha$  sugárzásra is megfelelően teljesült. Az intenzív direkt képeknek nincs analóg megfelelőjük az elektronmikroszkópiában. Ezek a képek azért keletkeznek, mert a kristály által keltett Bragg-reflexiók szögtartománya /szóródása/ csak egy kis hányada a beeső nyaláb divergenciájának. Ezért a mizorientált "mozaik" régió, a perfekt mátrixtól függetlenül reflektálódva, a beeső sugárzás sokkal nagyobb hányadát képes diffraktált nyalábként elhajlítani, mint a tökéletes mátrix. Intenzív járulékos diffrakció nem alakulhat ki addig, amíg a torzult régió ki nem fordul a reflexiós szögtartományból úgy, hogy még "látni" tudja a röntgenszögből érkező divergens nyaláb felhasználatlan részét. Így azt várjuk, hogy a direkt kép intenzitása élesen a háttér szintje fölé emelkedik, amely szint egyébként a perfekt kristályrész reflexiójának felel meg. Ez csak annyira van közel a diszlokációhoz, hogy az elhajlító komponens hatására a reflexiós szög /legfeljebb/ azt az értéket éri el, amely kb. egyenlő a perfekt kristály reflexiós görbéje: a rocking-curve szög-szélességével. Pl. ha egy tiszta csavardiszlokációval, amelynek Burgers vektora  $\bar{b}$ , párhuzamos a  $\bar{g}$  reciprok rácsvektor, azt várhatjuk, hogy a W képszélesség fordítottan arányos  $2\Delta\theta_H$ -val;

a perfekt kristály reflexiók görbe maximuma fél-magasságában mért szélességgel /transzmissziós esetben/ az alábbi egyenlet szerint:

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

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

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

$$\frac{b}{d_H} = \sin \Delta\theta_H \approx \Delta\theta_H \quad /39/$$

ahol  $\Delta\theta_H$  a dőlési szög, a diszlokációk direkt képének szélessége az összes irányban kielégítően magyarázható. A minta kihegyesedő élének torzulása miatt nehéz dolog megbecsülni azt a legkisebb vastagságot, amelynél a diszlokációs kontraszt már megmutatkozik, de úgy  $2 \mu$  körülnek tartja a szakirodalom [88], és így belül van azon a tartományon, amelyben a diszlokációk tanulmányozására a mintegy 300 kV-on üzemelő elektronmikroszkóp révén eddig mód nyílt [53]. Az egyes észlelési technikákhoz alkalmazható mintavastagságok közt így megvalósul a folyamatos átmenet.

A 26.a ábrán bemutatott topogram  $\text{Co-K}\alpha$  sugárzással  $\text{Fe}+3,5 \%$  Si ötvözetű anyagról készült; a próba  $/110/$  felületére merőlegesen fekvő, közelítően tiszta éldiszlokációs sort szemléltet. A  $25 \mu$  vastag szeletke  $/1\bar{1}0/$  síksoráról reflektálódott a kép, a diszlokációs sor Burgers vektora itt:  $\frac{1}{2} [\bar{1}11]$ . A diszlokációk átlagos távolsága egymástól  $4 \mu$  körül van, de világosan kivehetők egymástól  $3 \mu$ -nyira lévő egyedek is. A 26.b ábra a kristály hátsó /kimenő/ felületének maratási gödör-eloszlását mutatja, amely a 26.a topogrammal azonos felületre vonatkozik. A diszlokációk a sorban az  $[\bar{1}11]$ -el párhuzamos Burgers vektorokkal rendelkeznek, amelyek durva közelítéssel az  $/\bar{1}11/$  síkban fekszenek. Ennek a  $\text{CoK}\alpha$ -topogramnak a finomabb látszólagos szemcsézettsége és jobb felbontása nyilvánvaló, ha összehasonlítjuk  $\text{AgK}\alpha$ -sugárzással készített topogramokkal: ez utóbbiaknál kb.  $5 \mu$ -nyira kell szétválasztódnia az egyedi diszlokációknak ahhoz, hogy felbontásukat elérhessük.

Az 1:1 arányu megfelelést a diszlokációs helyekként értelmezett maratósi gödrök és a diszlokációk röntgentopográfiai leképeződései között különböző nem-fémes anyagokra már bebizonyították. Így Si-ra Newkirk [104], Ge-ra Bonse [18] és LiF-ra szintén Newkirk [105], ezek laboratóriumban előállított maratósi gödrökkel végezték az összehasonlítást, míg Lang [85] gyémántra a természetben előforduló gödrök esetében végzett vizsgálatot. Nincs okunk arra, hogy kételkedjünk benne: fémek esetében is érvényes az egymásnak megfelelés jól maratótt gödrök és a topogramok között, de néhány tiszta fémen, pl. Cu-n a Livingston [91] által végzett vizsgálat azt mutatta, hogy világosan értékelhető képeket csak akkor kapunk, ha a kristály valamely alacsony indexű síkra, a síkhoz képest  $2-3^{\circ}$ -on belül van orientálva.

Végül át kellene tekintenünk a diszlokációk dinamikus képét és felhasználhatóságukat a Burgers-vektorok értelmének meghatározásában [51]. Alkalmos elméleteket legújabbban fejlesztettek ki a Bragg-reflexióban résztvevő röntgensugarak trajektóriáinak kiszámítására torzult kristályokban /Penning-Polder [107], Kato [71] /. Azt találták, hogyha a Bragg-helyzetű síkok kigömbülnek úgy, hogy a beeső nyaláb irányával bezárt szögük kissé módosul és ha ez nem túl gyorsan változik a kristályon belüli mélységgel /uthosszal/, akkor maga a röntgen energia egy görbült ut mentén fog "folyni". A sugárzás elgömbülése mentén azok a röntgennyalábok a legélesebbek, amelyek helyileg egzakt pontossággal kielégítik a Bragg-feltételt. A dinamikus röntgenképek értelmezésével részletesebben Battermann-Cole [10] tanulmánya foglalkozik.

Ha a röntgenabszorpció kicsi, akkor a  $\sqrt{g} \cdot \bar{b}$  szorzat egyben a feszültség észszerű mértékére is utal a direkt képen. A nagy röntgen-abszorpciójú tartományban a dinamikus kép válik fontossá és a direkt leképeződés kontrasztja elenyészik. A Burgers-vektor identifikálás a különböző reflexiók esetében jelentkező diszlokációs kontraszt gondos tanulmányozását igényli, beleértve a  $/hkl/$  és  $/hkl/$  képek közötti kontraszt differenciát is. A diszlokációs feszültségmezőknek a felület, vagy más diszlokációk közelsége okozta módosulása gyakran szembe-tűnően befolyásolja a diszlokáció láthatóságát. A Burgers vektorok azonosításához figyelembe kell venni egy sor topogramon mind a direkt, mind a dinamikai elmélet szerint interpretálható evidenciákat /Yoshimatsu [140].

### 9.3 Egymáshoz kis szöggel hajló szubtartományok képe

A röntgen transzmissziós topogramok világosan szemléltetik a kisszögű határok konfigurációját, mivel a kisszög-határu elemrészletek orientációját a topogramok egyszerű méréséből ki lehet olvasni. A határfelületek nem mutatnak nyilvánvaló hajlomot arra, hogy az alacsony indexű krisztallográfiai síkokkal párhuzamosan feküdjenek, a szubszemcsék alakja is teljesen véletlennek látszik és az általunk vizsgált kristályszerkezetek sem mutattak valamiféle rendszeres különbséget a metszet közepén vagy a perifériáján található szubszemcsék méretei között. Megfigyelték a kisszögű határok széles tartományban történő feszültségváltozását; egy adott kisszögű határ hossza mentén is jelentősen változhat a feszültség.

A 27. ábra közvetlenül mutatja, hogyan osztódik fel blokkokra vagy szubszemcsékre a kristály, amelynek anyaga:  $\text{Fe}+3,5\% \text{ Si}$ . A közöttük lévő falak általában vastag sötét vonalakként mutatkoznak. ( $\text{AgK}\alpha$  sugárzás, /200/ reflexió). A szubszemcsék relativ eltérése /mizorientációja/ miatt nehézkes a minta nagy területeiről azonos intenzitású reflexiót felvenni egyetlen topogramon, különösen akkor, ha a primér nyaláb divergenciáját alacsony /kevesebb mint 2 szögperc/ értéken tartjuk. Ekkor ugyanis a kristály egyedi részei nem tudják egyidejűleg reflektálni a  $\text{K}\alpha$  vonalpár  $\alpha_1$  és  $\alpha_2$  komponenseit. Fehér terület mutatkozik a 27. ábra bal oldalán. Látható tehát olyan zóna, amely határos a fő szubszemcsével, de kifordult a Bragg-reflexió helyzetéből. Adott esetben a szomszédos szubszemcsék közül az egyik a  $\text{K}\alpha_1$ , a másik a  $\text{K}\alpha_2$ -höz tartozó vonalat reflektálhatja; képek egymáshoz képest néhány mikronnyira eltolódnak a topogramon.

Két szubtartomány relativ orientációjának teljes meghatározása végett egymáshoz való kölcsönös hajlásukat a mintában három, nem egy síkban fekvő tengely körül kell megmérni. A goniométer szögbeállítása révén egyik vagy másik szubszemcséről Bragg-reflexió csúcsot kaphatunk, a két csúcs közti differencia az eltérésnek csak az adott goniométer-tengely körüli komponensét indikálja. A kísérleteknél általában nem tervezik a kristálybeállítás szögeinek egzakt bemérését. Ezért, hogy minél több szubszemcse váljék láthatóvá minden egyes topogramon, a beeső nyalábot nem kollimálják annyira szigorúan, mint ami szükséges lenne a  $\text{K}\alpha_1$  és  $\text{K}\alpha_2$  hullámhosszaitól származó egyidejű reflexiók megakadályozásához. Célszerű azokat a direkt és indirekt utakat követni, amelyek által a kisszögű határok

szerkezete analizálható a topógramon lévő diffrakciós kontraszt tanulmányozása alapján.

A legegyszerűbb helyzet akkor áll elő, ha a kisszőgű határ hajlása elég enyhe ahhoz, hogy az őt űsszetevő diszlokációk egyedileg felbonthatók legyenek. A határdiszlokációk sűrűsége, iránya és Burgers vektorai közvetlen megfigyeléssel így meghatározhatók. Az analízis ezen módszerével Fe-ban  $\text{CoK}\alpha$  sugárzás mellett  $17''$ ,  $\text{AgK}\alpha$  sugárzás esetén  $10''$  szöghajlás különbséget lehetett megkülönböztetni /mint minimális mizorientációt/, amely 3, ill. 5  $\mu$  diszlokációs távolságoknak felel meg.

A kisszőgű határ maximális topográfiai kontrasztja általában akkor fordul elő, amikor az őt alkotó diszlokációk direkt képei összemosódnak. Ha a mizorientáció ennél még nagyobb, akkor a rácstorzulás okozta járulékos diffraktált intenzitás csökken. Elhanyagolhatóvá akkor válik, ha a diszlokációs távolság, amely a torzult zóna mértékét a határ mindkét oldalán meghatározza, az extinkciós uthossz mintegy 5%-ának megfelelő értékre esik le. Ennek megfelelő dőlési szögek  $1'20''$   $\text{AgK}\alpha$ -, és  $3'$   $\text{CoK}\alpha$ -sugárzás esetére. Az intenzitás fokozódásának becslése itt bonyolult, a Pendellösung csik-rendszernek a szöghatáron való megjelenése miatt. Ha a szomszédos szubszemcsék egymástól függetlenül reflektálnak, akkor az egyes tartományok kihegyesedő részeinek intenzitás képei mégis egymásra szuperponálódnak. Olyan esetekben, ahol a röntgen-abszorpció jelentékeny és a goniométer-tengely körüli mizorientációs komponens elég kicsi, a röntgensugarak áthaladása közben a szubszemcsék egymást átlapoló részein keresztül mindegyikük reflektálni fog; a Borrmann-effektusnak ez olyan következménye, hogy kontraszt-különbség jelenik meg a



topogramon a vonatkozó kisszögű határ /hkl/ és /hkl/ reflexiók képei között. Ennek alapján meghatározhatjuk nemcsak az eltérés komponensének irányát, hanem az ismert irányu vektor értelmét is [98].

## 10. Topográfiai módszerek alkalmazásának

### területei

Az eddig tárgyalt fejezetek is már nyilvánvalóvá teszik, a továbbiakban még több adattal kívánjuk bizonyítani: a röntgen-topográfiai módszerek nemcsak a fundamentális kutatások szempontjából fontosak; a kristályhibák roncsolásmentes felismeréséhez, regisztrálásához egyre jelentősebb technológiai érdek is fűződik. A következőkben áttekintjük, hogy a felsorolt célkitűzések realizálására az egyes topográfiai metodikák mennyire használhatók, milyen területeken bizonyult alkalmazásuk eredményesnek.

Jegyzet. A leggyakrabban előforduló metodikákat ebben a fejezetben a következő képpen rövidítjük:

BB... Berg-Barrett reflexiók technika

LM... Lang-metodika

AT... Anomális transzmisszió /Borrmann-Schwuttke eljárás/

KK... Kétkristályos divergens nyaláb-technika

### 10.1 Diszlokációk és egyéb rácshibák kimutatása

Láttuk, hogy a különböző röntgentopográfiai technikák nagyon érzékenyek a rácstorzulásokra közelítően perfekt egykristályokban. A topogramok értékelésével foglalkozva az is kitűnik, hogy

a zónák torzulása az okok széles skálájával magyarázható. Ide értjük a szorosan vett krisztallográfiai hibákon /vakancia, diszlokáció, stb./ kívül a kémiai szennyezők, dopoló anyagok nem-homogén eloszlását és a második fázisként kialakuló precipitátumokat is. Ezek az eljárások nemcsak a torzult rácstér-fogat-részek jelenlétének és helyének megállapítására alkalmasak, hanem a maximális torzulási gradiens irányának meghatározására is. Identifikálható továbbá, vajon él- vagy csavar-diszlokáció van-e a topogramon, milyen irányu és értelmű a Burgers-vektora. Legújában észlelni tudták a vakancia-koaguláció [44] és inverziós ikresedés [7] jellegzetes krisztallográfiai vonásait is. Ez utóbbi vizsgálatot berillium-oxid egykristályokon végezték. De sikeresen mutattak ki rácshibákat, diszlokációkat lithiumfluoridban [82], gyémántban [85], Si-ban [40, 123], Ge-ban [128, 133, 136], Al-ban [87], galliumban [95], vas-szilícium ötvözetekben [88], indium-antimonidban [101], gallium-arsenidban [108], cinkben [4, 116], [117], ADP-ben /ammónium-dihidrogénfoszfát [141] / és kadmium-szulfid kristályokban [37]. Az MTA Műszaki Fizikai Kutató Intézetében először sikerült olyan ZnS egykristályok előállítására, amelyek diszlokációs strukturája topográfiaileg regisztrálható volt.

Az olvasztással növesztett kristályokban a megfigyelt rácshiba-konfigurációkból a diszlokációs mozgások komplex történetére következtethetünk a kristály lehűlésének függvényében. Si [65] és LiF a magas hőmérsékletű csuszás evidenciáit mutatta: sok nagy hurkot találtak, ahol a hurkok síkja nem volt alacsony indexű. Tiszta Al huzás-lágyítással növesztett kristályaiban a diszlokációs képek meglepő vonása volt a koaxiális hurkok egész sorozatainak gyakori előfordulása [82]. A hurkok ten-

gelye mindig  $[110]$  irányúnak bizonyult és Burgers vektorai is ugyanebben az irányban helyezkedtek el. A hurok-átmérők nagyságrendje a láthatóság küszöb-értékétől:  $1 \mu$ -tól fel egészen  $50 \mu$ -ig terjedt. Megfigyelték, hogy  $20$  ivmp-ig terjedően hajló LiF szubhatárokon az egyedi diszlokációk egymástól még éppen valamivel  $3 \mu$  távolság alatt vannak, az elkülöníthetőség határesetében. Az  $5$  ivmp körüli kisszögű határokkal rendelkező LiF diszlokációi nem sorakoznak egymásra szabályosan; elrendezésük javul, ha a szögeltérés nő és a diszlokációk egymáshoz szorosabban záródnak. Si-ban kimutattak "stair-rod" /lépcsőfokokra emlékeztető alakú/ diszlokációkat is  $[112]$ , amelyek környezetében szivárgási tuláramok fordultak elő.

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

Olvasztással kristályosított cinkben is sikerült BB technikával gyűrű és spirális alakú diszlokációkat kimutatni  $[117]$ . Megállapították, hogy egy-egy idegen részecske-zárvány volt a "lehoronyzott" Frank-Read diszlokációképző mechanizmus forrása.

A diszlokációkat annál könnyebben lehetett észlelni, mennél alacsonyabb volt a vizsgált anyag rendszáma és abszorpciók együtthatója, mennél kisebb a duktilitása és nyilvánvalóan mennél távolabb estek egymástól az egyes diszlokációk által megzavart rácstérfogatok, azaz mennél kisebb volt a diszlokáció-sűrűség [116]. Megjegyezzük még, hogy a határsűrűség szekciós topográfia esetén felmehet  $10^6 \sim 10^7$  diszlokációra  $\text{cm}^2$ -enként és ennél valamivel többre precipitátumok esetében [82].

### 10.2 Precipitátumok, szennyeződések és diffúzióval bevitt idegen anyagok hatásának detektálása

Ezeknek a hibáknak a szerepét behatóan tanulmányozták a kristálynövesztés, a diszlokációk keletkezési folyamata alatt és után. Megfigyelték a diszlokációknak, mint magképződési centrumoknak a hatását is precipitátumokra. A diszlokációkat tulajdonképpen Cu-atomok bediffundáltatása révén, az ún. dekorálás által is láthatóvá lehetett tenni. Ilyen vizsgálatokat és ezek topográfiai ellenőrzését végezték el gyémánt és kalcit természetes kristályokon, valamint kvarcokon [84]. Erősen szennyezett /dopolt/ germániumban, amely "celluláris növekedést" mutató körülmények között szilárdult meg, a szennyezés cellái detektálhatók voltak mind abszorpciók, mind pedig diffrakciós kontrasztal. Ilyen esetekben gyakran fordul elő szegregáció is; ilyenkor a szegregált fázis körül kialakuló torzult mező és diszlokációs eloszlás jól tanulmányozható [82]. Kikuta és Kohra [73] KK eljárással, Cu-K $\alpha$  sugárzás és /511/ /333/ reflexiók felhasználásával mérték a szennyező atomok hatását eredetileg diszlokáció mentes Si-egy kristályok diffrakciós görbéire, meg-

határozták a vonalak félértékszélességét és a reflexiócsökkenés százalékát a szennyező atom-koncentráció függvényében. Juleff és Lapierre [68] bór diffúziójával keltett imperfekciók hatását vizsgálták BB technikával Si-waferekben. Blech, Meieran és Sello [17] is megfigyelte diszlokációk keletkezését bórral diffundáltatott zónákon kívül a Si felszíni rétegeiben. Lényegében az L-metodikára emlékeztető szekciós eljárással dolgoztak. A Si egykristályt dopoló arzén ill. oxigén szennyező hatását is megfigyelték KK-technikával [74], amennyiben a torzult rács-síkok lokális távolság- és irányváltozásait észlelték; egyidejűleg összehasonlító vizsgálatokra is sor került az LM és rocking curve felvételi módszerek között. Konkrét hibaformákra figyelt fel Fairfield és Schwuttke [46], amennyiben Si-diódák tipikus gyártási eljárása folyamán bevitt kristallográfiai imperfekciók hatását irták le, nevezetesen megállapították: foszfor és bór bediffundáltatása céljából a wafereket hőhatásnak teszik ki, amely elősegíti a diszlokációs sávok keletkezését, ez viszont befolyásolja a diódák záróáram-karakterisztikáját. A diffúzióval előállított diódák keresztmetszeti geometriájának vázlatos képét szemlélteti a 28. ábra. A szerzők statisztikai és közvetett összefüggést mutattak ki az eszközgyártás minősége és a kristályrácshibák közt. Schwuttke és Rupprecht [125] a diffúzió által bevitt defektusok hatását gallium-arzenidban is vizsgálat tárgyává tette ugyancsak röntgentopográfiai módszerrel. Más publikációban [47] korrelációba hozzák a röntgentopogramokon észlelt kontrasztokat a különbözőképpen diffundált területek arany-koncentrációjával. Bemutatják az összetett alakzat javasolt mechanizmusának röntgen-evidenciáit és az összetettség hatását a diódák karakterisztikájára.

Foszfórral diffundált Si-ban ugyanis precipitációs nyomok mutatkoztak, különösen a rákövetkező Au-diffúzió után. A komplex alakzat felelős ezért a látszólag nagyfokú Au oldékonyságért a P-diffúzióknak kitett felületeken és ez potenciálisan rontja a dióda záróáram-karakterisztikáját. Gyorpan kapcsoló elemeknél van ennek különös fontossága. A megfigyeléseket egyébként autoradiografiás vizsgálattal is alátámasztották. Az Au Si-ba való diffúziójának effektusát már ezelőtt is kutatták [30]. Iizuka [62] kiderítette, hogy e folyamatnak intersticiális-szubsztitúciós mechanizmusa van. Cu és Ni bevitelével oxigénmentes kristályokba hamarabb alakulnak ki diszlokációs hurkok, mint Au bediffundáltatása esetén. Az arany egyébként minden más dopoló előzetes bevitele nélkül is képes Si egykristályokban diszlokációs hurkok kialakítására. A hurkok hibastruktúrájának olyan részleteit mutatta ki röntgen-topográfiai uton, amelyek eddig sem réz-dekorációval, sem maratási technikával nem voltak tisztázhatók. Mohr [102] szintén LM-technikával dolgozott és az antimonnal erősen dopolt Si-egy-kristályok rácshibáinak röntgen-bizonyítékait sorakoztatja fel. AT-módszerrel hajtotta végre röntgen-vizsgálatait Maruyama [94], aki germánium egykristályokban vizsgálta a Sb és As diffúziójának hatását a diszlokációsűrűség változására, ami a dopolás következtében  $<10^2$ -ről  $2 \cdot 10^5/\text{cm}^2$ -re növekedett meg. Egyidejűleg  $\gamma$ -besugárzásnak is kitette a Ge-kristályokat és meghatározta a  $\mu'$  anomális és a  $\mu_0$  átlagos térbeli abszorpciók együttható arányát a besugárzás előtt ill. után. Részletekbe menő oknyomozó tanulmányban foglalta össze Meieran és Lemons [100] extinkciós kontraszton alapuló topográfiai vizsgálatait. Megállapították: a különböző felületi kezelések különbözőképpen hatnak a diszlokációs alakzatokra, egyébként azonos

Si-waferekben. Hasonló eredményekre jutott Jäger munkatársai-  
val [63], aki a diffúzió keltette diszlokációkat a  $\text{SiO}_2$ -ablak-  
forma függvényében vizsgálta. A szándékosan bevitt /doholó/  
szennyezők különböző mennyiségben különböző mérvű kontrasztot  
idéznek elő a topogramokon, és pedig: a kontraszt nő a szennye-  
zők koncentrációjának emelkedésével.

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

### 10.3 Feszültség okozta rácstorzulások, diszlokáció-mozgások megfigyelése

Olyan kovalens kristályokban, mint amilyen a Ge és a Si, a  
Peierls-akadály döntő szerepet játszik a diszlokáció mozgások-  
kal szembeni ellenállás tekintetében. Ezekben az anyagokban  
olyan komplexumok vannak, amelyek más imperfekciókkal való  
kölsönhatás révén /mint amilyenek a hosszú diszlokációk és a  
szennyező atomok/ szabályozzák a diszlokációk mozgását. Ge-ban

és Si-ban a diszlokációs mozgás kísérleti tanulmányozása viszonylag ideális körülmények között volt elvégezhető és a nyert eredmények világos analizise is lehetségessé vált. Az eredmények több vonatkozásban alapul szolgálhatnak más anyagokon végzett hasonló studiumok céljára.

Chaudhuri és munkatársai [36], Stein és Low maratási gödör-technikáját [129] használva, összefüggést találtak a diszlokációs sebesség és az alkalmazott feszültség között a hőmérséklet függvényében Ge, Si és InSb esetében. Kabler [69] később Ge-ban ugyanezt az összefüggést tanulmányozta Johnston és Gilman [67] maratási gödör-módszerével, amelyet először LiF-ra fejlesztettek ki.

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

- 1./ A diszlokációk hajlékony hurokhoz hasonlóan viselkednek és
- 2./ egy könyök /kink/ kialakulása és tovaterjedése a diszlokációs vonal mentén előforduló imperfekciók (szennyezők vagy lépcsők /steps/) jelenléte által korlátozódik.

Mivel ez a fenomenológikus elmélet magábafoglal néhány ismeretlen fizikai paramétert, az alapvető mennyiségek, amilyen a Peierls-energia, a könyökhajlás /kink/ stb. nem határozható meg közvetlenül Kabler eredményeinek analizise által. E paraméterekre, alkalmas értékeket feltételezve, a diszlokációs sebesség és alkalmazott feszültség viszonylatában meglehetősen jó egyezést nyertek Kabler eredményeivel. Az alapvető



mennyiségekre vonatkozó értékek azonban nem szükségképpen egyeznek az elméletileg előre megjósolt adatokkal. Figyelembe véve a célkitűzést, Suzuki és Kojima [130] vizsgálta az elmélet érvényességét, ugyanis Kabler mérései nem látszottak kielégítőnek, tekintettel az általa alkalmazott szűk feszültségtartományra.

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

A kísérletek során a próbatesteket először Instron-gépen konstans mozgó befogó-sebességgel egy bizonyos terhelés alatt hajlították és azután leterhelték; így lett LM szerint röntgen-megfigyelés alá vetve. EGYMÁS UTÁN 4-5 Lang-topogram készült sorozatban egy próbatestről; mindegyik felvétel egy-egy feszültségciklus után került regisztrálásra. A /202/ sík diffrakciójához  $AgK_{\alpha 1}$  sugárzást használtak. Megállapítást nyert, a Si plasztikusan csak egy bizonyos magasabb hőfok felett deformálódik, amely hőfok az alakítás sebességétől függ. A röntgen megfigyeléseket a leterhelés után szobahőfokon végezték, feltételezve /miként a maratási gödör-kísérleteknél/, hogy a diszlokációk, amelyek magasabb hőfokon külső terhelés hatására elmozdultak, gyors lehűtés következtében visszatarthatók, azaz befagyaszthatók.

Ezek a diszlokáció-mozgékonyosságra vonatkozó vizsgálatok tehát mégis kvázi-statikusként tekinthetők. Mint technikai érdekességet említjük meg McMaster és Battema [96] ötletét, akik olyan televíziós /vidikon/ csövet irtak le, amely feltehetően elég érzékeny lesz a röntgen sugárzás regisztrálására is, miáltal közel perfekt kristályokban lehet majd a diszlokációk dinamikus viselkedését - in statu nascendi - tanulmányozni.

Hart [50] kitűnő kristályszeletke hajlító készüléket közölt, amely rugalmas deformáció közben is lehetővé teszi topográfiai felvételek készítését. Ismertette az izotróp elaszticitás közelítő képletét is, amely a felvétel helyén a deformáció nagyságára érvényes. Egyébként ő is Si-szeletkéket használt,  $MoK_{\alpha 1}$ -sugárzással és /220/ reflexiók alkalmazásával. A szekciós LM-topogramokon Pendellősung-csík nagy számban fordultak elő.

Ezek keletkezését a röntgendiffrakció dinamikai elmélete szerint a Kato [70] által kiegészített formában, a gömbhullámok effektusát is figyelembevéve Hart [49] sikeresen értelmezte. Eszerint a csikok egymástól való távolsága csökken, amikor a deformáció nő, ha a kristályszelet vastagsága egyébként végig állandó. A csikok képződésénél az interferencia rendszáma a növekvő deformációval megnő.

Az LM-röntgentopográfia kitűnő roncsolásmentes eszköznek bizonyult a kristályokban lévő feszültségmezők /Chikawa [37] / és rácstorzulások /Hunter [61] / megfigyelésére. Ando és Kato [2] eredetileg minden rácshibától mented Si-korongot nyomott meg szimmetrikusan két oldalról ék-alaku blokkokkal. LM-szekciós topográfiát és AgK  $\alpha$ -sugárzást alkalmazva, a kontraszt-változásokból következtettek a rugalmas feszültségmezők, zónák alakjára és nagyságára. Eljárásuk a fotoelasztikus optikai méréssel látszik analógnak.

MacCrone [93] BB-röntgentechnikával végzett vizsgálatokat huzott Al-egykristályokon és sikerült kimutatnia a befogás okozta plasztikus alakváltozás következtében előálló diszlokációs alakzatokat.

Kiderítette, hogy a diszlokációk eloszlása a próbatest hossza mentén erősen inhomogén, tehát nemcsak a befogások környezetében, amiről eddig úgy tudtuk, hogy a diszlokáció mozgásának indító effektusa. BB-technikával tanulmányozta Burns és Webb [32] azokat a diszlokációs elrendeződéseket LiF-ban, amelyek a /010/ síkok mentén bekövetkező hasadási törések tovaterjedése közben alakultak ki. Eredményeiket maratási gödör-módszerrel is ellen-

őrizték. Legujabban Weissmann és Kalman [138] az AT-metodikát kombinálta divergens röntgennyaláb-módszerrel abból a célból, hogy a szinkronban mozgatott próbával működő pásztázó /scanning/ technika alkalmas legyen Ge, Cu és W egykristályok deformációjával együttjáró rácstorzulások tanulmányozására. Ilyen módon duktilis és rideg kristályok viselkedése egyaránt követhető.

Közel tökéletes Si-lapok felszínére felvitt vékony oxid-, vagy fémréteg határzónáiban röntgentopográfias módszerekkel feszültség mutatható ki. Gőzben oxidált Si szelekték esetében LM-eljárással szokatlanul erős kontrasztot figyeltek meg az oxidréteg szélein /Meieran és Blech [99]/; felteszik, hogy ennek oka a felületi rácstorzulás lehet. Kontrasztok keletkeztek nemcsak extinkciós, hanem Borrmann-effektus alapján is. Észleléseiket azzal magyarázták, hogy közvetlenül az oxidréteg széle alatti szubsztrátum-zónák a kristály zöméhez képest elhajlottak. Ezért erősebben diffraktáltak, mint a tökéletes kristály-régiók. Haruta és Spencer [52] úgy véli, hogy az intenzitás felerősödése arányos a feszültség-gradienssel, amelynek az oxidréteg szegélye alatt van éppen maximuma. A torzult zónából diffraktált intenzitást Blech és Meieran [16] legujabban a lineáris elasztikus elmélet alapján ki is számította és azt jól összemérhetőnek találta a mért értékekkel. Kimutatták még azt is, hogy ez az intenzitás függ a réteg vastagságától, a szubsztrátum és a vékonyréteg összetételétől, továbbá a bennük lévő feszültség előjelétől /huzó- vagy nyomfeszültség-e/ és egy geometriai tényezőtől, amely a vékonyréteg diszkontinuitásának irányával függ össze a diffrakciós síksor helyzetére vonatkoztatva. Ugyanezek a szerzők [15] egy másik közleményben rámutatnak, hogy nagy hő-

mérsékleten felvett topogramokkal követni lehet a feszültségek eltűnését, illetve a húzófeszültség nyomófeszültségbe való átalakulását és viszont. Utalnak arra, hogy a feszültségek jelentős hányadát a szubsztrátum ill. a vékonyréteg hőtágulási együtthatója közötti különbség idézi elő, mivel a párologtatás magas temperaturájáról lehűtve a két anyagrészt termikus hatásra egymástól eltérő módon zsugorodik.

#### 10.4 Roncsolt rétegek vastagságának mérése

Saccoccio és McKeown [114] dolgozatából tudjuk, hogy pl. a fűrészelés vagy polírozás okozta károsodással megzavart réteg mélységét röntgentopográfiai úton viszonylag könnyen meg lehet határozni. A vizsgált esetekben a legnagyobb roncsolt rétegvastagság  $12,5 \mu$  volt, de ennek a fele a reális mélység a Si-kristályszeletek legtöbbszörében. A mérések eredménye jól egyezik Knudsen [75] Ge-on végzett vizsgálatainak adataival, aki a megzavart réteg mélységét a diffrakciós vonal szélességéből következtette ki, amennyiben fűrészelés esetén  $8 \mu$ , lappolás-polírozás hatására  $3 \mu$  vastagnak találta az eltávolítandó réteget.

Si egykristály /220/ reflexiójának felhasználásával és  $\text{CuK}\alpha_1$ -sugárzással AT-metodika útján is vizsgálták a roncsolt, polikristályos mozaik-szerű felületi réteget. Aoki és Maruyama [3] arra a felismerésre jutott, hogy az /111/ felülettel párhuzamos síkra merőlegesen a kérdéses kristályvastagságot egy mikron nagyságrendű pontossággal lehet meghatározni.

### 10.5 Epitaxiális réteg vizsgálatok

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

Meieran [98] állítja: mivel a GaAs és Ge rácsparamétere /5,6534 ill. 5,6576 Å/ csaknem azonos méretű, bizonyos reflexiós síkok alkalmasan választott sugárzással lehetővé tessik e két anyag topográfiai szétválaszthatóságát. Ilymódon az epitaxiális rétegben észlelhető hibák különböző típusai analizálhatók, kimutatva, vajon a növesztés körülményei vagy a szubsztrátum előkészítése okozzák-e a hibaforrást. A vizsgálat folyamán a szubsztrátumban imperfekciók, szennyeződés okozta piramis-növekmények és diszlokációs hálózatok bukkantak elő. Diszlokációk voltak észlelhetők a felvitt anyagban is, de csak 2  $\mu$ -nál vastagabb rétegekben. A germániumot egyébként ideális szubsztrátum anyagnak tartják GaAs epitaxiális réteg-növesztés alá, mivel a Ge viszonylag nem költséges, a wafer-előállítás technológiája jól ismert, továbbá a Ge és GaAs rácsparaméterei 0,1 %-on belül térnek csak el egymástól. Epitaxiálisan növesztett GaAs felületi tulajdonságaival és ikresedési hajlamával foglalkozik Holloway és Bobb [57] cikke is. LM jellegű transzmissziós metodika alkalmazásáról számolnak be Blech és társai [14], akik SiO<sub>2</sub> vékonyréteg hatására a Si alapanyagban keletkezett feszültségeket figyelték meg az e célra konstruált magas hőmérsékletű röntgentopográfiai kamerában. Az iztítás és lehülés folyamatát így maximálisan 900 C<sup>o</sup>-on tudták topegramokkal ellenőrizni.

Howard és Cox [59] reflexiós módszert /BB-technika/ választott a GaAs szubsztrátumok és az epitaxiális Ga /As,P/ lecsapatott rétegek tökéletességi fokának meghatározására. Ennek a módszernek különleges előnye, hogy egyszerű, gyors és roncsolásmentes.

Az alapanyag tökéletességének főbb vonásait vizsgálták és határait a réteg minőségére. A korábban készített epitaxiális rétegekben polikristályos zónákat ismertek fel; inhomogénitást és összetevő-változást fedeztek fel továbbá az epitaxiális réteg mentén. A vizsgálatot kapcsolatba hozták a lecsapódási eljárás technológiájával. A magnézium szennyezőnek GaAs-ból Ga/As,P/-ba való diffúzióját is tanulmányozták.

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

Később fejlesztették ki a pásztázva reflektáló módszert; ez a BB és LM technika kombinációja a GaAs szubsztrátum aktivan növesztett felülete vizsgálatának tanulmányozására. A lecsapatás utáni ugyancsak ez a módszer alkalmazható a réteg hibáinak kiértékelésére is. Nagyfelületű szeletkéket /kb. 8 cm<sup>2</sup>/ vizsgáltak meg ezzel a metodikával.

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

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

A GaAs szubsztrátum anyag diszlokációs sűrűsége a röntgentopogramokból közvetlenül meghatározható; a vizsgált anyagokban  $2 \cdot 10^3$ -tól  $8 \cdot 10^4 \text{ cm}^{-2}$ -ig találtak hibasűrűséget. A  $\rho_d$  diszlokációs-sűrűség a következő összefüggésből számítható:

$$\rho_d = \frac{N \cdot 10^5}{X} \left[ \text{vonal/cm}^2 \right] \quad /40/$$

ahol  $N$  a diszlokációs vonalak azon száma, amelyek 1 mm mérési alaphosszat keresztezve találhatóak a fotólemezen és  $X$  a beeső sugárnyaláb behatolásának mélysége  $\mu$ -ban kifejezve.

Mechanikai okokra visszavezethető károsodást észleltek a GaAs szubsztrátumok anyagában. Ha az alapanyagot megmunkálják



/fűrészelik, lappolják, polirozzák/, az egyedi szeletkéket identifikálás céljából karcokkal vagy egyéb jelzésekkel látják el gyémántbeíró által. Az /III/ oldalon ez a kezelés olyan effektust eredményez, amely az atomsíkok szögtorzulásában jelentkezik, közel a megzavart helyhez.

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

A kísérleti munkák kezdetén az elsődleges cél az volt, hogy Ga/As,P/ egykristályos filmet növelessenek. A polikristályos csapadékot hátsóreflexiós Laue-eljárás alkalmazásával detektálták, eközben a próba területe  $1,0 \text{ mm}^2$  volt és a teljes csapadék egykristályossága volt a kérdéses. Ezután BB röntgen-topogramot készítettek az egykristályos szerkezettől való eltérések megállapítására, nagyobb felület mentén LM-szerű mozgatóval. A Ga/As,P/ csapadék /III/ reflexiójáról krómsugárással készült topogram számos, a homogén alapintenzitású képre szuperponált foltot mutat. Ezek a mátrixban mizorientált régiók diffrakciójából keletkeztek. A diffraktáló síkokban lévő helyi kigömbülést az eltérült régiókkal együtt a P nem-egyenletes eloszlása idézhette elő, vagy polikristályos záródmányok is okozhatták.

A mátrix és a foltképek nehéz szétválaszthatósága arra utal, hogy a szögeltérés kicsiny.

Az inhomogén Ga/As,P/ lecsapott réteg tartalmazhat helyi változásokat a P koncentrációban és ezenkívül idegen szennyező zárványokat. Az összetételbeli változás lehet nagy, vagy mikroszkópikus nagyságu a valóságban. Mindegyiket könnyen lehet detektálni röntgen-topográfiai vizsgálattal. A Ga/As,P/ réteg mentén mutatkozó összetételbeli változás nem kívánatos a félvezető eszközök felhasználása során. Ennek a változásnak a kimutatása lehetetlennek látszik, ha nem roncsolásmentes a mérés. Említésre méltó, hogy a Ga/As,P/ réteg /111/ felületéről felvett röntgen-diffraktogram széles vonalprofilokat mutatott, amely inhomogenitásra utal. Ugyanennek a rétegnek a /333/ topogramja sötét és világos kontrasztu régiókat képezett le egymástól lineáris átmenetekkel elválasztva. Az átmenet egyes oldalain végrehajtott röntgen összetétel-mérés 3 %-os különbséget mutatott foszforban. A P-dus mátrix a világos kontrasztunak mutatkozó területnek felelt meg. A rácsparaméterben bekövetkező változás, ill. rács-torzulás diffrakciós szögváltozást von maga után. A kontraszt megfordult, mivel olyan  $\theta$  diffrakciós szöveget alkalmaztak, amely a P-ban gazdag mátrixhoz volt rendelve.

Mivel a Ga/As,P/ lecsapódás hőfokfüggő, valószínűleg a sugárirányu temperatura-gradiens okozta az összetételben talált ingadozást. A lecsapódásokról felvett vonalprofilok is inhomogenitás jellegét bizonyították.

Alap és felvitt réteg közti válaszfelület kontrasztjának értelmezése nem egyszerű. Lang [84] úgy véli, hogy a topogramon a

válaszfal helye a régi és új kristály között azért ismerhető fel, mert erősebben diffraktáló diffúz sáv jön létre az újonnan növesztett anyag első rétegeiből. Így pl. Si-ban oxigénű sávokat mutattak ki, ami a kontraszt által jól felismerhetővé vált. Az oxigénű sáv diffrakciós effektusa részben a több  $O_2$ -t tartalmazó kitágult rácsparamétertől van, részben a rácscsúcsoktól, amely a kristályfelületeken jelentkező feszültségcsökkenésből ered. Ez utóbbi a döntő tényező. Van tehát fokozatos növekedés a rácsparaméterben a régitől az új kristály felé haladva, de ez talán két- vagy háromszorosa annak, amekkora a rácsparaméter-oszcilláció amplitúdója az oxigénű, vagy más esetben a foszforral szennyezett sávokban.

Fentiekhez hozzá kell fűznünk, hogy a topográfiai felvételek által kimutatott, ill. értelmezett epitaxia-problémákra más módszerekkel nem sikerült ilyen eredményesen fényt deríteni. Holott az irodalomban számos cikk található a kérdés transzmissziós elektronmikroszkópiával történő tanulmányozására. Booker [21] fő célja az volt, hogy a hibák pontos geometriáját felderítse. Részletekbe menő kutatásokat végzett Si-ban előforduló ikresedés, réteghibák és diszlokációk megjelenési formáira vonatkozóan, valamint a Si alapanyagra növesztett epitaxiális Si rétegekben található konfigurációk tekintetében. Megfigyeléseit elektrondiffrakciós metodikával is kiegészítette. Legújabban Abrahams és Buiocchi [1] készített transzmissziós elektronmikroszkópi felvételeket gőz állapotból növesztett GaAs rétegekről, amelyek által az előforduló réteghibák és ikresedés kimutatását tűzte ki feladatául. Wilkens [139], ha nem is epitaxia-témában, de szintén elektronmikroszkópos módszerrel dolgozott, összehasonlítva azt röntgen-topográfiai BB techni-

kával, deformált Cu egykristályok diszlokációs elrendeződésének analizálására. Loesch és Brotzen [92] Instron-gépen elcsuszási deformációt idézett elő elektron-nyalábbal zónázott molibdén-egykristályokban. Elektronmikroszkópot használtak transzmissziós elrendezésben a diszlokáció-sűrűség és a hibastruktúra meghatározása céljából.

Megállapítható, hogy bár az elektronmikroszkópos felvételek felbontóképessége lényegesen jobb a röntgen-topogramokénál, a topográfiaailag vizsgálható kristályvastagságokhoz tartozó belső feszültségmező sokkal jellemzőbb a vizsgált egykristályra, sokkal kevésbé diszturbált, mint az a szupervékony hártya, amely az elektronnyalábok transzmissziója számára elengedhetetlenül szükséges [139]. Amint az 1. fejezetben már rámutattunk, a kristályból kimetszett és lemaratott, századmikron nagyságrendű fólia az egykristály egészére nézve nem ad felvilágosítást. Holott a félvezető-technológia számára ez fontosabb, mint az alapanyagból kivett, de annak állapotára alig jellemző részlet, bármennyire is lenyűgözően érdekes atomi konfiguráció lehet az önmagában.

#### 10.6 Sugárzási károsodások megállapítása

A kristályos anyag gyors neutronokkal vagy elektron-nyalábbal való bombázása, az erős besugárzás, a rácshibák elszaporodását okozhatja. Ez is kétségtelen hátránya az átvilágítással dolgozó elektronmikroszkópiai struktúra-vizsgálatoknak. Röntgen-topográfiai vonatkozásban a hibasűrűség megnövekedése a diszlokációs kontraszt összemosódását ill. elhalványulását okozza. Lang [82] számolt be arról, hogy a gyenge sugárzások is jelentős

hatást váltottak ki. Lithium fluorid-lemez kiválasztott területét sugározták így be és ez a diffraktálóképesség erős növekedését vonta maga után abban a határozónában, amely elválasztotta a besugárzott és sugárkárosodástól mentes területeket egymástól. Az effektus főleg azzal magyarázható, hogy a besugárzott térfogatrészt dilatált. Néhány kísérletet végrehajtottak besugárzott gyémántokon is, amely anyag neutron-sugárzás hatására feltűnően homogén módon tágul. Ezért a rácsrend elegendően nagy tartományában fennmaradt úgy, hogy jó diffrakciós kontrasztok keletkeztek még ott is, ahol az expansió 1 %-osnál nagyobb rácsparaméter növekedést idézett elő. Komatsubara [78] germániumot sugárzott be és vizsgálta a felületi állapot változásait. Colella [38] gyors neutronok hatásának tett ki Ge és Si kristályokat annak megállapítására, hogy milyen módon befolyásolja ez az effektus a diffraktált röntgen-intenzitást. Carron [33] röntgen-topográfiával olyan diszlokációs feszültségtereket regisztrált szilíciumban, amelyek elektron-nyalábbal történő besugárzás nyomán keletkeztek. Wilkens [139] vizsgálatai az előzőekkel egybehangzóan arra hívják fel a figyelmet, hogy határozott különbség mutatkozott azon kristályok viselkedése közt, amelyek egy részét deformáció után gyors neutronokkal bombázták, illetve azon másik rész közt, amelyet nem tettek ki e hatásnak. A deformált, de nem bombázott Cu-kristályokban a primér diszlokációk bizonyos mértékben képesek voltak az ujrarendeződésre.

### 10.7 Mágneses tartományok tanulmányozása

Ferromágneses lemezanyagokban magnetostrikciós effektusokkal létrehozott rácstorzulások lehetővé tették mágneses tartományok

konfigurációinak röntgen-topográfiai kimutatását [82].

Domainek, diszlokációk és kisszögű szubhatárok egyidejűleg láthatók ugyanazon az LM utján készített topogramokon.

Polcarová és Lang [110] szerint a felvételek nemcsak a felületi domain-alakzatokat szemléltetik, hanem a minták belsejében lévő domain-strukturák is láthatóvá váltak. Ismételt felvételekkel a topográfiai képek változatainak, a domainek mozgásának regisztrálását főleg a Fe + 3% Si ötvözetben végezték.

### 11. Összehasonlítás rácshibák kimutatására használatos egyéb eljárásokkal

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

- a/ Maratási alakzatok képzése definiált krisztallográfiai síkokon
- b/ Dekoráló technika és infravörös átvilágító mikroszkópia kombinációja
- c/ Dekorálás radioaktív arannyal és autoradiogram készítés
- d/ Előzetesen rézzel dekorált próbák aktiválása, majd autoradiográfias felvétel.

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

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

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

Mivel ehhez a próbatest /esetünkben Si-egy kristály/ neutron-besugárzása szükséges, ez pedig az abszorpciók élnek a távoli hosszuhullámu tartományba való eltolódását vonja maga után, ezért a szokásosan rendelkezésre álló eszközökkel az átvilágítás útján való megfigyelés már nem lehetséges. Ezért marad utoljára az autoradiogram-technika.

A kémiaailag támadó hatásu elektrolitokban a rácshibák helyei anódként viselkednek a rács tökéletes részével szemben. Ezért a megfelelő oldószerekkel kezelt felületeken, a diszlokációk metsződési pontjaiban mélyedések, gödrök /pit/ és domborulatok /hillock/ keletkeznek [135]. Ezek külső formájából, a megfigyelt felületek szimmetriájából lehet a diszlokációs hálózatot meghatározni. A diszlokációk általában a kristály növekedési tengelye mentén húzódnak végig. Az ilyenfajta megfigyelések arra utalnak, hogy a maratási alakzatok jellemzők a diszloká-

ciókra, ahogyan ez egyébként a hasított felületepárok maratásának vizsgálatából is kikövetkeztethető. Az értékelés azonban nem feltétlenül egyértelmű.

Mémeth T.-né és Szép I. [103] Ge egykristályokon végzett diszlokációk kimutatására irányuló megfigyeléseket maratási technikával. Megállapították, hogy a maratási alakzatokat nemcsak a Ge-ba zárt rácshibák, hanem a felületi szennyezők is nagymértékben befolyásolják. Elsősorban attól függően, hogy a szilárd szennyezőket az alkalmazott marószer oldja-e vagy sem. Tehát a maratási konfigurációk kialakulása nemcsak a kristály rácshibáitól függ, hanem egy sor más faktor játszhat közre, mint pl. a levegő portartalma vagy egyéb kémiai szennyeződés. Az értékelést tehát kritikával, differenciáltabban kell végrehajtani.

Kb. egy évtizede köztudott, hogy a Si-egykristály  $1 \mu$  hullámhossz felett átengedi az infravörös sugárzást és ezért infravörös kép-átalakító /snooperszkóp/ vagy infravörös fényre érzékeny vidikon-cső alkalmazásával átvilágításban mikroszkopizálható [119]. Mivel a kezeletlen Si a benne lévő diszlokációk pusztja jelenlétéből eredően nem mutat kontrasztot, ezért a diszlokációk helyeit alkalmas idegen atomokkal fel kell dúsítani. Ezt a metodikát először Dash [42] alkalmazta a kristályterfogatban előforduló diszlokációk vizsgálatára. Ez az ún. dekoráló eljárás Si esetében nem okoz nehézségeket, mivel például a nehéz fématomok a Si rácspan intersticiálisan nagyon könnyen bediffundálnak és előszeretettel az éldiszlokációk mentén helyezkednek el. A rézzel való dekorálás mind az infravörös átvilágító mikroszkópiához, mind pedig a később végrehajtandó



autoradiográfia számára /az aktiválás utáni kedvező félérték ideje miatt/ jól alkalmazható. A diffúzió hőfoka jelentékenyen a rekrisztallizációs hőfok alatt található. Ezért nem kell tartani a hőkezelés következtében a struktúra lényegbe vágó változásától.

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

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

Az aktív próbákat felvétel előtt még egyszer fluorsav és salétromsav keverékében megtisztítják, megszáritják és autoradiográfiás filmmel direkt érintkezésbe hozzák. Az expozíciók tapasztalati értéken alapulnak és nem haladják meg a hatszoros félértékidőt, ami itt kb. 73,5 óra volt. A filmeket ezután a szokásos módon előhívták és rögzítették, majd közben negatívokról készítettek másolatokat, amelyek - miként az eredetiek - a radioaktív anyag helyein feketednek.

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

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

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

Kedvező körülmények között, kb.  $2 \mu^2$  maratási gödörfelületek esetén a Si {111} síkjain  $5 \cdot 10^7 \text{ cm}^{-2}$  maratási gödörsűrűséget

lehet gyakorlati esetben meghatározni függetlenül attól, hogy azok milyen elrendezésben fordulnak elő.

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

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

Az ismerttetett eljárások mindegyike felvilágosítást ad a Si-ban lévő diszlokációk eloszlásáról, ill. a felületre való kifutásáról. Utaltunk rá, hogy az egyedi részleteket többé-kevésbé egymáshoz lehet rendelni. A legtöbb információt az egész térfogatot leképző infravörös mikroszkópia és a röntgen-topográfiai átvilágító /transzmissziós/ eljárás nyújtja. A röntgen topográfiában a diszlokációk eloszlásának a felvett képekhez való rendelése egyértelműen lehetséges. A diszlokációk térbeli eloszlását stereo-képpárok készítésével lehet láthatóvá tenni, amelyek tükörszimmetrikus hálózati sík-geometriában további felvételekkel nyerhetők.

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

Jó felbontás esetén a maratási módszer kísérletileg a legkisebb ráfordítást igényli és gyorsan keresztülvihető. Rutin vizsgálatokhoz ezért teljesen megfelel az orientált, maratott felületeket réses fényben mikroszkopizálni és a kiugró csucok vagy gödrök számából a felület-egységre eső rácshibák számát kikövetkeztetni.

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

## 12. Következtetések, ajánlások

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

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

2./ Az új vizsgálótechnikák konkrétan a következő területeken alkalmasak hibák, káros effektusok tanulmányozására:

a/ félvezető alapanyagokban /szubsztrátumokban/,

b/ epitaxiális rétegekben,

c/ termikus oxidáció utáni állapotban,

d/ felszíni diffúziós folyamatok után,

e/ hasított vagy fűrészelt kristály-szeletek roncsolt felületi rétegeiben,

f/ elasztikusan vagy plasztikusan deformált egykristályokban,

g/ egyéb technológiai kezelésnek /pl. besugárzásnak/  
kitett anyagokban.

3./ Az ismertetett különböző metódikák és azok kombinációi lehetővé teszik, hogy röntgen-topográfiával a kristályokban lévő különféle rácshibák megjelenési formáit és kinetikáját sokoldaluan meg lehessen figyelni, még pedig viszonylag nagy keresztmetszetek vagy felületek mentén, néhány mikrontól több mm-ig terjedő mintavastagság terjedelemben.

4./ Különös figyelmet fordítottak azokra a körülményekre, amelyek következtében a topográfiailag felderíthető hibák csökkennek a félvezető eszközök minőségét. Kimutatták, hogy pl. az n-típusú epitaxiális rétegekben lévő hibás strukturák főleg a szennyezett vagy nem kifogástalanul preparált alapanyag felületekről erednek. A p-típusú rétegekben végzett vizsgálatok alapján pedig az lett nyilvánvaló, hogy bennük Lomer-Cottrell típusú diszlokációk fordulnak elő nagy mennyiségben. Ilyenfajta diszlokációkat semmiféle más technikával nem sikerült eddig még észlelni.

5./ A röntgen-topográfia mint roncsolásmentes eljárás felülmutja az összes többi egykristály vizsgáló módszert, a félvezető anyagokban és alkatrészekben található szerkezeti hibák detektálása tekintetében. Az így nyert információk felhasználhatóak az elektronikus alkatrészek megbízhatóságának előzetes becslésére, ill. a gyártmányok minőségének javítására.

6./ Az előzőekből következik, hogy a röntgen-topográfiai eljárásokat nem a kész félvezető eszközök, hanem inkább a gyártás egyes fázisainak ellenőrzésére célszerű alkalmazni. Az egymást követő gyártástechnológiai folyamatok végén ajánlatos időnként

kiemelni néhány minta-szeletet és ezekről topogramokat készíteni. A null-széria gyártásából rendelkezésre áll olyan etalon-felvétel sorozat, amely mutatja, hogy a kérdéses technológiai folyamat végén milyen topogramot kell a kristály-szeletről kapni abban az esetben, ha a gyártási művelet előírászerűen ment végbe. Mivel egy felvétel készítésének ideje legfeljebb néhány óra, lényegében késedelem nélkül be lehet avatkozni a technológiai folyamatba, ha a topogram arra utal, hogy az eszközgyártás előírásszerű mérőszámai időközben megváltoztak. Folyamatos gyártásra csak akkor kerülhet sor, ha a topogramok bizonyítják: minden műveletet specifikált minőségben hajtanak végre.

7./ A röntgen-topográfiai minőségellenőrzéssel kapcsolatos beruházásokra támpontként közöljük az IBM-cégtől származó, idevonatkozó adatokat, amelyek rávilágítanak a metodika anyagi előnyére is. Az International Business Machines Corp. főlvezető gyárában 12 röntgentopográfiai kamera dolgozik éjjel-nappal folyamatosan. Ezek kiszolgálását néhány technikus végzi. A havonta készített felvételek száma 500 körül van. Egy-egy röntgengépen két kamera üzemel; egy gépegység üzembehelyezése mintegy 10.000 dolláros költséggel járt. Eszerint a 12 működő kamera felállítása az IBM-nek kb. 60.000 dollárjába került. Ebből az összegből csak egy transzmissziós elektronmikroszkópot lehetett volna beszerezni. Ők tudják, miért választották inkább a röntgen-beruházást.

8./ Megemlítjük még, hogy a röntgen-topográfiai metodikák távlati fejlődése elsősorban a képek felbontásának javulása terén várható, amennyiben sikerül majd a csőanód fajlagos felületi

terhelésének további növelése, ill. még kisebb térszögű röntgennyalábokkal is gazdaságos expozíciós időtartamokat megvalósítani, valamint finomabb szemcsézetű emulzióval bevont fotolemezeket előállítani, a jobb minőségű nagyítás érdekében.



13. Felhasznált irodalom

1. Abrahams, M.S.-Buiocchi, C.J.: J.Phys.Chem.Solids 28/1967/ 927.
2. Ando, Y.-Kato, N.: Acta Cryst. 21/1966/ 284.
3. Aoki, H.-Maruyama, S.: J.Phys.Soc.Japan 20/1965/ 1731.
4. Armstrong, R.W.: Phys.Stat.Sol. 11/1965/ 355.
5. Arndt, U.W.-Willis, B.T.M.: Single Crystal Diffractometry  
University Press, /1966/ Cambridge,  
257.
6. Auleytner, J.: Acta Phys.Polonica 20/1961/ 371.
7. Austerman, S.B.-Newkirk, J.B.-Smith, D.K.: J.Appl.Phys. 36  
/1965/ 3815.
8. Authier, A.: Bull.Soc.Fr.Minéral 84/1961/ 51.; 115.
9. Barrett, C.S.: Trans. AIME 161/1945/ 15.
10. Batterman, B.W.-Cole, H.: Rev.Modern Phys. 36/1964/ 681.
11. Becker, C.-Herbst, E.M.-Reitzenstein, W.: Exp.Technik d.Physik  
14/1966/ 197.
12. Becker, K.-Schulze, D.: Monatsber.d.Deut.Akad.Wiss. 6/1964/ 778.
13. Berg, W.: Naturwiss. 19/1931/ 391.
14. Blech, I.A.-Guyaux, J.-Cooper, G.: Rev.Sci.Instr. 38/1967/ 638.
15. Blech, I.A.-Meieran, E.S.: Appl.Phys.Lett. 9/1966/ 245.
16. Blech, I.A.-Meieran, E.S.: J.Appl.Phys. 38/1967/ 2913.
17. Blech, I.A.-Meieran, E.S.-Sello, H.: Appl.Phys.Lett. 7/1965/ 176.
18. Bonse, U.: Z.Phys. 153/1958/ 278.
19. Bonse, U.: Z.Phys. 161/1961/ 310.
20. Bonse, U.-Kappler, E.: Z.Naturforschung 13a/1958/ 348.
21. Booker, G.R.: Discuss.Farad.Soc. 38/1964/ 298.
22. Borrmann, G.: Z.Phys. 127/1950/ 297.

23. Borrmann, G.: Röntgen-Wellenfelder in Beiträge zur Physik und Chemie des 20. Jahrhunderts, Braunschweig, /1960/ Vieweg und Sohn
24. Borrmann, G.-Hartwig, W.-Irmeler, H.: Z.Naturforschung A13/1958/ 423.
25. Borrmann, G.-Hildebrandt, G.-Wagner, H.: Z.Physik 142/1955/406.
26. Bubaková, R.-Drahokoupil, J.-Fingerland, A.: Czech.J.Phys. B10 /1960/ 255.
27. Bubaková, R.-Drahokoupil, J.-Fingerland, A.: Czech.J.Phys. 12 /1962/ 764.
28. Buck, T.M.: Damaged Surface Layers: Semiconductors, in The Surface Chemistry of Metals and Semiconductors /editor: H.C.Gatos/; Wiley and Sons, New York-London /1960/ 107.
29. Bueren, H.G.van: Imperfections in Crystals, North-Holland Publ. /1960/ Amsterdam, 325.
30. Bullis, W.M.: Solide State Electronics 9/1966/ 143.
31. Bullough, R.-Newman, R.C.-Wakefield, J.-Willis, J.B.: Nature 183 /1959/ 34.
32. Burns, S.J.-Webb, W.W.: Trans.Metall.Soc.AIME 236/1966/ 1165.
33. Carron, G.J.: Appl.Phys.Lett. 6/1966/ 304.
34. Časlavský, J.: Čs.Čas.Fys. 14/1964/ 331.
35. Celli, V.-Kabler, M.N.-Ninomiya, T.-Thompson, R.: Phys.Rev. 131 /1963/ 58.
36. Chaudhuri, A.R.-Patel, J.R.-Rubin, L.G.: J.Appl.Phys. 33/1962/ 2736.
37. Chikawa, J.: J.Appl.Phys. 36/1965/ 3496.
38. Colella, R.: Phys.Stat.Sol. 14/1966/ 81.
39. Cullity, B.D.: Elements of X-Ray Diffraction, Addison-Wesley, /1956/ Reading-London.

40. Danil'chuk, L.N.-Smorodina, G.A.: Fiz.Tverd.Tela 7/1965/1245.
41. Darwin, C.G.: Phil.Mag. /6/ 27/1914/ 315.; 675.
42. Dash, W.C.: J.Appl.Phys. 27/1956/ 1193.
43. Dash, W.C.: Met.Soc.Conf. 5/1959/ 125.
44. Elistratov, A.M.: Fiz.Tverd.Tela 8/1966/ 809.
45. Ewald, P.P.: Dynamical X-Ray Optics in Fifty Years of X-Ray Diffraction /ed.Ewald, P.P./ IUCr Publ./1962/ Utrecht, 248.
46. Fairfield, J.M.-Schwuttke, G.H.: J.Electrochem.Soc. 113/1966/ 1229.
47. Fairfield, J.M.-Schwuttke, G.H.: J.Appl.Phys. 57/1966/ 1536.
48. Goetzberger, A.-Shockley, W.: J.Appl.Phys. 31/1960/ 1821.
49. Hart, M.: Appl.Phys.Lett. 7/1965/ 96.
50. Hart, M.: Z.Physik 189/1966/ 269.
51. Hart, M.-Lang, A.R.: Acta Cryst.A16/1963/ 102.
52. Haruta, K.-Spencer, W.J.: J.Appl.Phys. 37/1966/ 2232.
53. Hashimoto, H.: J.Appl.Phys. 35/1964/ 277.
54. Henderson, J.C.: J.Appl.Phys. 30/1959/ 293.
55. Herrmann, W.-Hartmann, G.-Brust, R.: Atompraxis 7/1961/ 315.  
8/1962/ 8.
56. Hirsch, P.B.-Ramachandran, G.N.: Acta Cryst. 3/1950/ 187.
57. Holloway, H.-Bobb, L.C.: J.Appl.Phys. 38/1967/ 2893.
58. Hornstra, J.-Penning, P.: Philips Res.Rep. 14/1959/ 237.
59. Howard, J.K.-Cox, R.H.: The Crystalline Perfection of Melt-grown GaAs substrates and Ga/As, P/Epitaxial Deposits, Adv.X-Ray Anal. /ed.Mallett-Fay-Mueller/ 2/1966/ 35.
60. Hunter, L.P.: Proc.Kon.Ned.Akad.Wet. 61/1958/ 214.
61. Hunter, L.P.: J.Appl.Phys. 30/1959/ 874.

62. Iizuka, T.: Japan. J. Appl. Phys. 5/1966/ 1018.
63. Jäger, H.-Jakob, G.-Pieper, H.: Sol. Stat. Electronics /Perg.  
Press/ 10/1967/ 1029.
64. James, R.W.: The dynamical theory of X-ray diffraction in  
crystals, in Solide State Physics New York:  
Academic Press, 15/1963/ 53.
65. Jenkinson, A.E.-Lang, A.R.: X-Ray Diffraction Topographic  
Studies of Dislocations in Floating-Zone Grown  
Silicon in "Direct Observation of Imperfections  
in Crystals" /ed. Newkirk, J.B.-Wernick, J.H./  
Interscience Publ. /1962/ New York-London 471.
66. Johnston, W.G.: J. Appl. Phys. 33/1962/ 2716.
67. Johnston, W.G.-Gilman, J.J.: J. Appl. Phys. 30/1959/ 129.
68. Juleff, E.M.-Lapierre, A.G.: Internat. J. Electronics 20/1966/  
273.
69. Kabler, M.N.: Phys. Rev. 131/1963/ 54.
70. Kato, N.: Acta Cryst. 14/1961/ 627.
71. Kato, N.: J. Phys. Soc. Jap. 19/1964/ 67.; 971.
72. Kato, N.-Lang, A.R.: Acta Cryst. 12/1959/ 787.
73. Kikuta, S.-Kohra, K.: J. Phys. Soc. Japan 21/1966/ 1449.
74. Kikuta, S.-Kohra, K.-Sugita, Y.: Japan. J. Appl. Phys. 5/1966/1047.
75. Knudsen, J.F.: Depth of Saw and Lap Damage in Ge, Adv. in  
X-Ray Anal. /ed: Mueller-Mallett-Fay/ 7/1964/159.
76. Komatsubara, K.: J. Phys. Soc. Japan 17/1962/ 62.
77. Lang, A.R.: Proc. Phys. Soc. B66/1953/ 1003.
78. Lang, A.R.: Acta Metall. 3/1957/ 358.
79. Lang, A.R.: J. Appl. Phys. 29/1958/ 597.
80. Lang, A.R.: J. Appl. Phys. 30/1959/ 1748.
81. Lang, A.R.: Acta Cryst. 12/1959/ 249.

82. Lang, A.R.: J. Phys. Soc. Japan /Suppl. II./ 18/1963/ 332.
83. Lang, A.R.: Encyclopedia of X-Rays and Gamma-Rays /ed: Clark/  
/1963/ New York: Reinhold Publ. 1058.
84. Lang, A.R.: Discuss. Farad. Soc. 38/1964/ 292.
85. Lang, A.R.: Proc. Roy. Soc. A278/1964/ 234.
86. Lang, A.R.: Magánközlés /1965/
87. Lang, A.R.-Meyrick, G.: Phil. Mag. 4/1959/ 878.
88. Lang, A.R.-Polcarová, M.: Proc. Roy. Soc. A285/1965/ 297.
89. Laue, M. von: Röntgenstrahl-Interferenzen. Frankfurt/Main:  
Akademische Verlag /1960/.
90. Legrand, C.: La Microscopie par Rayons X, in "Récents  
Développements de la Microradiographie /ed.  
J.-J. Trillat/ C.E.P.A. Physique Structurale  
/1963/ Saint-Cloud, 7.
91. Livingston, J.D.: J. Appl. Phys. 31/1960/ 1071.
92. Loesch, H.W. jr.-Brotzen, F.R.: Journ. Less-Common Met. 13  
/1967/ 565.
93. MacCrone, R.K.: J. Appl. Phys. 38/1967/ 705.
94. Maruyama, S.: J. Phys. Soc. Japan 20/1965/ 1399.
95. McFarlane, S.H. III.-Elbaum, C.: J. Appl. Phys. 38/1967/ 2024.
96. McMaster, R.C.-Battema, J.P.: NORELCO Reporter 11/1964/ 3.
97. Meier, F.: Z. Physik 168/1962/ 10.
98. Meieran, E.S.: J. Electrochem. Soc. 114/1967/ 292.
99. Meieran, E.S.-Blech, I.A.: J. Appl. Phys. 36/1965/ 3162.
100. Meieran, E.S.-Lemons, K.E.: A Study of Defects Due to Surface  
Processing in Silicon by Means of  
X-Ray Extinction Contrast Topography  
"Adv. X-Ray Anal." 8/ed. Mueller, Mallett  
Fay/ /1965/ 48.

101. Mohr, U.: Z. Phys. Chem. 227/1964/ 235.
102. Mohr, U.: Phys. Stat. Sol. 13/1966/ K57.
103. Németh, M.-Szép, I. C.: Acta Techn. Hung. 54/1966/ 243.
104. Newkirk, J. B.: Phys. Rev. 110/1958/ 1465.
105. Newkirk, J. B.: Trans. AIME 215/1959/ 483.
106. Penning, P.: Philips Res. Rep. 13/1958/ 79.
107. Penning, P.-Polder, D.: Philips Res. Rep. 16/1961/ 419.
108. Petrusевич, R. L.: Kristallografija 10/1965/ 562.
109. Polcarová, M.: Freiburger Forschungshefte B109/1965/ 131.
110. Polcarová, M.-Lang, A. R.: Appl. Phys. Lett. 1/1962/ 13.
111. Queisser, H. J.-Finch, R. H.-Washburn, J.: J. Appl. Phys. 33/1962/  
1536.
112. Queisser, H. J.-Goetzberger, A.: Phil. Mag. 8/1963/ 1063.
113. Renninger, M.: Z. angew. Phys. 19/1965/ 20.; 34.
114. Saccoccio, E. J.-McKeown, W.: J. Appl. Phys. 38/1967/ 2702.
115. Schafft, H. A. Schwuttke, G. H.-Ruggles, R. L. jr.: IEEE Trans.  
Electr. Devices, ED-13/1966/ 738.
116. Schultz, J. M.-Armstrong, R. W.: Phil. Mag. 10/1964/ 497.
117. Schultz, J. M.-Armstrong, R. W.: Acta Metall. 14/1966/ 436.
118. Schwartz, S.: Electronics 40/1967/ 92.
119. Schwuttke, G. H.: The Sylvania Technologist 13/1960/ 122.
120. Schwuttke, G. H.: J. Appl. Phys. 33/1962/ 2760.
121. Schwuttke, G. H.: J. Electrochem. Soc. 109/1962/ 27.
122. Schwuttke, G. H.: J. Appl. Phys. 34/1963/ 1662.
123. Schwuttke, G. H.: Final Report-AFCRL-64-542 /1964/ GTEL.,  
Bayside, New York.
124. Schwuttke, G. H.: J. Appl. Phys. 36/1965/ 2712.
125. Schwuttke, G. H.-Rupprecht, H.: J. Appl. Phys. 37/1966/ 167.
126. Schwuttke, G. H.-Sils, V.: J. Appl. Phys. 34/1963/ 3127.
127. Seeger, A.: Theorie der Gitterfehlstellen, "Handbuch der  
Physik." Bd. 7. Teil I. Berlin/1955/ Springer, 383.

128. Shoji, M.-Tauchi, S.: J. Phys. Soc. Japan 16/1961/ 1253.
129. Stein, D.R.-Low, J.R. jr.: J. Appl. Phys. 31/1960/ 362.
130. Suzuki, T.-Kojima, H.: Acta Metall. 14/1966/ 913.
131. Szántó, I.: Acta Techn. Hung. 51/1965/ 251.
132. Szántó, I.: Kohászati Lapok 98/1965/ 495.
133. Tauchi, S.: Sci. Rep. Tohoku Univ. Series 45/1961/ 187.
134. Taylor, A.: X-Ray Metallography, John Wiley and Sons,  
/1961/ New York-London 152.
135. Theis, W.: Telefunken Zeitung 39/1966/ 315.
136. Vasziljevskaja, V.N.- Dacsenko, L.I.: Ukran Fiz. Zsur. 7  
/1962/ 287.
137. Webb, W.W.: X-Ray Diffraction Topography in "Direct Obser-  
vation of Imperfections in Crystals" /ed. Newkirk-  
-Wernick/ Interscience Publ./1962/ New York-  
-London 29.
138. Weissmann, S.-Kalman, Z.H.: Phil. Mag. 15/1967/ 539.
139. Wilkens, M.: Canadian J. of Phys. 45/1967/ 567.
140. Yoshimatsu, M.: J. Phys. Soc. Japan 16/1961/ 1465.
141. Yoshimatsu, M.: Japan. J. Appl. Phys. 5/1966/ 29.
142. Yoshimatsu, M.: Scanning Type X-Ray Diffraction Micrography  
- The Lang Method - Rigaku Denki Co./1966/.
143. Yoshimatsu, M.-Shibata, A.-Kohra, K.: A Modification of the  
Scanning X-Ray Topographic Camera /Lang's  
Method/ in "Adv. X-ray Anal." 9 /ed. Mallett, -  
-Fay, -Mueller/ /1966/ 14.
144. Young, F.W.-Baldwin, T.O.-Merlini, A.E.-Sherill, F.A.: A Camera  
for Borrmann Stereo X-Ray Topographs, in  
"Adv. X-ray Anal." /ed. Mallett-Fay-Mueller/ 9  
/1966/ 1.

145. Young, R.A.-Wagner, C.E.: Brit.J.Appl.Phys. 17/1966/ 723.

146. Zachariasen, W.H.: "Theory of X-ray Diffraction in Crystals" John Wiley, New York /1945/.



FÜGGELÉK

A tanulmányban előforduló szimbólumok jegyzéke

Jel	M e g n e v e z é s	Mely képletben fordul elő*
A	kristályvastagságnak az extinkciós uthosszra vonatkoztatott viszonyzáma	12, <u>14</u> , 17, 21
D	diszlokációval megzavart térfogat átmérője	35, 36
$\bar{E}$	hullámvektor	/9/ utáni szövegben
F	struktúra-amplitudó	8, 12, 13, 21, 22, 23
H	/hkl/ síksor rövidítése	/1/képlet előtti szövegben
$I_0$	monokromatikus primér nyaláb inten- zitása	2, 11, 20, 21, 23
$I_H$	a H síksorról reflektált nyaláb intenzitása	3, 11
$J_0/x/$	Nulladrendű Bessel-függvény	17, 21, 23
K	polarizációs faktor /értékei a 22. oldalon/	8, 12, 13, 15, 16, 21, 22

\* Aláhuzott a definiáló képlet sorszáma

Jel	M e g n e v e z é s	Mely képzetben fordul elő
$K\alpha$	sugárzás fajta	I.táblázat
$N$	diszlokációs vonalak száma a to- pogram 1 mm-es alaphosszán	40
$P_0$	monokromatikus primér nyaláb ener- giafluxusa	1,2
$P_H$	reflektált szekundér nyaláb ener- giafluxusa	1,3
$R'$	ideális rendezetlen mozaikkristály integrált intenzitása	<u>22,23</u>
$R_1$	ideálisan perfekt kristály integ- rált intenzitása	<u>12,21,23</u>
$R_H$	integrált intenzitás, amely egy bizonyos $H=hkl$ síksorról reflek- tálódott	1,11
$S_0$	primér sugárnyaláb keresztmetszete	2
$S_H$	szekundér sugárnyaláb keresztmet- szete	3
$V$	elemi cella térfogata	8,12,13,22
$W$	hiba árnyékának szélessége a foto- lemezen, kép-szélesség	<u>35,38</u>
$X$	sugár behatolási mélység	40

Jel	M e g n e v e z é s	Mely képletben fordul elő
$\bar{b}$	Burgers-vektor	30,37,38,39
$d_H$	H= $hkl$ / indexekkel definiált sík-sor identitás-távolsága	4,5,39
$d_h$	horizontális felbontóképesség	<u>26</u> ,29,33,III. táblázat
$d_v$	vertikális felbontóképesség	<u>25</u>
$d_{\min}$	$K_{\alpha 1}$ és $K_{\alpha 2}$ csucsek közti felbontás legkisebb távolsága	<u>32</u>
$d\theta$	szögdiszperzió	24
$\frac{e^2}{m.c^2}$	$=2,82 \cdot 10^{-13}$ cm, az ún.elektronrádusz	8,12,13,21,22,23
$f$	röntgenső fókuszs-átmérő	<del>27</del> ,31,32
$g$	segédváltozó	6, <u>7</u> ,10,15
$\bar{g}$	reciprok rácsvektor	37,38
$i_f$	fókuszs egyik végpontjának $P_1-P_1'$ belső kristálytávolságról szóródott képe a fotolemezen	(21. ábrán)
$i_f'$	fókuszs másik végpontjának $P_1-P_1'$ belső kristálytávolságról szóródott képe a fotolemezen	(21. ábrán)
$l$	fókuszs-kristályfelszín közti távolság	25

Jel	M e g n e v e z é s	Mely képletben fordul elő
$m$	kristályfelszín-fotolemez közti távolság	25,26,29
$m_{\min}$	kristályfelszín-fotolemez közti legkisebb távolság	<u>31</u>
$r$	mezavart rácstérfogat kerületének a diszlokáció magjától való távolsága	30
$t_0$	kristályvastagság	12,14,16,21,22, 23,34,35
$t_{\text{abs}}$	abszorpciós uthossz	7, <u>9</u> ,10,16
$t_{\text{ext}}$	extinkciós uthossz	7, <u>8</u> ,10,14
$t_z$	sugár uthossza a kristályban lévő diszlokációtól a kilépő felületig	35,36
$y$	$\theta$ -val arányos segédváltozó	12, <u>13</u> ,17,18
$\alpha$	$/\vec{S}-\vec{S}_0/$ eredő és $\vec{A}$ vektor által közbezárt szög	/16. ábrán/
$\beta$	$/\vec{S}-\vec{S}_0/$ eredő és $\vec{N}$ normális által közbezárt szög	26
$\gamma$	röntgen nyaláb szögdivergenciája /tér szög/	/26/ és /29/utáni szövegben

Jel	M e g n e v e z é s	Mely képletben fordul elő
$\Delta_B$	Borrmann-delta	34
$\Delta\theta_H$	szubszemcsék egymásra való dőlésének szöge, szögdivergencia egy bizonyos $d_H$ -val jellemezhető reflexió síksorra vonatkoztatva	30,38, <u>39</u>
$\Delta/\theta_{K_{\alpha 12}}$	$K_{\alpha 1}$ és $K_{\alpha 2}$ vonalcsucokhoz tartozó $\theta$ szögek közti különbség	27,29
$\mathcal{E}$	atomos szórási faktorok képzetes tagjainak aránya	34,35,36
$\theta_H$	adott reflexióhoz tartozó Bragg-szög /a primér nyaláb iránya és a H reflektáló atomsík normálisa által közbezárt szög/	1,4,5,8,9,12,13, 21,22,23,24,26, 31,32,33,34,35
$\theta_H \pm \Delta\theta$	a reflexiók integrálásának határait megadó szögtartomány	1
$\chi$	segédváltozó	<u>15</u>
$\chi.A$	kristályvastagságnak az abszorpció s uthosszra vonatkoztatott viszonyszáma	12, <u>16</u> ,19,20,21, 23
$\lambda$	monokromatikus sugárzás hullámhossza	4,8,12,13,21,22, 23,24,32

Jel	M e g n e v e z é s	Mely képletben fordul elő
$\mu_0$	abszorpciós együttható térbeli átlagértéke	9,12,15,16,21, 22,35,36
$\mu_H$	H atomsík sor iránya mentén a rácspan periodikusan abszorbeálódó röntgensugár gyengülési együtthatója	15,16,34
$\rho$	integrált intenzitások aránya /kontraszt becsléséhez/	6,10, <u>23</u>
$\rho_d$	diszlokáció-sűrűség	<u>40</u> , III.táblázat
$\varphi$	segédváltozó	18,19

I. Táblázat

Elem	K $\alpha$	$\lambda$	$\mu_0$	t <sub>ext</sub>	t <sub>abs</sub>	g	$\frac{A}{t_0}$	$\chi_{220}$	$\frac{\chi A}{t_0}$
	-	$\text{\AA}$	$\text{cm}^{-1}$	cm	cm		$\text{cm}^{-1}$		$\text{cm}^{-1}$
Si V=160.10 <sup>-24</sup> cm <sup>3</sup> F=70,4	Ag	0,561	8,1	14,24.10 <sup>-4</sup>	6,09.10 <sup>-2</sup>	0,584.10 <sup>-2</sup>	703	5,54.10 <sup>-3</sup>	3,9
	Mo	0,714	15,75	11,12.10 <sup>-4</sup>	3,12.10 <sup>-2</sup>	0,891.10 <sup>-2</sup>	901	8,45.10 <sup>-3</sup>	7,6
	Cu	1,544	141,7	4,82.10 <sup>-4</sup>	0,33.10 <sup>-2</sup>	3,71.10 <sup>-2</sup>	2078	35,1.10 <sup>-3</sup>	73
	Cr	2,294	451,2	2,56.10 <sup>-4</sup>	0,09.10 <sup>-2</sup>	7,88.10 <sup>-2</sup>	3480	75,2.10 <sup>-3</sup>	262
Ge V=178,5.10 <sup>-24</sup> cm <sup>3</sup> F=182	Ag	0,561	181	6,15.10 <sup>-4</sup>	2,73.10 <sup>-3</sup>	5,63.10 <sup>-2</sup>	1626	53,4.10 <sup>-3</sup>	86,8
	Mo	0,714	342,4	4,79.10 <sup>-4</sup>	1,44.10 <sup>-3</sup>	8,33.10 <sup>-2</sup>	2086	79,2.10 <sup>-3</sup>	165
	Cu	1,544	374,8	2,08.10 <sup>-4</sup>	1,23.10 <sup>-3</sup>	4,23.10 <sup>-2</sup>	4815	40,2.10 <sup>-3</sup>	194
	Cr	2,294	1058	1,24.10 <sup>-4</sup>	0,39.10 <sup>-3</sup>	8,10.10 <sup>-2</sup>	8070	76,1.10 <sup>-3</sup>	614

Az összes adatsorra:  $\frac{\sin \theta}{\lambda} = 0,25$





II. Táblázat

$H = /hkl/$	220	400	422	440	444	333
$\mu_H / \mu_0$ . . . . .	0,952	0,90	0,86	0,78	0,73	0,61
Mérést végezte	Hunter [60]			Bonse [19]		



III. Táblázat

	Maratás		Infravörös mikr.		Autoradiográfia		Röntgenotográfia LM-Módszer	
	$d_h$	$\rho_d$	$d_h$	$\rho_d$	$d_h$	$\rho_d$	$d_h$	$\rho_d$
Elméleti érték	0,3	$1 \cdot 10^9$	0,5	$4 \cdot 10^8$	2,3	$2 \cdot 10^7$	1,0	$10^8$
Irodalmi érték	1,4	$5 \cdot 10^7$	5	$4 \cdot 10^6$	6,6	$2 \cdot 10^6$	2,5-3	$1,1-1,6 \cdot 10^7$
MTA MFKI Röntgenlabor mérési eredménye							3,5-5	$4 \cdot 10^6$ $10^7$

$d_h$  ... felbontóképesség dimenziója: [ $\mu$ ]  
 $\rho_d$  ... diaszlokáció-sűrűség, " : [vonal/cm<sup>2</sup>]

[84]

[55]

[43]

[84]

[55]

[43]

[84]

[11]

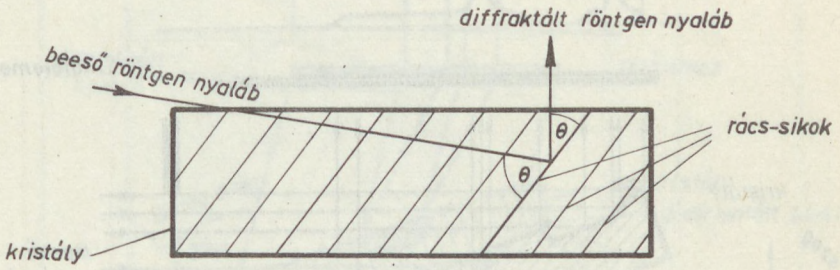
[55]

[11]

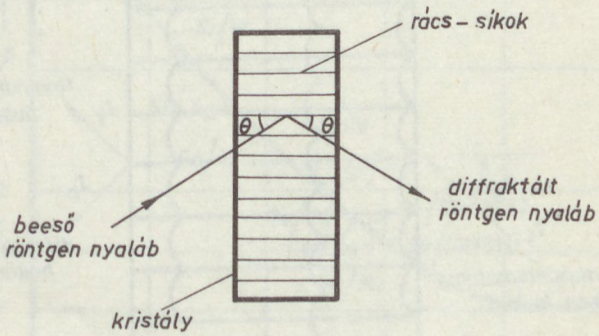
[84]

-

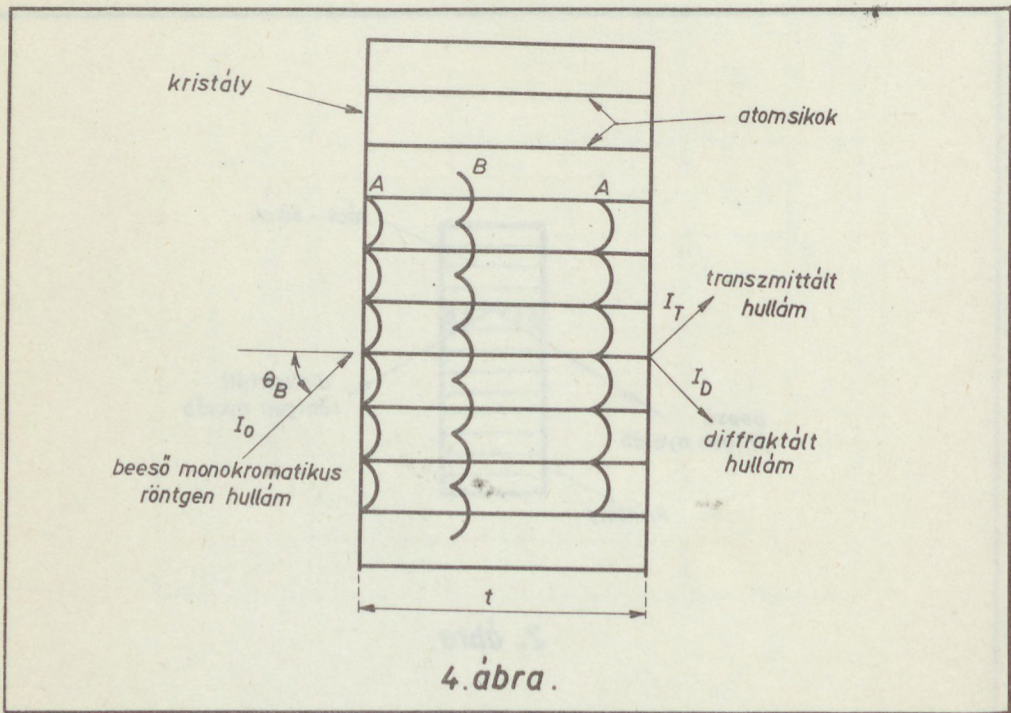
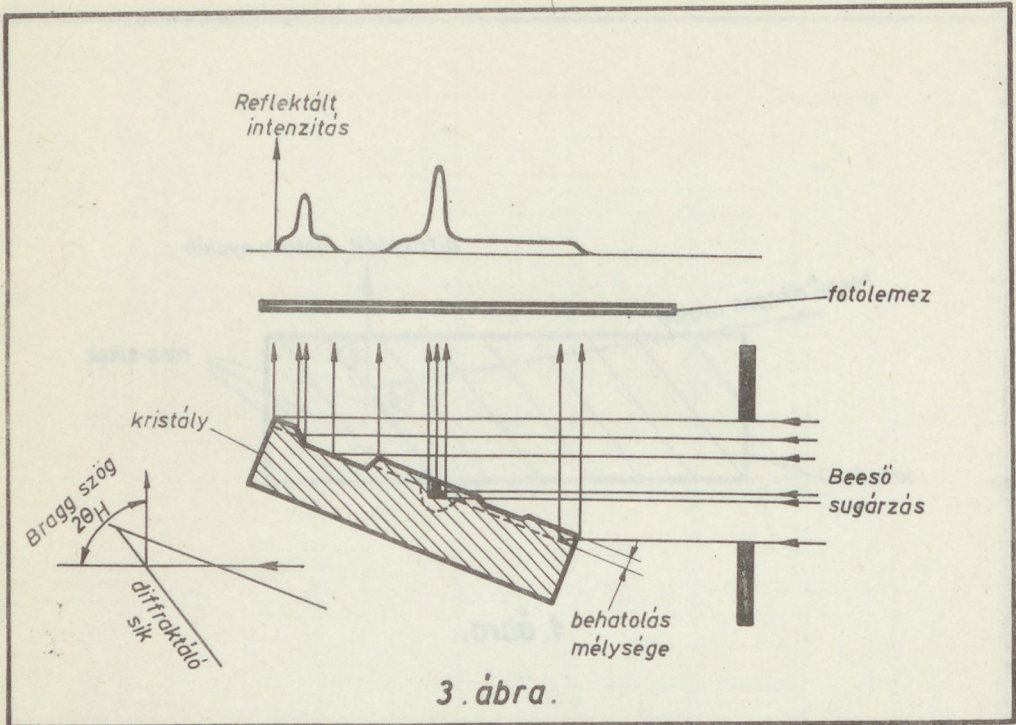


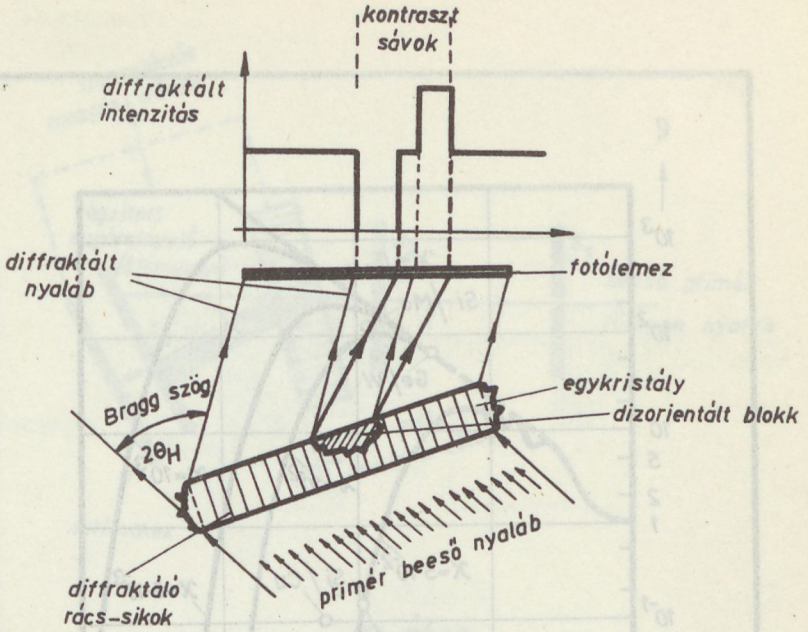


1. ábra.

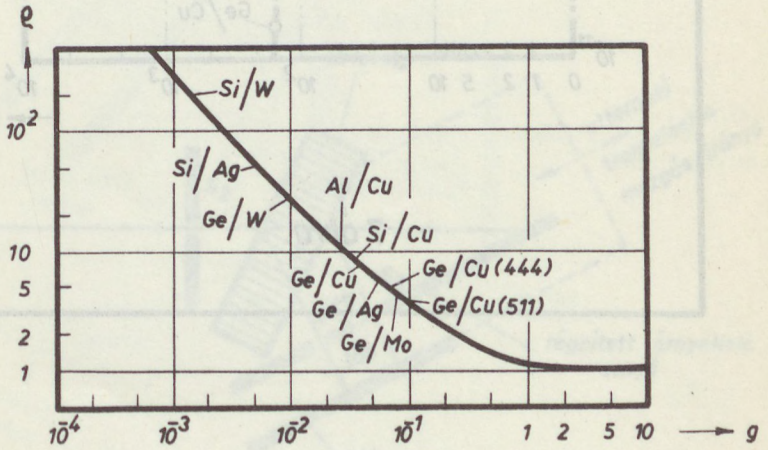


2. ábra.

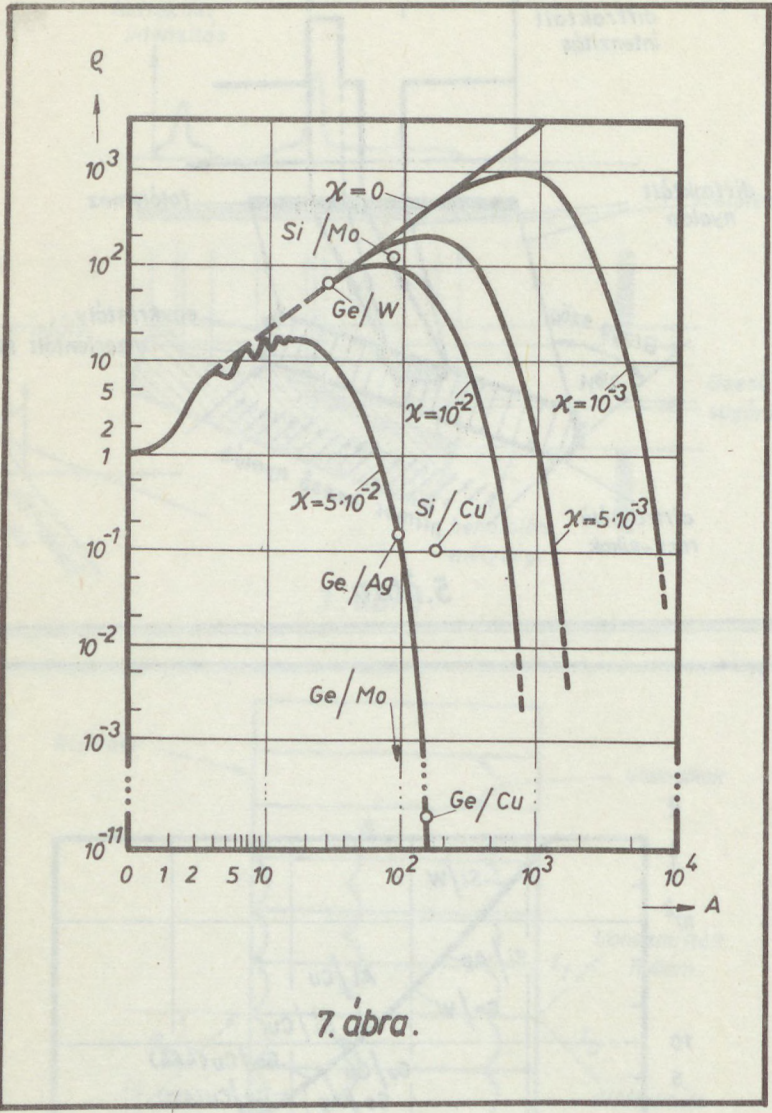




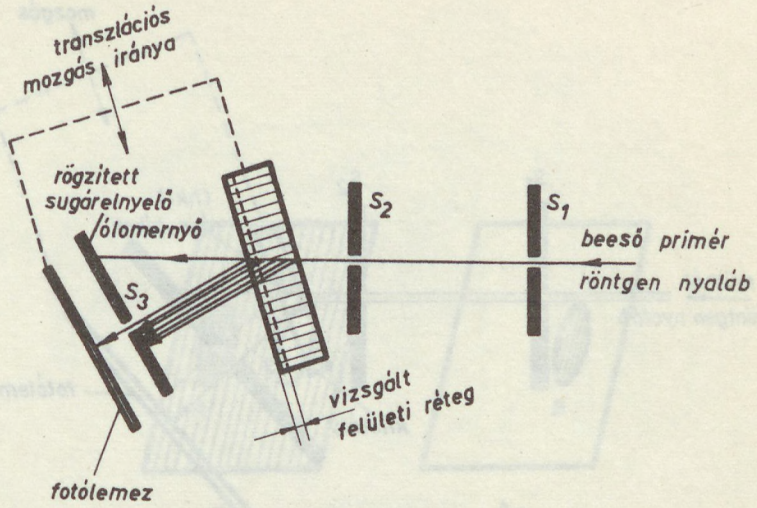
5. ábra.



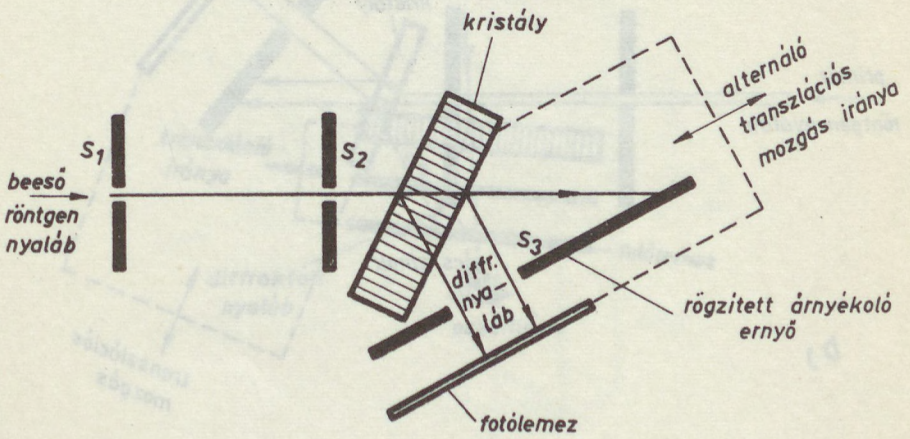
6. ábra.



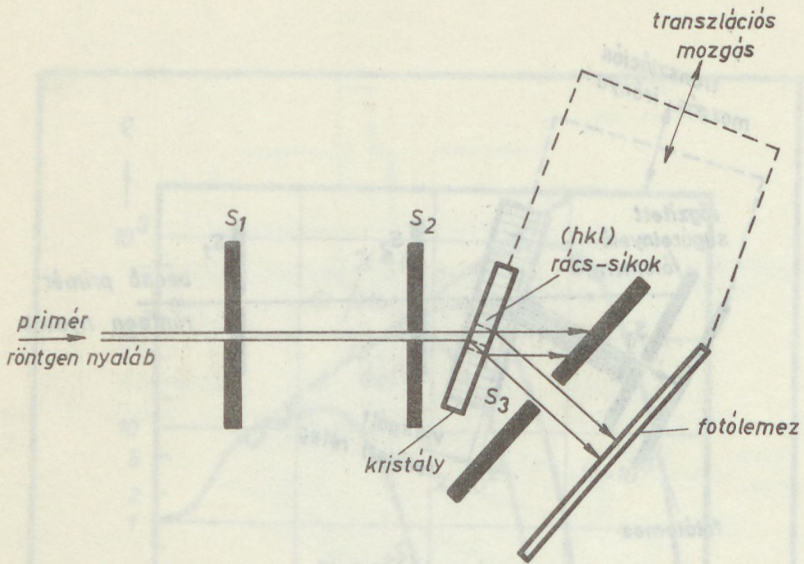




10. ábra.

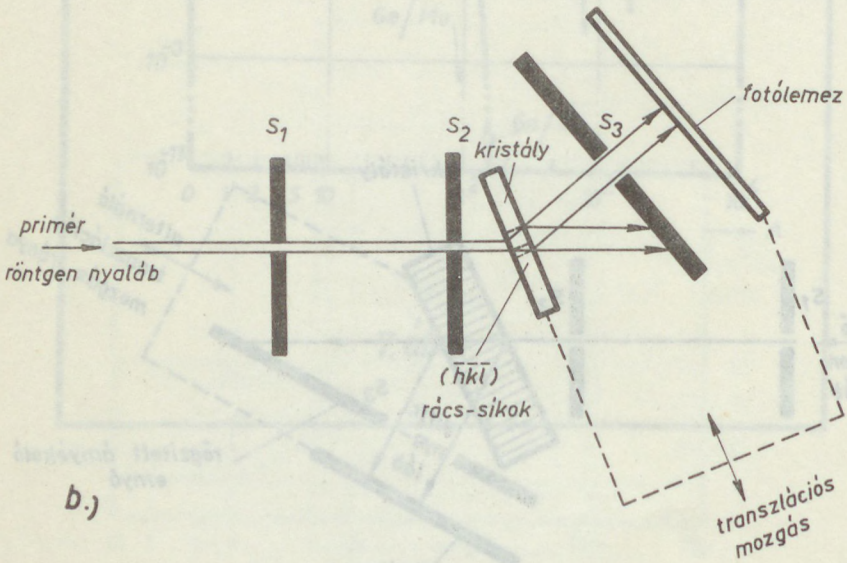


8. ábra.



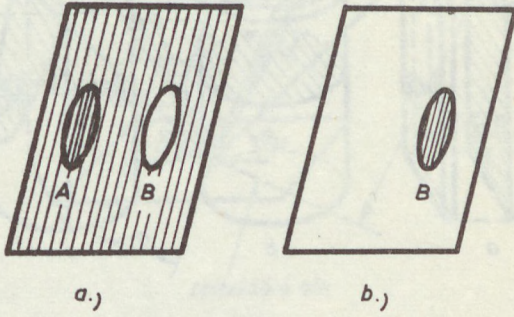
a.)

9. ábra.

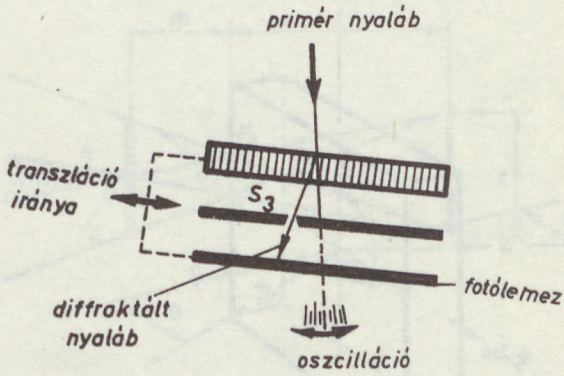


b.)

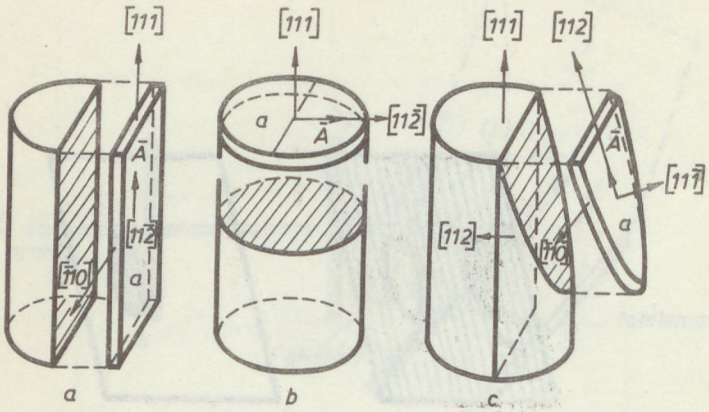
9. ábra.



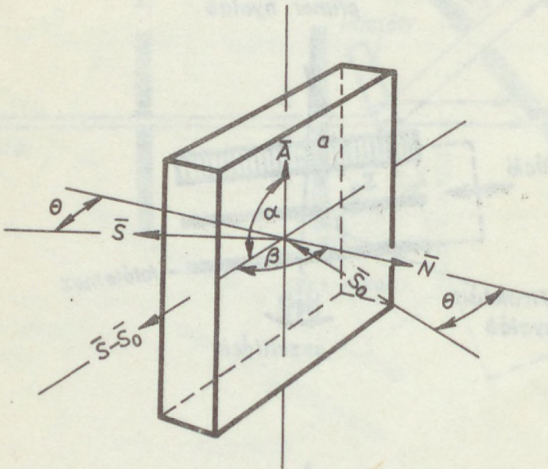
11. ábra.



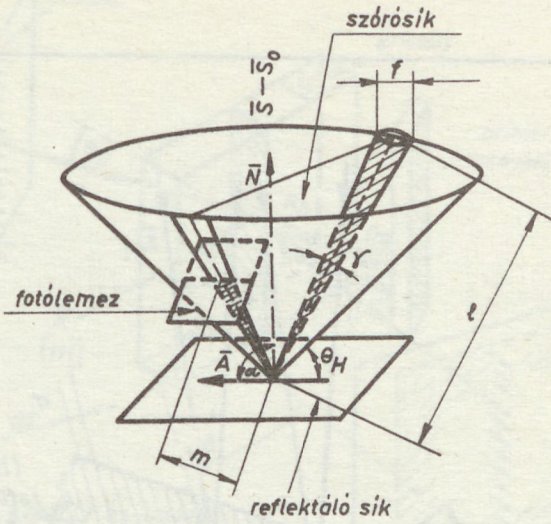
12. ábra.



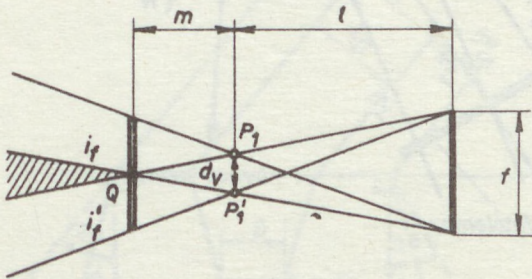
15. ábra.



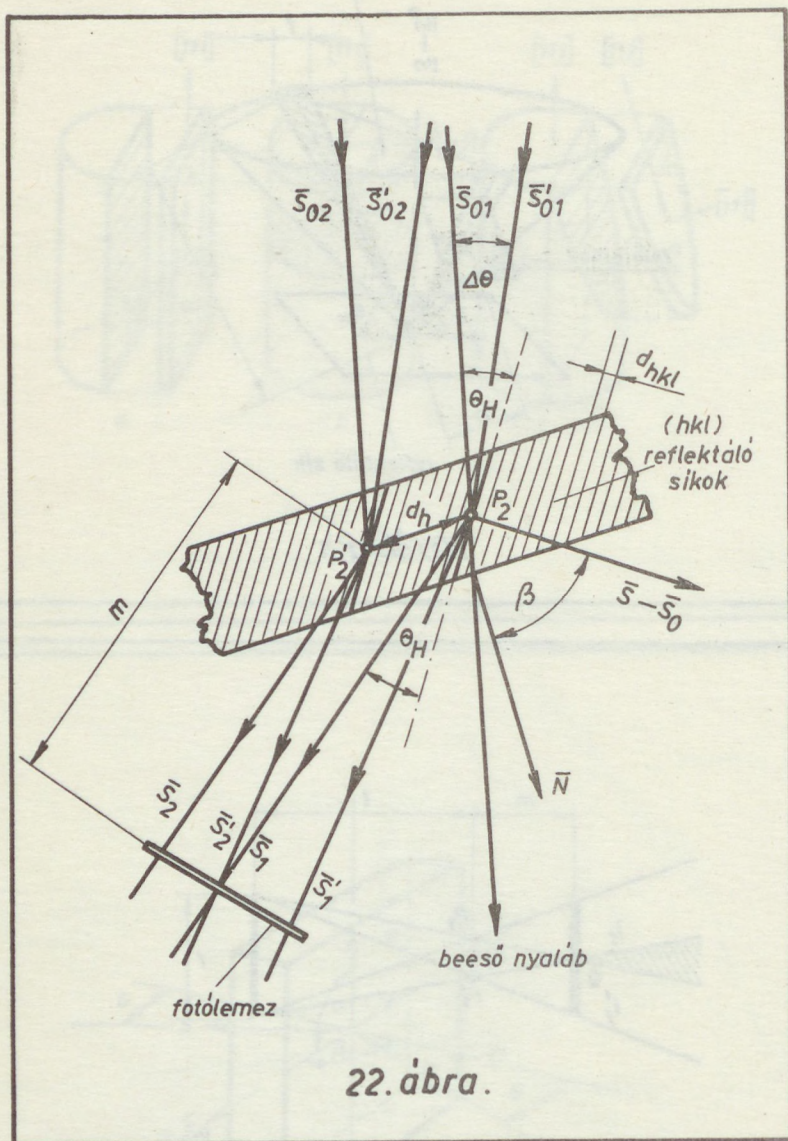
16. ábra.



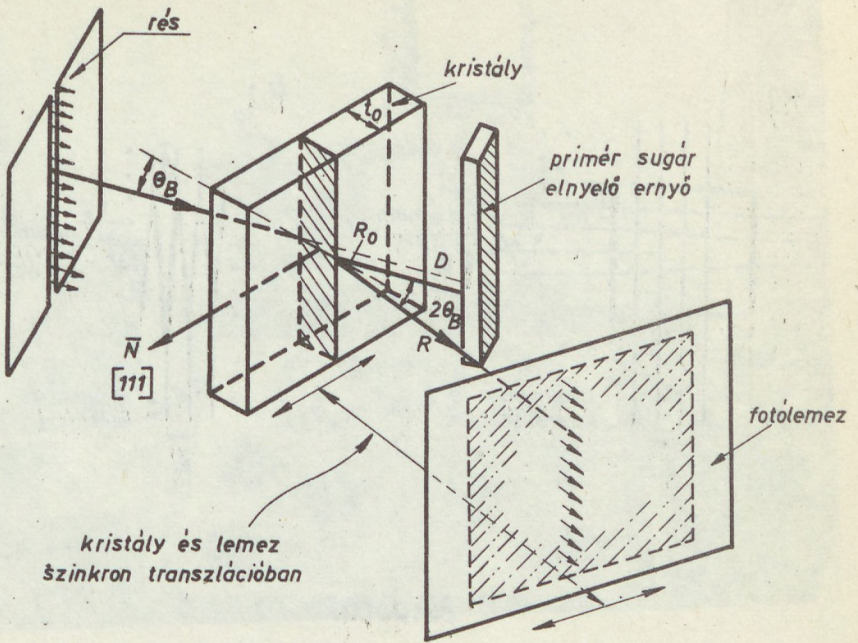
20. ábra.



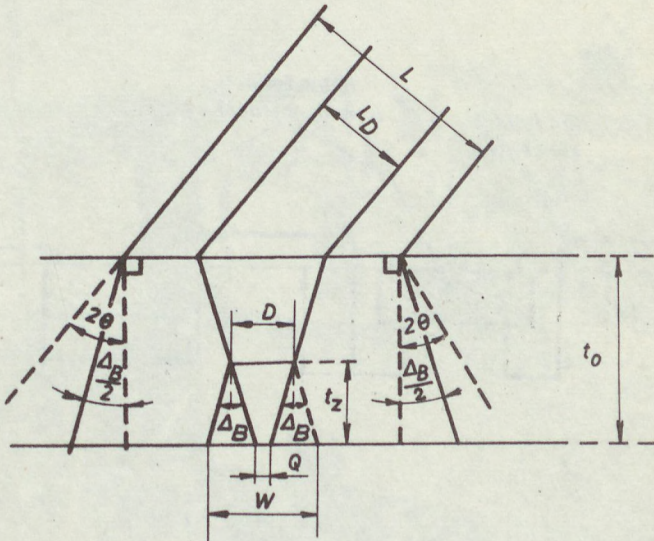
21. ábra.



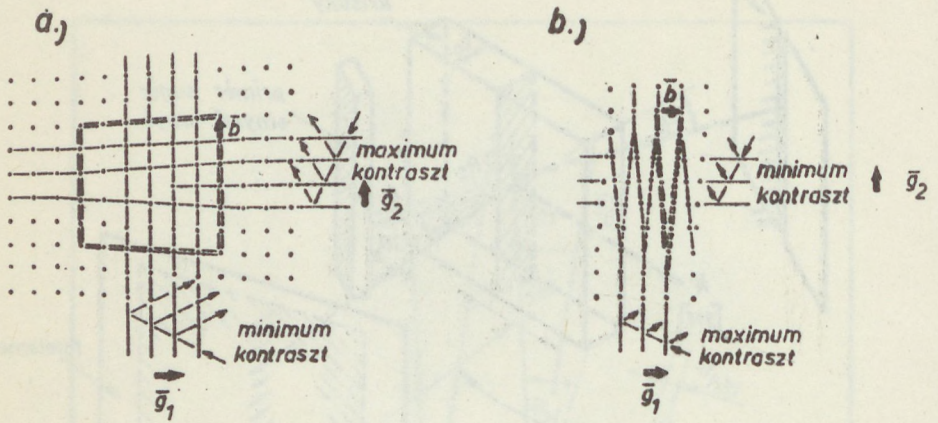
22. ábra.



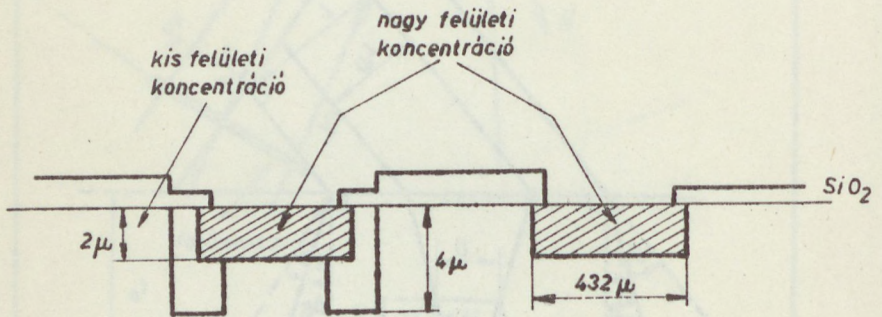
23. ábra.



24. ábra.

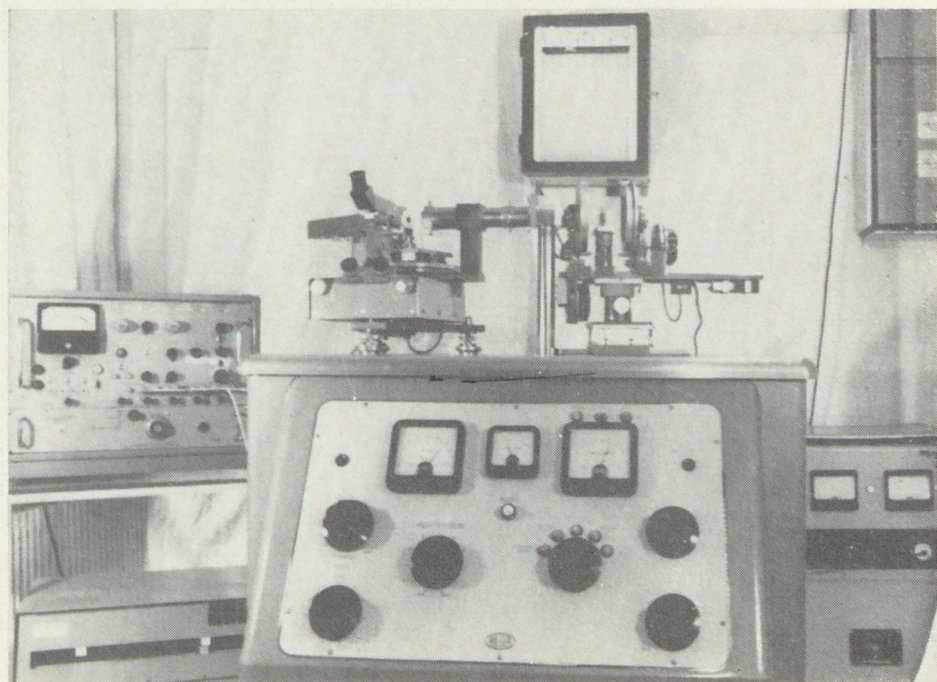


25. ábra.

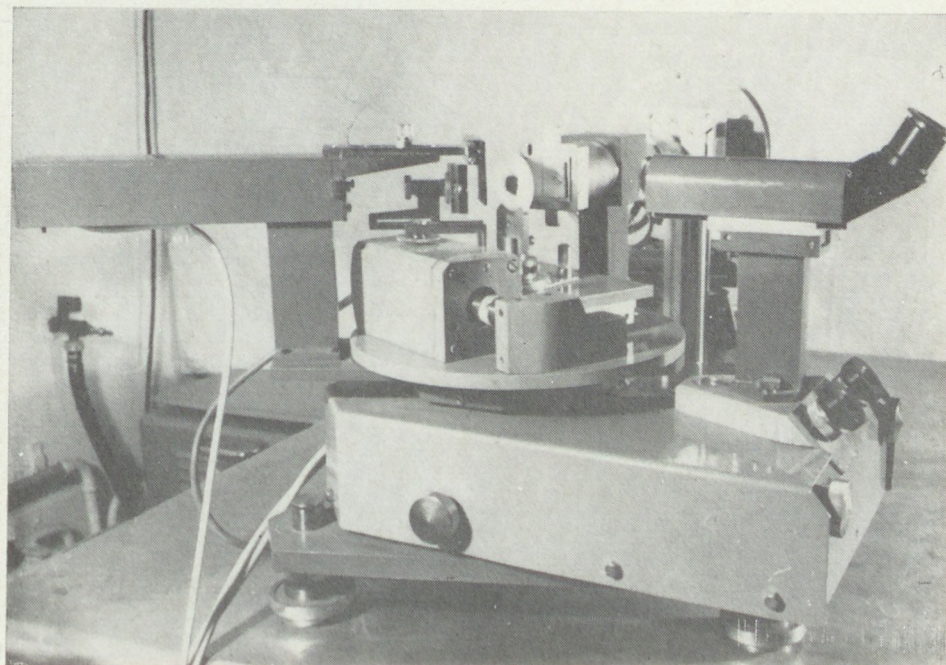


28. ábra.

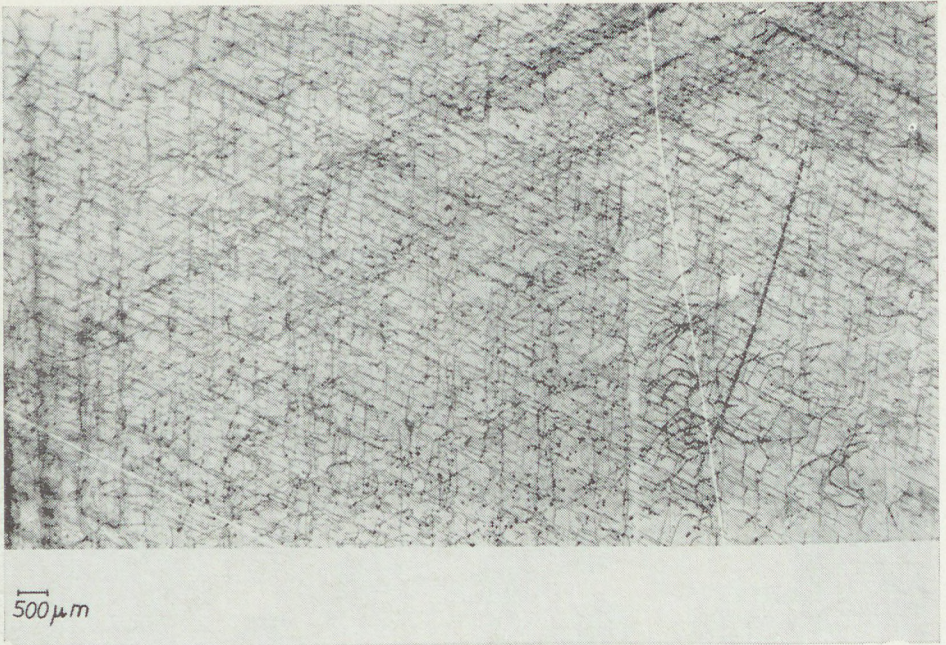




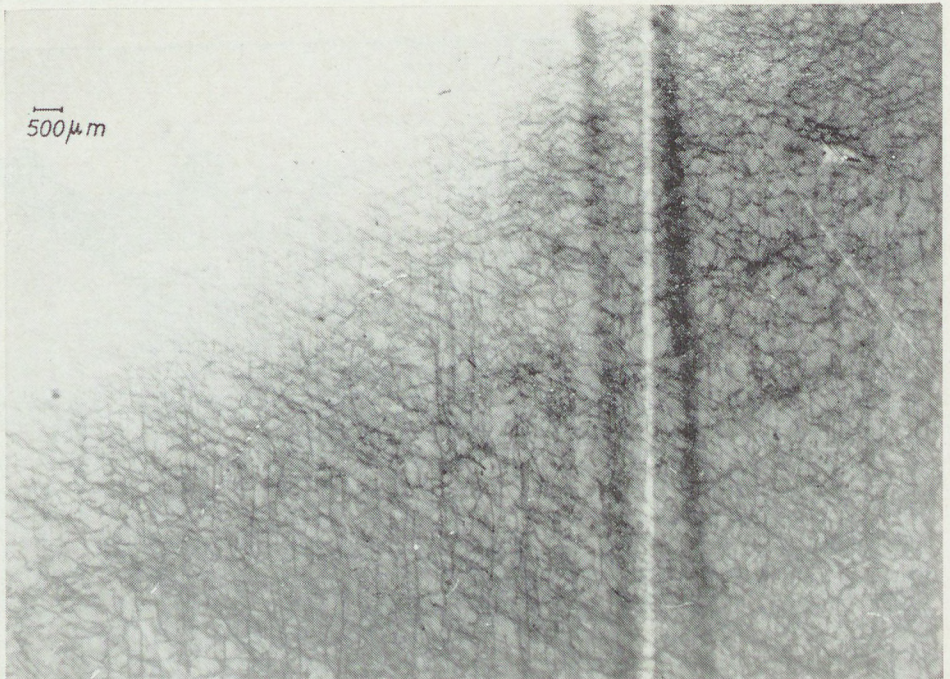
13. ábra



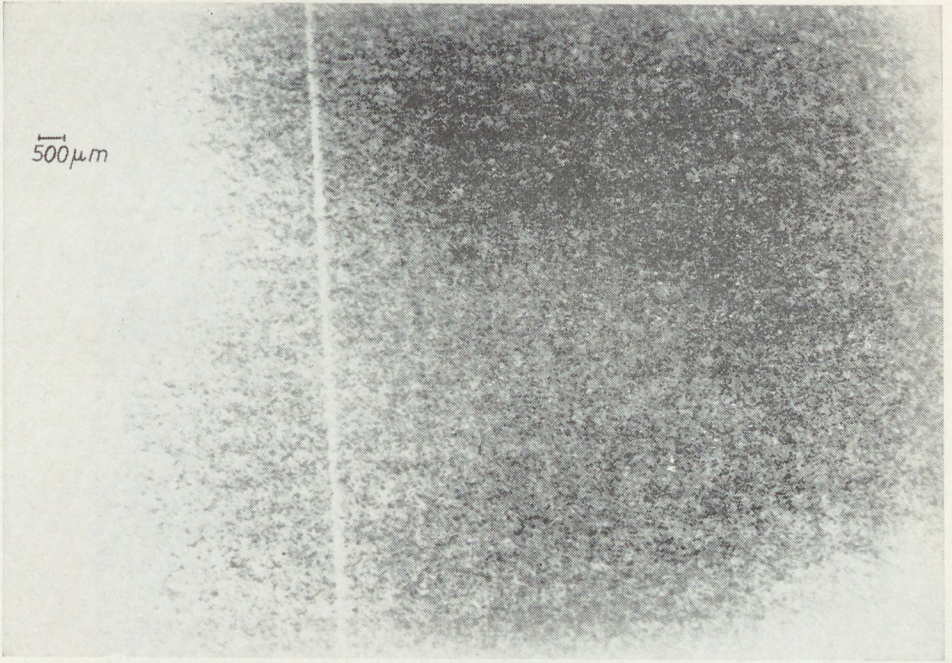
14. ábra



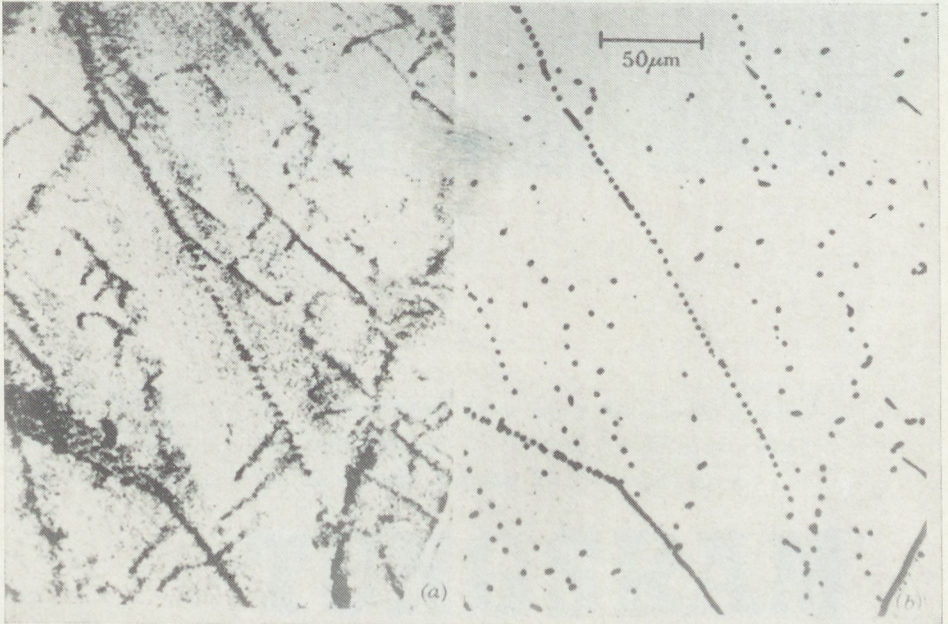
17. ábra



18. ábra



19. ábra



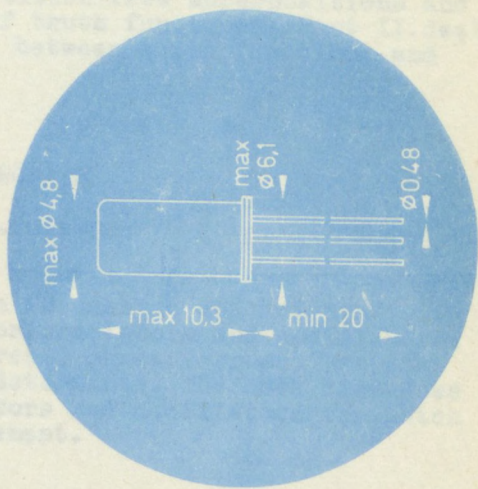
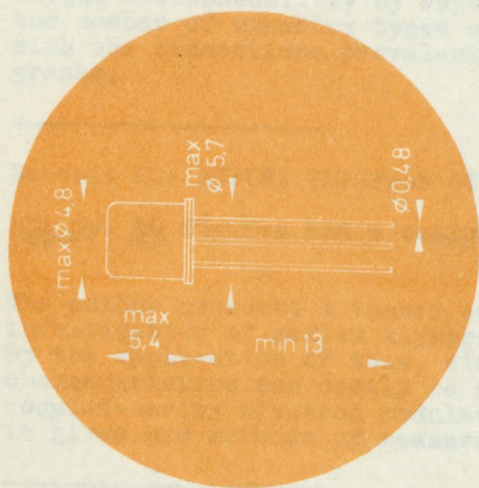
26. ábra



27. ábra



# GERMANIUM PNP MESA TRANSISTORS



**AF 106**

for pre-amplifier, mixer and oscillator stages up to 260 MHz

**AF 109 R**

for controlled pre-amplifier stages up to 260 MHz

**AF 139**

for pre-amplifier, mixer and oscillator stages up to 860 MHz

**AF 200**

for controlled IF-stages in TV-receivers

**AF 201**

for controlled IF-stages in TV-receivers

**AF 202**

for IF-power stages in TV receivers

# TUNGSRAM

GRAND  
MUSEUM  
OF THE  
HUNGARIAN  
NATIONAL  
SCIENCE AND  
ARTS ACADEMY

for the year 1900  
for the year 1901  
for the year 1902  
for the year 1903  
for the year 1904  
for the year 1905  
for the year 1906  
for the year 1907  
for the year 1908  
for the year 1909  
for the year 1910

AF 100  
AF 101  
AF 102  
AF 103  
AF 104  
AF 105  
AF 106  
AF 107  
AF 108  
AF 109  
AF 110

TUNGSRAM

MAGYAR  
TUDOMÁNYOS AKADEMIA  
KÖNYVTÁRA



Ádám A.: TRUTH FUNCTIONS AND THE PROBLEM OF THEIR REALIZATION  
BY TWO TERMINAL GRAPHS

206 pp. with figures and tables. Cloth. § 7,80

The book gives a survey of mathematical researches dealing with Boolean functions. Part I. is devoted to questions inherent in the theory of truth functions; investigations concerning prime implicants, superpositional completeness, unique decomposability by repetition-free superpositions and the number of symmetry types of truth functions. Part II. deals with the connections prevalent between truth functions and graphs.

---

Berceli T.: REFLEX KLYSTRON CIRCUITS

131 pp. 40 figures and a table. Cloth. § 6,50

The author presents a theory on the design and scientific investigation of reflex klystron modulators and oscillators. By the application of this, circuit parameters and transfer characteristics can easily be determined. The book discusses coupled-cavity klystron modulators and oscillators for which it gives new methods of measurement.

---

Freund M.-Szirmai W.: /Editors/

CONFERENCE ON THE CHEMISTRY AND CHEMICAL PROCESSING OF  
PETROLEUM AND NATURAL GAS

980 pp. with many figures. Cloth. § 32,-

The Conference was organized in 1965 in Budapest. Its subject-matter covered the entire field of the chemistry of natural gas, respectively of petroleum and the adjoining territories of technological, analytical and fundamental researches. The volume comprises 108 papers, 15 in English, 2 in French, 74 in German and 17 in Russian language.

---

Distributeur: KULTURA, Budapest 62. P.O.B. 149.









