УДК 548.73

КОМПЬЮТЕРНОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ФАЗОВО-КОНТРАСТНЫХ ИЗОБРАЖЕНИЙ В БЕЛОМ СИНХРОТРОННОМ ИЗЛУЧЕНИИ НА ПРИМЕРЕ МИКРОТРУБОК В КАРБИДЕ КРЕМНИЯ

© 2008 г. Т. С. Аргунова^{1, 3}, В. Г. Кон², Jung Ho Je³

¹Физико-технический институт им. А. Ф. Иоффе РАН, 194021 г. Санкт-Петербург, Россия ²Российский научный центр "Курчатовский Институт", Москва, Россия ³X-ray Imaging Center, Department of Materials Science and Engineering, Pohang University of Science and Technology, Pohang, Republic of Korea Поступила в редакцию 24.12.2007 г.

Развит метод компьютерного моделирования фазово-контрастных изображений в белом синхротронном излучении для определения параметров сечения микротрубок в карбиде кремния. Эксперименты выполнены на источнике синхротронного излучения третьего поколения Pohang Light Source в г. Поханг, Республика Корея. Показано, что эффективный спектр синхротронного излучения, формирующий изображение, имеет относительно резкий максимум при энергии 16 кэВ, что и позволяет сохранить когерентность в необходимых пределах. Разработана компьютерная программа, позволяющая автоматически находить диаметры эллиптического сечения микротрубки из условия совпадения расчетных профилей интенсивности с экспериментальными. Показано, что изученные микротрубки имели сильно вытянутое эллиптическое сечение, которое могло закручиваться при движении вдоль оси трубки.

ВВЕДЕНИЕ

Карбид кремния SiC является перспективным полупроводниковым материалом электронной техники. По теплопроводности и напряжению пробоя он превосходит кремний и может быть использован для изготовления силовых, высокочастотных и высокотемпературных приборов с малыми потерями. Однако рост кристаллов карбида кремния сопровождается образованием в нем микротрубок в виде цилиндрических пор с диаметром от долей до нескольких микрон. Как правило, микротрубки представляют собой винтовые супердислокации с гигантскими векторами Бюргерса [1, 2]. Оси микротрубок параллельны линиям дислокаций, а радиус их сечения связан с дислокационным вектором Бюргерса [3]. Микротрубки вызывают электрический пробой в приборах на основе SiC. Их называют "дефектами-убийцами", а их плотность входит в число основных показателей качества образца.

Изучение структуры микротрубок в монокристаллах SiC неразрушающими методами представляет собой важную задачу. Оно необходимо как специалистам по росту кристаллов, так и изготовителям приборов. Микротрубки исследуют разными методами, в том числе с помощью рентгеновской топографии [2], оптической и сканирующей электронной микроскопии [4, 5]. Наиболее прямым методом изучения структуры микротрубок непосредственно в объеме образца является получение когерентных фазово-контрастных изображений [6] с помощью синхротронного излучения (СИ). Источники СИ третьего поколения имеют малые угловые размеры и обеспечивают необходимую пространственную когерентность. Монохроматичность пучка СИ обычно создается с помощью кристалла-монохроматора, дающего относительную ширину спектральной линии менее чем 10⁻⁵ [7, 8]. Однако для получения изображений от объектов с относительно малыми поперечными размерами такая большая степень монохроматичности не требуется. Изображения можно получить с помощью монохроматора низкого разрешения [9] или даже совсем без монохроматора, т.е. в белом пучке СИ [5]. В работе [5] методом фазового контраста в белом пучке СИ было изучено распределение микротрубок в образце, их ориентация и форма, а также реакции между ними. Однако для получения количественых данных о размерах и форме сечения самой трубки необходимо проводить параллельное компьютерное моделирование изображений и подгонку теоретических профилей интенсивности к экспериментальным. Первое исследование такого рода была выполнено нами совсем недавно [10].

В данной работе представлены новые результаты изучения структуры микротрубок в SiC методом измерения фазово-контрастных изображений в белом пучке СИ третьего поколения и получения параметров сечения микротрубок методом подгонки теоретических профилей интенсивности к экспериментальным. Следующий раздел по-



Рис. 1. Схема эксперимента.

священ описанию деталей эксперимента. В третьем разделе даны теоретические формулы, на основе которых проводится компьютерное моделирование, и описана компьютерная программа, позволяющая проводить автоматический поиск искомых параметров. Результаты представлены в четвертом разделе.

ЭКСПЕРИМЕНТ

Эксперимент был выполнен на станции 7В2 "Рентгеновская микроскопия" источника СИ третьего поколения "Pohang Light Source" в г. Поханг, Республика Корея. Схема эксперимента относительно проста. Источник СИ находится на большом расстоянии (34 м) от образца. Между источником и образцом нет ничего, кроме бериллиевых окон и полимерной пленки, практически не меняющих свойства СИ. Источник имеет эффективные размеры 160 мкм в горизонтальном направлении и 60 мкм в вертикальном. Схема эксперимента показана на рис. 1. Образец устанавливается на гониометре, обеспечивающем как повороты вокруг трех осей, так и трансляции перпендикулярно пучку и вдоль него. Кристалл-сцинтиллятор CdWO₄ толщиной 150 мкм, расположенный за образцом, конвертирует рентгеновское излучение в видимый свет. Изображение в видимом свете проходит через систему линз, увеличивается и регистрируется камерой на основе приборов с зарядовой связью (ПЗС). Камера записывает интенсивность в 14-битовые числа, в матрицу из 1600 × × 1200 точек (пикселей). Увеличение изображения можно регулировать в диапазоне от ×1 до ×50 раз. В данной работе размер пиксела в пересчете на рентгеновское изображение равнялся 0.194 мкм.

Регистрируемые изображения микротрубок очень разнообразны и зависят от многих условий, таких как параметры пучка СИ и его спектр, размер и форма сечения микротрубки, расстояние от образца до детектора, ориентация оси микротрубки относительно пучка СИ. Сами изображения могут быть с белой серединой и черными краями,



Рис. 2. Оптическая микрофотография образца с микротрубками (а); фазово-контрастное изображение отдельной микротрубки, повернутое на 90 градусов (б).

черной серединой и светлыми краями, а также включать все промежуточные варианты. Контраст от одной и той же трубки меняется при вращении образца, что свидетельствует о сильной зависимости от угла между осью трубки и пучком. Компьютерное моделирование имеет целью решение обратной задачи, а именно определение параметров сечения микротрубки из подгонки расчетных профилей относительной интенсивности под экспериментально измеряемые профили.

Для эксперимента был приготовлен специальный образец, который был вырезан в виде пластины из слитка 4H-SiC, выращенного методом сублимации [11] в атмосфере Ar при температуре 2100°С со скоростью роста 0.5 мм/ч. Поверхность пластины была параллельна оси роста кристалла [0001] и имела толщину 490 микрон. Пластина устанавливалась перпендикулярно пучку таким образом, что оси микротрубок располагались горизонтально. Соответственно, профиль интенсивности записывался в вертикальном направлении, для которого источник имел минимальный размер. Поверхности пластины были полированы, чтобы устранить паразитный контраст от шероховатой поверхности. Для получения максимально большого набора данных изображения измерялись на 11 расстояниях от 5 до 55 см, с шагом 5 см.

На рис. 2 слева показана оптическая микрофотография участка образца с микротрубками. Горизонтальные линии темного контраста – это микротрубки, а более светлые вертикальные линии – это включения других политипов, на которых происходит зарождение микротрубок. На том же рисунке справа показано изображение изолированной микротрубки, причем рисунок по-

вернут на 90° (реально ось трубки горизонтальна). Стрелка показывает место, с которого записывался профиль интенсивности. Для устранения лишних деталей регистрировались две картинки для образца с микротрубками и без микротрубок. Во втором случае образец заменялся на пластину совершенного кремния с тем же поглощением. Затем интенсивность в каждой точке первой картины делилась на вторую, что при слабом контрасте эквивалентно вычитанию контраста, независимо от среднего уровня интенсивности. Однако для компьютерного моделирования профиль интенсивности записывался с малого участка общей картины, и результат практически не зависел от процедуры исключения лишних деталей.

ТЕОРИЯ И КОМПЬЮТЕРНОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ

Для расчета фазово-контрастных изображений в белом пучке СИ необходимо в явном виде знать реальный спектр СИ, который эффективно регистрируется детектором. Как известно, исходный спектр синхротронного излучения очень широкий. Каждый фотон возбуждается почти мгновенно и представляет собой когерентную суперпозицию энергетических гармоник от оптического диапазона до нескольких сотен кэВ. Так как разные фотоны имеют случайные фазы, а изображение суммируется от огромного числа фотонов, то реальную картину можно вычислять на основе предположения, что разные гармоники некогерентны. Кроме того, разные гармоники имеют разную интенсивность, которая в области энергии больше 5 кэВ экспоненциально убывает. С другой стороны область низких значений энергии очень сильно поглощается во всех объектах, стоящих на пути пучка, включая сам образец.

В результате даже в белом пучке СИ изображение эффективно формируется в ограниченном интервале значений энергии, который нужно рассчитывать с учетом всей схемы эксперимента, включая образец. В этом смысле изображение в белом пучке представляет собой сложение многих картин, получаемых для каждой монохроматической гармоники с учетом реального размера источника, где картина для отдельных гармоник берется с разным весом. На рис. 3 показан спектр СИ, который использовался в расчетах. Видно, что исходный спектр монотонно убывает на интервале от 5 до 40 кэВ, теряя почти три порядка в интенсивности. Учет бериллиевых окон общей толщиной 2 мм не сильно меняет кривую. Однако учет поглощения в образце приводит к кардинальному изменению. Теперь интенсивность имеет максимум при 16 кэВ и резко убывает при уменьшении энергии. Таким образом, несмотря на отсутствие монохроматора, реальный спектр, формирующий изображение, локализован около

Поток, фотон/с/мрад/0.1% ($\Delta E/E$)



Рис. 3. Эффективный спектр синхротронного излучения, регистрируемый детектором: *1* – исходный спектр; *2* – после поглощения в бериллиевых окнах; *3* – после дополнительного поглощения в образце.

E = 16 кэВ. Интересно, что изображение, рассчитанное для монохроматического излучения 16 кэВ, в целом сохраняет структуру изображения в белом пучке. Заметим однако, что в экспериментах с белым пучком СИ нет возможности изменять энергию, а тем более варьировать ее.

В общем случае для расчета монохроматического изображения микротрубку можно представить как квазилинейный объект, у которого быстро изменяется электронная плотность поперек оси и медленно – вдоль оси. Выделяя профиль относительной интенсивности I(x) в каком либо сечении поперек оси, можно пренебречь зависимостью вдоль оси. В этом приближении интенсивность описывается следующим образом:

$$I(x) = |a(x_0)|^2,$$

$$a(x_0) = \int dx_1 P_K(x_0 - x_1, Z) T(x_1), \quad x_0 = x \frac{z_0}{z_t},$$
(1)

где z_0 – расстояние от источника до объекта, z_1 – расстояние от объекта до детектора, $z_t = z_0 + z_1$, $Z = z_0 z_1/z_t$. Таким образом, задача сводится к вычислению свертки двух функций.

Первая из них – это пропагатор Кирхгофа:

$$P_{K}(x,z) = \frac{1}{(i\lambda z)^{1/2}} \exp\left(i\pi \frac{x^{2}}{\lambda z}\right), \qquad (2)$$

соответствующий приведенному расстоянию Z. Здесь λ – длина волны монохроматического излучения. Пропагатор описывает транспорт когерентной волны через вакуум. Вторая функция T(x) описывает воздействие на когерентную вол-



Рис. 4. Типичный график, записываемый программой FIMTIM в процессе подгонки параметров сечения микротрубки. Расстояние от детектора до образца равно 45 см. Плавная кривая – теоретический расчет, ломаная кривая – эксперимент с учетом неизбежного шума.

ну со стороны объекта. Так как объект имеет малый продольный размер, то вполне достаточно учесть изменение фазы и амплитуды волны в рамках геометрической оптики без учета изменения траектории лучей, т.е. предполагая, что все лучи параллельны оси *z*. В этом приближении для пустоты в материале с эллиптическим сечением можно исключить однородную часть образца и учесть только искажение волны за счет неоднородности. Тогда T(x) = 1 при |x| > R, а при |x| < R

$$T(x) = \exp\left[(iP + M)\left(1 - \frac{x_2}{R^2}\right)^{1/2}\right],$$

$$P = \frac{2\pi}{\lambda}\delta R_0, \quad M = P\frac{\beta}{\delta}.$$
(3)

Здесь R, R_0 – радиусы эллиптического сечения микротрубки поперек пучка (вдоль оси x) и вдоль пучка (вдоль оси z). Их удвоенные значения, т.е. диаметры эллиптического сечения, заранее неизвестны и являются искомыми величинами.

Так как подинтегральная функция в (1) не убывает на бесконечности, то для численных расчетов интеграл был приведен к следующему виду (с учетом свойства пропагатора):

$$a(x_0) = 1 + \int dx_1 P_K(x_0 - x_1, Z) [T(x_1) - 1].$$
(4)

Профили интенсивности вычислялись для 71 гармоники на интервале значений энергии от 5 до 40 кэВ с постоянным шагом 0.5 кэВ и затем суммировались с учетом спектра, показанного на рис. 3. Компьютерное моделирования проводилось по программе FIMTIM, написанной на языке ACL [12] и работающей под управлением интерпретатора, написанного на языке Java. Свертка (4) вычислялась методом двойного преобразования Фурье с использованием алгоритма быстрого преобразования Фурье ([13]). Расчет проводился на сетке из 4096 точек (в режиме автоматической подгонки использовалось 2048 точек), а размер области являлся входным параметром (обычно 34 мкм). Программа считывала нормированный экспериментальный профиль интенсивности, затем вычисляла профиль по формулам (1), (4) для заданных значений R, R₀, интерполировала экспериментальный профиль на точки расчетной сетки и вычисляла сумму квадратов отклонений. На каждом шаге график экспериментального и расчетного профилей записывался в файл. Типичный пример графика показан на рис. 4. Задача состояла в том чтобы, варьируя значения параметров Rи R₀, добиться наилучшего совпадения кривых. Заметим, что это часто удавалось с хорошей точностью. Варьирование параметров можно было проводить как вручную, так и используя автоматические процедуры. Первая из них просто вычисляла все точки на квадратной сетке. Вторая проводила поиск, вычисляя на каждом шаге ближайшие точки к заданной и смещаясь в точку с лучшим совпадением. При этом ранее вычисленные точки не пересчитывались.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ И ВЫВОДЫ

Как известно, когерентное фазово-контрастное изображение прозрачного объекта не описывает объект непосредственно, а является, по сути, голограммой специального вида. При этом изображение одного и того же объекта на разных расстояниях, во-первых, увеличивается, а во-вторых, меняет саму свою структуру. По этой причине в работе [10] было предложено сравнивать сразу



Рис. 5. Параметры сечения микротрубки, определенные из изображений на разных расстояниях от образца и для трех близких сечений вдоль оси трубки с номерами *1–3*. Буквой Т отмечены поперечные диаметры, а буквой L – продольные.

всю серию изображений одной и той же микротрубки на разных расстояниях. При этом предполагалось, что сама микротрубка имеет цилиндрическое сечение, и фактически был определен средний радиус этого сечения.

Однако последующий, более тонкий анализ с помощью программы FIMTIM показал, что предположение о цилиндрическом сечении не всегда верно. Изучаемая микротрубка может иметь сильно вытянутое эллиптическое сечение, и, более того, в нескольких местах это сечение может поворачиваться при движении вдоль оси трубки. С другой стороны, в таких условиях экспериментальная регистрация одного и того же сечения на разных расстояниях требует очень точной настройки схемы эксперимента. Иначе неизбежны смещения изображения вдоль оси при изменении расстояния. По этой причине необходимо делать подгонку параметров сечения по каждому расстоянию отдельно. Если параметры найдены правильно, то они не должны зависеть от расстояния. В таком подходе независимость параметров от расстояния является критерием как правильности постановки эксперимента, так и процедуры подгонки

На рис. 5 показаны определенные методом подгонки диаметры сечения микротрубки из данных, полученных на разных расстояниях для трех близких сечений в участке изображения, отмеченном стрелкой на рис. 2. Видно, что полученные параметры слабо меняются как в зависимости от расстояния, так и при небольшом сдвиге сечения вдоль оси. Однако продольный диаметр микротрубки равен всего 1 мкм, в то время как поперечный диаметр равен 5 мкм. Этот результат является довольно неожиданным и получен впер-



Рис. 6. Параметры сечения микротрубки для различных точек вдоль оси трубки, определенные по изображениям на расстоянии от образца 55 и 45 см. Буквой Т отмечены поперечные диаметры, а буквой L – продольные.

вые. Более того, рассматривая другой участок изображения, мы обнаружили интересный эффект закручивания микротрубки, при котором ее сечение меняет параметры при движении вдоль оси трубки. На рис. 6 показаны диаметры сечения в зависимости от положения сечения вдоль оси трубки, полученные для расстояний 45 и 55 см. Хотя точность определения параметров и невелика, но достоверно видно, что в некоторых участках трубка имеет сильно вытянутое вдоль пучка эллиптическое сечение с поперечным диаметром 0.5 мкм и продольным диаметром 5.5 мкм, которое достаточно быстро (на участке длиной 80 мкм) поворачивается поперек пучка.

Полученные результаты позволяют сделать вывод об эффективности метода компьютерного моделирования при определении структуры сечения микротрубок в карбиде кремния из фазовоконтрастных изображений в белом пучке СИ. При этом удается не только получить реальные параметры, но и зафиксировать их динамику при движении вдоль оси микротрубки. Мы рассчитываем, что дальнейшее развитие этого метода позволит повысить надежность и достоверность результатов. Работа В. Г. Кона поддержана грантами РФФИ 05-02-16702, 07-02-00067 и НШ 6869-2006-2. Экспериментальная часть работы поддержана грантом Creative Research Initiatives (Functional X-ray Imaging) of MOST/KOSEF и РФФИ (грант № 06-02-16244).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

 Krishna P., Jiang S.-S., Lang A. R. // J. Cryst. Growth. 1985. V. 71. P. 41.

- 2. Huang X. R., Dudley M., Vetter W. M. et al. // Appl. Phys. Lett. 1999. V. 74. P. 353.
- 3. Frank F.C. // Acta Crystallogr. 1951. V. 4. P. 497.
- 4. *Kamata I., Tsuchida H., Jikimoto T., Izumi K. //* Jpn. J. Appl. Phys. Part 1. 2000. V. 39. P. 6496.
- Gutkin M. Yu., Sheinerman A. G., Argunova T. S. et al. // J. Appl. Phys. 2006. V. 100. P. 093518.
- 6. *Snigirev A., Snigireva I., Kohn V. et al. //* Rev. Sci. Instrum. 1999. V. 66. P. 5486.
- Cloetens P., Barrett R., Baruchel J. et al. // J. Phys. D: Appl. Phys. 1996. V. 29. P. 133.
- Milita S., Madar R., Baruchel J. et al. // Mater. Sci. Eng. 1999. V. 61–62. P. 63.
- Hwu Y., Hsieh H. H., Lu M.J. et al. // J. Appl. Phys. 1999. V. 86. P. 4613.
- 10. Kohn V. G., Argunova T. C., Je Jung Ho. // Appl. Phys. Lett. 2007. V. 91. P. 171901.
- 11. Vodakov Yu. A., Roenkov A. D., Ramm M. G. et al. // Phys. Status. Solidi. B. 1997. V. 202. P. 177.
- 12. http://vkacl.narod.ru
- 13. Бахвалов Н.С. Численные методы. М.: Наука, 1973. 631 с.

Computer Simulation of Phase-Contrast Images in White Synchrotron Radiation on an Example of Micropipes in Silicon Carbide

T. S. Argunova, V. G. Kohn, Jung Ho Je

The method of computer simulation of phase-contrast images in white synchrotron radiation for a determination of section parameters of micropipes in a silicon carbide developed. The experiments are made on the third generation source of synchrotron radiation, Pohang Light Source, Pohang, Republic of Korea. The effective spectrum of synchrotron radiation, which forms the images, has a relatively strong maximum at the energy 16 keV, and this fact conserves coherence in necessary limits. A presented computer program allows one to find automatically the diameters of elliptical section of the mictopipe from the condition of coincidence of calculated and experimental profiles. The micropipes are shown to have a strongly stretched elliptical section which can rotate when moving along the pipe axis.