

**КИЇВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ  
і.м.ТАРАСА ШЕВЧЕНКА**

На правах рукопису

**КЛАДЬКО ВАСИЛЬ ПЕТРОВИЧ**

УДК 548.731+548.734

**ВПЛИВ ТОЧКОВИХ ДЕФЕКТІВ І ЇХ АСОЦІАЦІЙ НА РОЗСИВАННЯ  
РЕНТГЕНІВСЬКИХ ПРОМЕНІВ РЕАЛЬНИМИ КРИСТАЛАМИ  
НАПІВПРОВІДНИКІВ**

01.04.07 - фізика твердого тіла

**А В Т О Р Е Ф Е Р А Т**  
дисертації на здобуття наукового ступеня  
доктора фізико-математичних наук

**Київ - 2000**

Дисертацією є рукопис.

Робота виконана в Інституті фізики напівпровідників НАН України

*Науковий консультант*

доктор фізико-математичних наук Мачулін Володимир Федорович  
Інститут фізики напівпровідників НАН України, завідувач відділом

*Офіційні опоненти:*

Доктор фізико-математичних наук, професор Новиков Микола Миколайович,  
Київський Національний університет ім.Т.Г.Шевченка.

Доктор фізико-математичних наук, професор Раранський Микола Дмитрович,  
Чернівецький державний університет, завідувач кафедри фізики твердого тіла.

Доктор фізико-математичних наук, ст. наук. співробітник Михайлов Ігор Федорович,  
Харківський державний політехнічний університет, завідувач лабораторії.

Провідна установа: Інститут металофізики НАН України ім.Г.В.Курдюмова (відділ  
теорії твердого тіла) м.Київ

Захист відбудеться ‘‘22’’ травня 2000 р. о 14<sup>30</sup> годині

на засіданні спеціалізованої вченої ради Д 26.001.23 в Київському університеті  
ім.Тараса Шевченка за адресою: м.Київ, 03650, проспект Академіка Глушкова,6.

З дисертацією можна ознайомитись у бібліотеці Київського університету ім.Тараса  
Шевченка.

Автореферат розіслано ‘‘21’’ квітня 2000 р.

Вчений секретар

спеціалізованої вченої ради,

професор

Охріменко Б.А.

**ЗАГАЛЬНА ХАРАКТЕРИСТИКА РОБОТИ.**

Дисертація присвячена експериментальному дослідженню закономірностей дифракції рентгенівських променів (РП) для структурних та квазізаборонених рефлексів (КЗР) в широкому інтервалі довжин хвиль, включаючи область К-країв поглинання компонент, розробці на основі одержаних результатів нових методів структурної діагностики (точкові дефекти (ТД), нестехіометрія) моноатомних та бінарних кристалів, а також вивченню впливу зовнішніх збуджень на трансформацію системи власних точкових дефектів сполук  $A^3B^5$ .

**Актуальність теми.** Одним з найбільш принципових питань в загальній проблемі дефектоутворення є встановлення зв'язку між умовами одержання і обробки кристалів та вмістом в них власних точкових дефектів (ВТД) структури. Перебіг процесів, обумовлених взаємодією ВТД з дислокаціями, таких як формування атмосфер і областей збіднення навколо дислокацій, викликає появу неоднорідностей в кристалах (областей з різною стехіометрією і мікродефекти). Масове виробництво кристалів  $A^3B^5$  з відносно високою густиною дислокацій ( $N_d \sim 10^5 - 10^6 \text{ см}^{-2}$ ) обумовлює необхідність вивчення механізмів утворення ВТД та мікродефектів (МД), оскільки структурні неоднорідності впливають на структурнозалежні властивості кристалів (електричні, оптичні і т.п.). Якість цих матеріалів і приладів на їх основі у значній мірі визначається відхиленням від стехіометрії, а також типом та концентрацією ТД, котрі впливають на електрофізичні властивості і масоперенос. Останній багато в чому визначає технологію обробки кристалів при виготовленні на них приладів і стійкість структурного стану, що виникає внаслідок спрямованої дії на кристал.

Особливу роль у формування і зміну властивостей кристалів вносять ТД, які можуть мимоволі, або цілеспрямовано, вводиться при спеціальних обробках і обумовлювати кінетику дефектоутворення, закономірності дифузії, навіть в рівноважних умовах. Особливі специфічні ситуації виникають при протіканні ряду нерівноважних процесів: іонна імплантація, механічна обробка, і т.д. Тому вивчення цих ефектів має велике значення для поглибленого розуміння їх впливу на фізичні процеси в напівпровідникових матеріалах і структурах на їх основі.

Одним з найбільш інформативних напрямків дослідження дефектів кристалічної ґратки є використання методів рентгенівської дифракції. Оскільки більшість макроскопічних властивостей кристалів визначається статистичними характеристиками їх структури, то важливого значення набувають дифрактометричні

дослідження інтегральних характеристик дефектної структури. Разом з тим, як відомо, точкові дефекти досить слабо впливають на дифракційну картину розсіювання рентгенівських променів і лише при об'єднанні їх в асоціації, як, показав М.О.Кривоглаз [1], чутливість зростає пропорційно до розмірів дефекту. Недавні теоретичні дослідження показали перспективність використання, для цієї мети, так званих, квазізаборонених рефлексів (КЗР). Це дає можливість аналізувати точкові дефекти на атомному рівні, за рахунок зміни фазових співвідношень в структурному факторі. Однак, для рефлексів цього типу, практично невідомими є основні закономірності динамічного розсіювання рентгенівських променів, вплив різних типів дефектів на характер дифракції. Ряд цікавих ефектів виникає і при дослідженнях дифракції рентгенівських променів з використанням КЗР для довжин хвиль, близьких до К-країв поглинання компонент бінарних кристалів (аномальна дисперсія РП). Зокрема, для них існує область довжин хвиль, де дійсна частина структурного фактора рівна нулю. Це вимагає відповідної корекції в формулах для інтегральної відбиваючої здатності. Пошук нових підходів до вивчення точкових дефектів, вимагає дослідження динамічних ефектів дифракції РП для квазізаборонених рефлексів в широкому інтервалі довжин хвиль. Перспективною, на наш погляд, є можливість комплексних досліджень для структурних та КЗР, що дозволить контролювати як параметри структурної досконалості, введені в динамічній теорії розсіювання РП В.Б.Молодкіним [2], так і стехіометрію кристалів. Вивчення цих явищ представляє значний інтерес не тільки з точки зору розуміння механізмів взаємодії РП з реальними (які містять дефекти структури) кристалами, для довжин хвиль, де є значним вплив аномальних ефектів розсіювання, але й з практичної точки зору для розвитку неруйнуючих способів діагностики кристалів.

Тому із вищесказаного слідує, що дана робота присвячена вивченню актуальної проблеми як фізики дифракції РП, так і задач напівпровідникового матеріалознавства.

**Зв'язок роботи з науковими програмами, планами, темами.** Робота відповідає основним науковим напрямкам діяльності Інституту фізики напівпровідників НАН України, закріплених його Статутом і виконувалась у відповідності до тем:

1. "Пошук і дослідження фізико-хімічних принципів формування і параметричного контролю напівпровідникових багаточарових структур для реєстрації і перетворення випромінювань в рентгенівському, оптичному і ІЧ - діапазонах

- спектру” (Розпорядження Президії АНУ №160 від 19.02.92 номер держреєстрації 0193U030087);
2. “Дослідження динаміки нерівноважних дефектів, що обмежують функціональні параметри вузькозонних напівпровідникових матеріалів та структур в процесі їх природної та стимульованої деградації” (Розпорядження Президії НАН України №321 від 29.03.91, номер держреєстрації 0193U030345);
  3. “Розробка фізико-хімічних основ технологій створення та функціональна діагностика кристалів і структур (приладів) для реєстрації та перетворення енергії інфрачервоного випромінювання на базі напівпровідникових сполук і вузькощілинних розчинів” (Постанова бюро ВФА НАН України, протокол №9 від 20.12.94р., номер держреєстрації 0195U010992, 1994-1999);
  4. “Комплексні дослідження впливу міждефектної взаємодії в кристалах *Si*, *Ge*, *GaAs*, КРТ і МРТ на кінетику електронних процесів в термодинамічно рівноважних і нерівноважних умовах” Постанова бюро ВФА НАН України, протокол №9 від 20.12.94 р., номер держреєстрації 0195U024512, 1994-1999).

**Мета роботи.** Основною метою даної роботи є вивчення закономірностей розсіювання рентгенівських променів з різними довжинами хвиль, включаючи області К-країв поглинання компонент, для квазізаборонених рефлексів, в монокристалах, що містять дефекти 1 і 2 роду по класифікації Кривоглаза, а також порушення стехіометрії. При цьому передбачалося розглянути можливість розділення впливу спотворень структури різної природи і відхилення від правильного складу (нестехіометрія) на параметри розсіювання РП. Вирішення цих задач планувалось використати для дослідження механізмів формування структурної неоднорідності та поведінки точкових дефектів і їх конгломератів в кристалах  $A^3B^5$  та кремнію під впливом зовнішніх збуджень, а також встановлення можливих кореляцій змін в структурі з основними електрофізичними і оптичними властивостями кристалів.

В процесі виконання роботи вирішувались такі **основні наукові завдання**:

1. Дослідити характер лауе-дифракції рентгенівських променів для КЗР поблизу К-країв поглинання компонент бінарних кристалів з близькими та різними значеннями атомних номерів компонент. Це дозволило встановити наявність маятникових осциляцій інтенсивності для неполяризованого пучка РП в довгохвильовій області К-краю поглинання атомів *Ga*.

2. Вивчити вплив дефектів та нестехіометрії на характер товщинних осциляцій інтенсивності для КЗР, що дозволило запропонувати методика контролю нестехіометрії та характеристик розсіювання РП.
3. Теоретично і експериментально вивчити вплив нестехіометрії на характер розсіювання РП поблизу К-країв поглинання компонент бінарних кристалів у випадку брегівської дифракції, що особливо важливо для розробки методик дослідження тонких приповерхневих шарів та епітаксійних структур.
4. Дослідити вплив дефектів та пружних деформацій на характер просторового розподілу брег-дифрагованих пучків РП.
5. Дослідити вплив дислокацій на характер перерозподілу точкових дефектів в кристалах.
6. Виявити вплив механічної обробки зразків на поведінку точкових дефектів в процесі релаксації пружних деформацій, внесених цією обробкою.
7. Вивчити процеси трансформації в системі точкових дефектів монокристалів кремнію та сполук АЗВ5 під впливом зовнішніх чинників (інфрачервоного лазерного опромінення, іонна імплантація, гідростатичне стискування).
8. Моделювання експериментальних ситуацій з допомогою ЕОМ для встановлення характеру процесів розсіювання при різних умовах дифракції (рівня поглинання, ступеня асиметрії дифракції та ін.).
9. Розвиток апаратурно-методичної бази для контролю точкових дефектів і нестехіометрії в кристалах.

**Наукова новизна** роботи полягає в тому, що в ній вперше отримані такі наукові результати :

1. В бінарних кристалах з близькими порядковими номерами атомів підґраток для довжин хвиль поблизу К-країв поглинання компонент у випадку Лауе-дифракції для КЗР мають місце динамічні ефекти розсіювання РП (товщинні осциляції інтенсивності та різке згасання ефекту Бормана). Параметри динамічних ефектів (період осциляцій) залежать від ступеня пошкоджень структури і характеру композиційних спотворень. Одночасне використання структурних і квазізаборонених рефлексів дає змогу коректно визначити як характеристики дефектів, так і параметри нестехіометрії.
2. Для довжин хвиль РП, розташованих між двома К-краями поглинання компонент, де дійсна частина структурного фактора для КЗР бінарних кристалів рівна нулю, ІВЗ визначається лише величиною уявної частини цього дифракційного параметру.

Характер динамічної дифракції РП у вказаному інтервалі довжин хвиль визначається співвідношенням дійсної та уявної частин структурного фактора КЗР бінарного кристала.

3. В геометріях Лауе- та Брегг-дифракції існує мінімум в енергетичній залежності ІВЗ, котрий викликаний наближенням до нуля дійсної частини коефіцієнта розкладу Фур'є поляризованості кристалу. Характер зміни положення мінімумів інтенсивності в області довжин хвиль поблизу К-країв поглинання компонент визначається порушеннями композиції (нестехіометрією), які впливають на величину структурного фактора (розсіюючої здатності) окремих підґраток. На основі співставлення експериментальних і теоретичних залежностей ІВЗ для КЗР та їх мінімумів може бути визначена степінь нестехіометричності, а також характеристики мікродефектів бінарних кристалів.
4. В реальних сильнопоглинаючих кристалах та плівкових структурах вклад дифузної складової ІВЗ при використанні КЗР теж істотній, хоча і значно менший, ніж для структурних рефлексів, і його необхідно враховувати для коректного визначення параметрів дефектів.
5. Інверсія характеру динамічного розподілу диференційної інтенсивності дифракційного пучка, який проходить через кристал, для КЗР в області довжин хвиль РП, розташованих між К-краями поглинання компонент, пов'язана зі зміною в ґратці *GaAs* характеру локалізації блохівських хвиль порівняно із структурними рефлексами.
6. Розвинуті фізичні основи нового неруйнуючого рентгенодифракційного методу одночасного контролю нестехіометрії бінарних кристалів на рівні  $\sim 10^{-5}$ , а також характеристик мікродефектів (розмір, концентрація). Базою для цього методу є вимірювання товщинних осциляцій інтенсивності в геометрії Лауе, або енергетичних залежностей ІВЗ для КЗР і структурних рефлексів в області існування мінімуму ІВЗ (геометрія Лауе та Бреґга).
7. Осцилюючий характер релаксації ефекту далекодії в кристалах *GaAs* та *InAs* визначається різними швидкостями переміщення точкових дефектів в полях пружних деформацій, викликаних механічною обробкою поверхні кристалів.
8. Виявлена аномальна поведінка температурної залежності інтегральної відбивної здатності при бреггівській дифракції для КЗР в кристалах *GaAs* та *InSb* з відхиленнями композиційного складу.

Одержані в роботі результати та обґрунтовані наукові положення складають основу **нового наукового напрямку** - дослідження ефектів динамічної взаємодії рентгенівських променів з врахуванням явищ їх аномальної дисперсії з ґраткою реальних кристалів бінарних сполук, що містять не лише структурні дефекти різної природи, але й порушення композиції (нестехіометрії), для створення неруйнуючих методів діагностики стану точкових дефектів і їх асоціацій.

**Практичне значення одержаних результатів** полягає в тому, що в результаті проведених досліджень були встановлені невідомі раніше закономірності розсіювання рентгенівських променів з довжинами хвиль поблизу К-країв поглинання атомів компонент бінарних сполук для квазізаборонених рефлексів. Встановлено динамічний характер розсіювання рентгенівських променів для квазізаборонених рефлексів в бінарних кристалах і досліджено вплив різних дефектів на поведінку інтегральної інтенсивності у випадках Лауе та Бреґґа, що стало фізичною основою для розробки неруйнуючих методів контролю стану точкових дефектів та нестехіометрії, а також процесів дефектоутворення і формування структурних неоднорідностей в сполуках  $A^3B^5$  та кристалах кремнію під впливом зовнішніх збурень.

Одержані результати можуть бути використані для подальшого розвитку теорії дифракції рентгенівських променів для квазізаборонених рефлексів, при відпрацюванні технологічних умов вирощування кристалів і епітаксійних структур, при імплантації домішок.

**Ступінь достовірності** отриманої інформації забезпечувалась методично коректною постановкою експерименту, залученням до інтерпретації результатів добре апробованих схем розрахунків та даних кількох незалежних експериментальних методик, з яких отримані близькі значення характеристик дефектів і параметрів нестехіометрії, а також внутрішньою несуперечністю отриманих результатів та запропонованих моделей.

**Апробація роботи.** Результати роботи, які лягли в основу дисертації, доповідались і обговорювались на таких конференціях, нарадах і семінарах: II Всесоюзній нараді по комплексній програмі "Рентген" (Чернівці, 1987 р.), V Міжнародній конференції "Властивості і структура дислокацій в напівпровідниках"(Москва, 1986 р.), VIII Міжнародній школі "Дефекти в кристалах" (Щирк, Польща, 1988 р.), IV Всесоюзній нараді по когерентній взаємодії випромінювань з речовиною (Юрмала, 1989 р), III Всесоюзній нараді по комплексній програмі "Рентген" (Чернівці, 1989 р), конференції



по динамічному розсіюванню рентгенівських променів з динамічними і статичними спотвореннями (Кацивелі, 1990 р), республіканській конференції "Фізика і хімія межі поділу вузькощілинних напівпровідників" (Львів, 1990 р), III Всесоюзній конференції "Фізика і технологія тонких напівпровідникових плівок" (І.-Франківськ, 1990 р.), III Всесоюзній конференції "Фізичні основи надійності і деградації приладів" (Кишинів, 1991 р), (Н.Новгород, 1993 р), IV Міжнародній конференції "Фізика і технологія тонких плівок" (І.-Франківськ, Україна, 1993 р), Міжнародній конференції MRS-94 (Страсбург, Франція, 1994 р), Міжнародній конференції по синхротронному випромінюванню (Гренобль, Франція, 1997 р), 12 Міжнародній конференції по росту кристалів (Єрусалим, Ізраїль, 1998 р), 4 Міжнародній школі і симпозиумі по синхротронному випромінюванню в природничих науках (Яшовець, Польща, 1998 р.), III Міжнародній школі і симпозиумі по фізиці матеріалів (Яшовець, Польща, 1998 р.), SPIE Proceeding, (Київ, Україна, 1998 р.), Міжнародній конференції РСНЭ-99 (Москва, Росія, 1999 р.), 18 Міжнародній конференції "X-ray and Inner-Shell Process" (Чикаго, США, 1999 р.), Міжнародній конференції "Workshop-99" (Фраскати, Італія, 1999 р.), Міжнародній конференції по методах рентгенографічної діагностики недосконалостей в кристалах, котрі використовуються в науці та техніці (Чернівці, Україна, 1999 р.), а також наукових семінарах ІФН НАН України, ІМФ НАН України, ІТЕ та ІФ Польської академії наук.

**Публікації.** Основні результати дисертації опубліковано в 35 наукових роботах, перелік котрих міститься у кінці автореферату (5 статей - одноосібні).

**Особистий внесок автора.** Особистий внесок автора. В дисертації представлені результати досліджень, виконаних автором самостійно [13,20-22,24], а також разом із співавторами в яких автору належить: постановка досліджень [1-9, 11-13, 16-28, 30-35], теоретичне обґрунтування [1—8, 11-13, 16-35], експериментальні результати рентгенодифракційних досліджень [1-28, 31-35], математичні розрахунки, інтерпретація та написання статей [1-35]. Автору належать також висновки всіх глав, загальні висновки і основні положення, що виносяться на захист. Електрофізичні і оптичні дослідження проводились спільно з співробітниками відділів №20, 38 Інституту фізики напівпровідників НАН України.

#### **Основні методики досліджень:**

1.Рентгенівська дифрактометрія в одно-, двох- та трьохкристальних схемах.

2. Рентгенівська топографія в різних варіантах.

3. Числові розрахунки та комп'ютерне моделювання.

Допоміжні: *SIMS*, електрофізичні та оптичні вимірювання.

**Структура та обсяг роботи.** Дисертація складається із вступу, 6 розділів, основних результатів та висновків. Робота викладена на 335 сторінках машинописного тексту, містить у собі 80 малюнків та 21 таблицю. Перелік літератури складається з 246 найменувань вітчизняних та зарубіжних авторів.

## ОСНОВНИЙ ЗМІСТ РОБОТИ

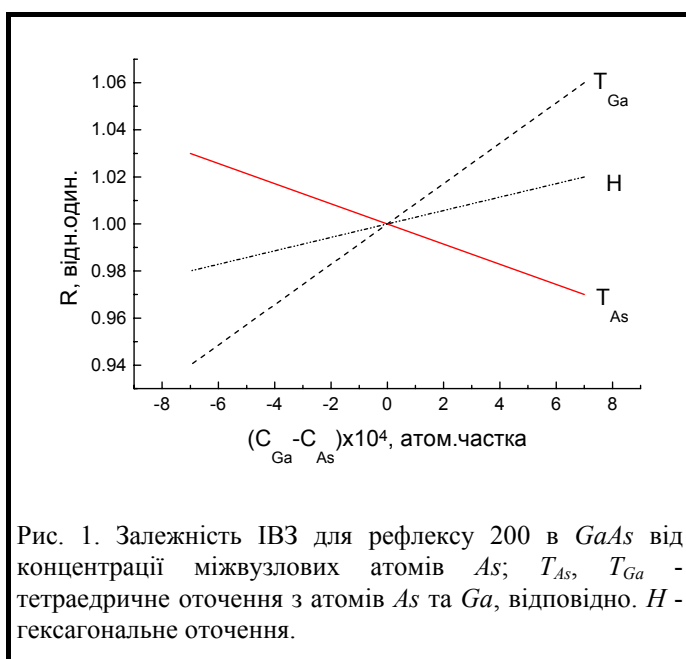
У **вступі** обґрунтовується актуальність вибраної теми досліджень, сформульовані мета та основні завдання роботи, її наукова новизна, практична значимість отриманих результатів, подані положення, котрі виносяться на захист, а також відомості про апробацію.

У **першому розділі** викладені експериментальні результати та проведений теоретичний аналіз впливу точкових дефектів та нестехіометрії кристалів на параметри розсіювання рентгенівських променів при бреггівській дифракції в кінематичному наближенні. Сформульовані основні фізичні принципи контролю нестехіометрії при дифракції РП для квазізаборонених рефлексів.

Наступний параграф присвячений теоретичним і експериментальним дослідженням впливу типу власних точкових дефектів та домішкових атомів, а також їх локалізації в ґратці на величину ІВЗ для КЗР. Зокрема, використовуючи основні моделі твердого розчину в межах області гомогенності сполук  $A_3B_5$  і враховуючи положення вузлів в елементарній ґратці, отримані вирази для структурної амплітуди і атомної долі дефектів, для різних довжин хвилі РП і типу рефлексів. Проведена оцінка мінімальної межі детектування величини концентрації ВТД. Допускаючи відхилення у вимірюваннях інтегральної інтенсивності ( $I$ )  $\sim 0,1\%$ , отримано граничні значення концентрації основних дефектів  $A_{Si}$ ,  $V_{As}$ , які визначаються нашими методами і становлять :  $3.41 \cdot 10^{-5}$ ,  $2.431 \cdot 10^{-5}$ ,  $2.61 \cdot 10^{-5}$ , відповідно для  $CuK\alpha$ ,  $MoK\alpha$ ,  $AgK\alpha$  випромінювань. Ці величини менші, ніж розрахункові концентрації ВТД в  $GaAs$ .

З аналізу результатів слідує, що значення концентрації ВТД, визначеної з вимірювань ІІ КЗР практично не залежить від типу дефектів при надлишку будь-якого з компонентів сполуки, якщо розрахунок проводиться в рамках моделі розупорядкування по Френкелю і Шоткі. Принципово важливим результатом є визначення типу оточення міжвузлових атомів миш'яку в елементарній комірці при розупорядкуванні по Френкелю  $GaAs_{1-y}(As)_y$ , завдяки різному ходу концентраційних залежностей ІІ, в залежності від локалізації дефекта рис.1. Отримано вирази для структурного фактора і концентрації домішки у випадку розчину заміщення.

З метою доведення однозначності визначення параметра нестехіометрії і відокремлення впливу дислокацій на величини ІВЗ КЗР досліджувався її розподіл



вздовж пластини в кристалах, котрі відрізнялись формою розподілу дислокацій.

Встановлено, що між розподілом ІВЗ та густини дислокацій  $N_d$  існує як пряма, так і обернена кореляція котра пояснюється різним співвідношенням атомних формфакторів компонент  $f_A$  і  $f_B$  в кристалах ( $f_{Ga} < f_{As}$  для  $GaAs$  та  $f_{In} > f_{As}$  для  $InAs$ ). Таким чином, одержані результати є прямим

доказом впливу зміни нестехіометрії на величину ІВЗ.

Запропонований механізм формування структурних неоднорідностей в кристалах  $GaAs$  та  $InAs$ , котрий полягає в насиченні дислокаційних областей компонентами 5 групи завдяки різній рухливості ВТД. Це приводить, з одного боку, до зміни співвідношення "вакансія-міжвузловий атом", а з іншого, до порушення стехіометрії в різних областях кристала. В макромасштабі це приводить до формування структурних макронеоднорідностей.

Проведене співставлення змін інтенсивності полоси люмінесценції з енергією 1.49ев, обумовленої випромінювальними переходами вільних електронів на нейтральні атоми вуглецю в миш'яковій підгратці  $GaAs$  і концентрації вакансій миш'яку  $[V_{As}]$  по

радіусу пластини нелегованого напівізолюючого (НІН)  $GaAs$ . Показано, що експериментально не спостерігається детальної кореляції зміни інтенсивності полоси люмінесценції  $I_{1,49}$  та параметра нестехіометрії вздовж пластини. Це пов'язано з деякою рекомбінаційною неоднорідністю і неоднорідним випаданням вакансій  $As$  під час росту кристалів.

Наступний параграф присвячений дослідженню впливу зовнішніх збурень на трансформацію в системі точкових дефектів в кристалах  $A^3B^5$ . Зокрема, методом аналізу КЗР та електрофізичних вимірювань досліджувалась поведінка системи точкових дефектів (ТД)  $GaAs$ , котрий опромінювався ІЧ-лазером в області прозорості з густиною потужності, меншою порогу теплового руйнування. Досліджувались леговані  $Sn$  та  $Te$  з різними концентраціями кристали  $GaAs$ , а також нелеговані. Лазерне випромінювання (ЛВ), взаємодіючи з кристалами  $GaAs:Te$  ( $n_{300}=2 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-3}$ ), зменшувало  $\Pi$  КЗР, що свідчить про зміну стехіометрії кристалів в бік надлишку галію. Аналогічні зміни проходять і в кристалах з меншою концентрацією домішки  $Te$ , але в цьому випадку графік  $\Pi$  не перетинає стехіометричного значення. Лазерностимульовані перетворення в  $GaAs$  з різною концентрацією домішки олова приводять на противагу  $GaAs:Te$  до росту  $\Pi$ , що відповідає відхиленню від стехіометрії в бік надлишку  $As$ .

Дослідження залежності коефіцієнта Холла від часу опромінення в кристалах  $GaAs$ , котрі спочатку мали n-тип провідності ( $Sn$  і  $Te$  дрібні донори у вузлах  $Ga$  і  $As$  відповідно), повністю корелюють з поведінкою  $\Pi$  КЗР 200. В кристалах  $GaAs:Te$  концентрація електронів в процесі опромінення росла ( $n_{300}=(3-8) \cdot 10^{18} \text{ см}^{-3}$ ), а в кристалах  $GaAs:Sn$  зменшувалась. Більше того із збільшенням дози опромінення зразки, леговані  $Sn$ , змінили тип провідності з електронного на дірковий ( $p_{300}=7,9 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-3}$  і  $p_{300}=1,7 \cdot 10^{11} \text{ см}^{-3}$ ) для різних концентрацій домішки. Різниця в поведінці  $\Pi$ , а також Холлу полягає в тому, що домішка  $Sn$ , оскільки всі вузли металічної ґратки зайняті, починає заповнювати вакансії  $As$  (котрий при надлишку  $Ga$  є домінуючим ТД), що приводить до інверсії типу провідності ( $Sn_{As}$  - акцептор), і росту  $\Pi$ , а домішка  $Te$  заповнює вакансії в підґратці металу ( $Te_{Ga}$  - донор), що викликає збільшення концентрації електронів і зменшення  $\Pi$ . Отримані залежності  $\Pi$  від часу опромінення, потужності опромінення, концентрації і природи домішки. Обговорюється питання про перерозподіл  $\Pi$  в кристалах з несиметричною обробкою поверхонь.

Досліджено вплив лазерного випромінювання на точкові дефекти *InAs*, котрий має вузьку заборонену зону і вузьку область гомогенності. Показано, що змінюючи густину потужності ЛВ можна значно зменшити об'ємну долю спотворень в ґратці, що приводить до росту рухливості носіїв струму в області низьких температур. Лазеростимульовані зміни конфігурації ТД досягають  $10^{19} \text{ см}^{-3}$ , але тільки незначна їх кількість є електроактивною і дає вклад в концентрацію носіїв струму.

Встановлено, що в кристалах з дірковим типом провідності у вихідному стані спостерігається область з аномально високою рухливістю носіїв струму, котра може бути обумовлена впорядкуванням сукупності заряджених центрів в області низьких температур.

**Другий розділ** присвячений дослідженням структурних перетворень системи точкових дефектів в кристалах *GaAs*, викликаних механічною обробкою поверхні напівпровідників, а також при опроміненні нейтронами.

Досліджений вплив механічної обробки поверхні кристалів (шліфування, різка) на розподіл деформаційних полів, трансформацію в системі точкових дефектів та фізичних властивостей сполук  $\text{A}^3\text{B}^5$ . Експериментально досліджений вплив глибини порушеного шару на розподіл деформаційних полів і макрозгин системи епітаксійний шар-підкладка - порушений шар.

Проведений теоретичний аналіз одержаних результатів з врахуванням пружньо-пластичного стану порушеного шару і макрозгину системи. Порівняння теоретичної залежності кривини системи від товщини підкладки з експериментом підтвердило істотний перерозподіл пружніх деформацій в системі при механічних обробках за рахунок введення додаткових дефектів.

Проведені дослідження впливу механічних обробок кристалів  $\text{A}^3\text{B}^5$  на анізотропію розподілу деформаційних полів (макрокривини). Встановлено, що механічна обробка (шліфування) неробочої сторони пластин *GaAs*, легованих *Te*, впливає на величину деформацій і спектри фотолюмінесценції (ФЛ) на робочій поверхні. Цей вплив залежить від густини дислокацій. Показано, що шліфування призводить до зменшення інтенсивності крайової смуги ФЛ  $I_K$  для пластин із комірковою структурою дислокацій і збільшення її в малодислокаційному матеріалі. Ця обробка призводить також і до протилежної поведінки дефектно-домішкової смуги з енергією максимуму випромінювання 1,24 - 1,26 еВ (80К), обумовленими випромінювальними переходами в комплексах "власний дефект - домішка" (зростання

інтенсивності в дислокаційних кристалах). Це пов'язується з домінуючою роллю вихідної дефектної структури пластин *GaAs*.

Дослідження товщинної залежності ефекту далекодії показало визначальний вплив на генерацію і рекомбінацію ВТД не товщини знятого шару, а виду збудження (амплітуда, частота пружних хвиль). Було встановлено осцилюючий часовий характер залежності ІВЗ КЗР, котрі характеризують зміни в системі ТД. Період і амплітуда осциляцій зменшувались з часом. Проведений теоретичний аналіз цього ефекту показав, що осцилюючий характер викликаний наявністю в кристалі ВТД декількох типів і з різними швидкостями їх дифузії в полях деформацій. Запропоновано пояснення механізму утворення нерівноважних дефектів в полях деформацій та метод оцінки їх концентрації.

П'ятий параграф присвячений дослідженням впливу нейтронного опромінення на поведінку ТД в *GaAs*. Встановлена еволюція розмірів мікрodefektів при зміні дози опромінення і концентрації домішки, обговорюється механізм утворення дефектів (розупорядкованих областей).

Встановлено, що в зразках *GaAs* з різним типом провідності, але однаковою концентрацією легуючої домішки (легування *Sn* або *Zn*) ( $N_{Zn} = N_{Sn}$ ) спостерігається практично однаковий характер зміни розмірів областей розупорядкування з дозою  $\Phi_n$ , що також свідчить про роль легуючої домішки, як ефективних стоків для ТД. Найбільш істотні зміни в системі ТД відбуваються при опроміненні дозою  $\Phi_n = 10^{16}$  нейтр/см<sup>2</sup>.

Однак, не зовсім повна кореляція ІІ КЗР та густини дислокацій, а також деяка різниця між ІВЗ, розрахованою по моделі ідеально-мозаїчного кристала і по динамічній теорії, свідчить про те, що кінематична теорія розсіювання РП не зовсім адекватно відображає дефектну структуру реальних кристалів. Причиною цьому є те, що інтегральна відбиваюча здатність в кінематичній теорії не залежить від дефектів структури (змінюється лише співвідношення між її складовими: дифузною та когерентною). Тому використання цього наближення теорії розсіювання РП для контролю нестехіометрії можливе лише в дуже досконалих кристалах, або сильно спотворених. Всі інші випадки, а це більшість реальних монокристалів, будуть знаходитись десь посередині. А тому для повного опису дефектної структури і стехіометрії (хімічної однорідності) реальних бінарних кристалів необхідно

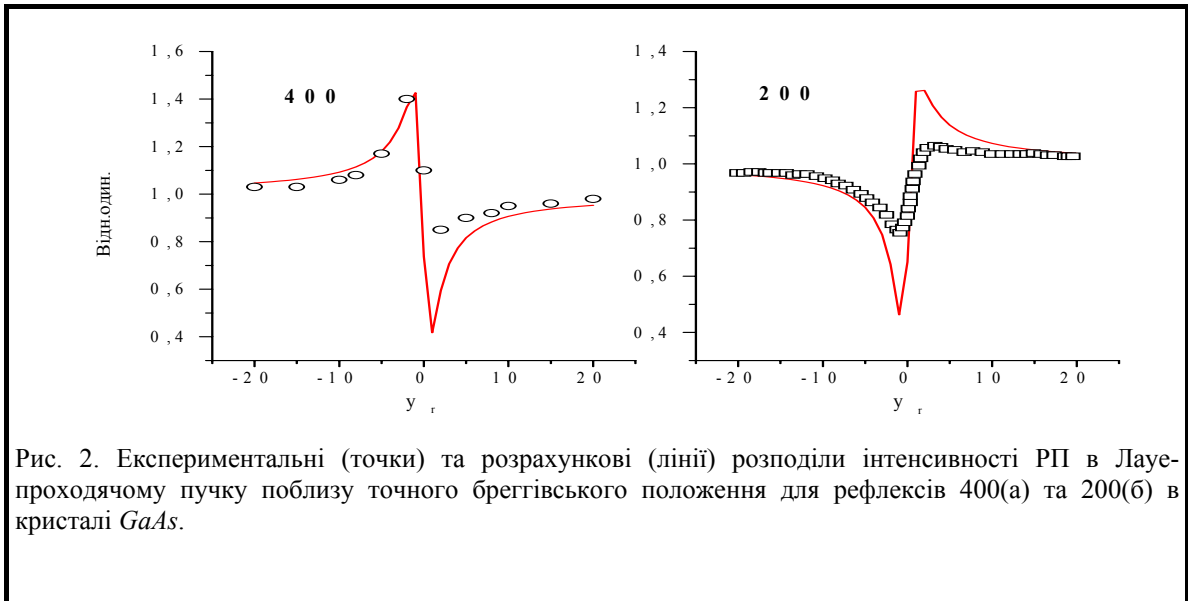
використовувати динамічну теорію розсіювання РП, яка враховує зміну ІВЗ під впливом дефектів структури. Обґрунтуванню цього підходу присвячені розділи III - V.

**Третій розділ** присвячений дослідженням динамічних ефектів при розсіюванні РП для КЗР в бінарних кристалах та розробці фізичних основ неруйнівних методів контролю точкових дефектів в реальних кристалах.

Експериментально та теоретично досліджені закономірності розсіювання РП у випадку лауе-дифракції в широкому інтервалі довжин хвиль, включаючи область поблизу К-країв поглинання компонент в кристалах АЗВ5. Встановлено, що розсіювання РП для КЗР має динамічний характер, про що свідчить наявність маятникових осциляцій інтенсивності на товщинних залежностях ІВЗ. Проаналізований характер цих товщинних залежностей (осциляцій інтенсивності) в широкому інтервалі зміни структурної досконалості кристалів. Показано, що наявність в кристалах об'ємних дефектів приводить до зростання ІВЗ за рахунок дифузної (некогерентної) складової розсіювання.

Розглянуто питання впливу дефектів структури і нестехіометрії на величину ІВЗ, а також період маятникових осциляцій інтенсивності, як для “структурних”, так і КЗР для довжин хвиль поблизу К-країв поглинання. Ще одним підтвердженням динамічного характеру дифракції РП для КЗР може служити і поведінка заломленого Т-пучка, котрий аномально розповсюджується при дифракції в напрямку падіння первинного пучка.

Була встановлена зміна характеру кутового розподілу інтенсивності Т-пучка для короткохвильової області К-краю поглинання атомів галію, що пов'язано з особливістю локалізації на атомах ґратки вузлів блохівських хвиль, або хвильових полів. У випадку звичайного рефлексу 400 блохівська хвиля №1, яка слабо поглинається, домінує при  $\theta < \theta_B$  ( $\theta_B$  -точне значення кута Бреґга) і тут спостерігається пік інтенсивності і екстинкційний провал при  $\theta > \theta_B$  (рис.2). У випадку ж 200 рефлексу блохівська хвиля №2, яка локалізована на атомах *As* і слабо поглинається, домінує навпаки при кутах  $\theta > \theta_B$  (пік інтенсивності), в той час, як поле 1, яке локалізується на легких атомах *Ga*, подавлене при  $\theta < \theta_B$ . Оскільки у випадку КЗР вузли обох блохівських хвиль локалізуються на атомних рядах різних підґраток, то фізично це означає, що більш легкі атоми *Ga* стають більш поглинаючими, ніж важкі атоми *As*.



Третій параграф присвячений методичному обґрунтуванню використання однокристалного рентгенівського спектрометра для вимірювання ІВЗ у випадку неполяризованого гальмівного випромінювання.

У наступному параграфі теоретично проаналізована поведінка динамічного коефіцієнта відбивання, або амплітуди блохівської хвилі в кристалі, в залежності від параметра  $h = \mu \cdot t \cdot \varepsilon \cdot c / \gamma$ , де  $\varepsilon, c, \gamma$  - відповідно, коефіцієнт локалізації блохівських хвиль на атомах ґратки, поляризаційний фактор та косинус бреггівського кута (рис.3). Показано, що завдяки малому значенню структурного фактора для КЗР 200 ( $F_{200} = 4(f_{As} - f_{Ga})$ ), ( $f_{As} \approx f_{Ga}$ ) порівняно з 400, період маятникових осциляцій інтенсивності в першому випадку істотно більший, ніж у другому. Оскільки вклад блохівської хвилі (поля), яке слабо поглинається, різко спадає з ростом параметра  $h$  для 200, то сума всіх складових коефіцієнта відбиття для КЗР близька до нуля вже при  $h = 0.7$ , в той час, як для 400 осциляції інтенсивності зникають лише при  $h = 4.5$ , а повна амплітуда рівна вкладу хвилі, що поглинається слабо. Тому ефект Бормана для КЗР не проявляється, бо вклад блохівської хвилі, яка слабо поглинається, швидко наближається до нуля. Таким чином, якщо для структурних (сильних) рефлексів за областю товщинних осциляцій існує область аномального проходження, то для КЗР вперше встановлено, що спостерігається лише область маятникових осциляцій. При цьому показано, що для опису товщинних залежностей ІВЗ у випадку КЗР можна використовувати наближені формули динамічної теорії розсіювання для тонкого непоглинаючого кристала. Як відмічалось вище, для кристалів з близькими атомними номерами компонент *GaAs* ефект Бормана для КЗР за рахунок малості динамічного



параметру  $\varepsilon$  відсутній вже при  $\mu \cdot t > 5$  бо інтерференційний коефіцієнт поглинання  $\mu_i = \mu_0(1 - \varepsilon)$  наближається до  $\mu_0$  і пучок РП буде поглинатись по нормальному закону. Отже розсіювання РП буде описуватись формулами кінематичної теорії.

Врахування наявності в кристалі хвильових полів з двома станами поляризації приводить до запису ІВЗ  $R_I$  у вигляді:

$$\bar{R}_I = (R_I^\sigma + R_I^\pi) / 2.$$

Не дивлячись на відомі інтерференційні биття між двома станами поляризації, осцилюючий характер  $\bar{R}_I$  зберігається для КЗР в усьому досліджуваному інтервалі товщин при роботі з неполяризованим випромінюванням рентгенівської трубки.

Експериментально встановлено

наявність маятникових осциляцій інтенсивності в кристалах з близькими атомними номерами компонент (*GaAs*) для товщинних залежностей II КЗР 200 поблизу К-краю поглинання *Ga* (рис.4). При цьому шляхом підгонки теоретичних залежностей до експериментальних, одержані параметри структурної досконалості кристалів, тобто статичний фактор Дебая-Валлера  $L$  і коефіцієнт екстинкції Дедерікса  $\mu_{DS}$ , а також зміну параметрів розсіювання в залежності від ступеня хімічної однорідності кристалів. Для КЗР 200 значення нормалізованої на величину кінематичної відбиваючої здатності  $R_I^K$  ІВЗ осцилює навколо величини рівної 1. Це означає, що реалізується випадок тонкого слабкопоглинаючого кристалу (хоча значення параметра  $\mu \cdot t$  одні і тіж, що і у випадку структурного рефлексу 400). Такий ефект обумовлений малим значенням коефіцієнта локальності поглинання хвильових полів  $\varepsilon$ . Результати експериментальних вимірювань засвідчили, що поведінку ІВЗ в реальному кристалі можна описати формулами динамічної теорії Молодкіна [2]. Вперше обгрунтоване використання для вимірювань довжин хвиль, розташованих лише в довгохвильовій області К-краю поглинання, де можна оптимізувати величини дифракційних параметрів.

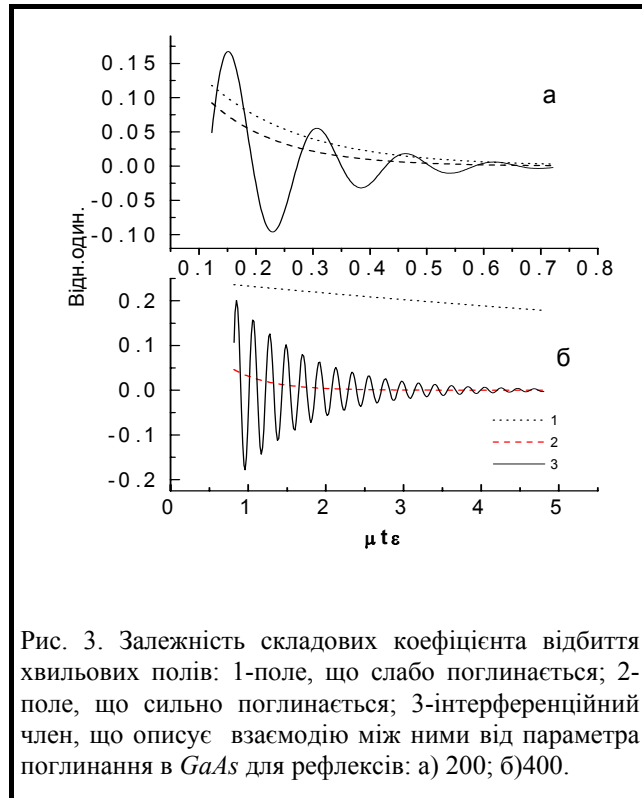


Рис. 3. Залежність складових коефіцієнта відбиття хвильових полів: 1-поле, що слабо поглинається; 2-поле, що сильно поглинається; 3-інтерференційний член, що описує взаємодію між ними від параметра поглинання в *GaAs* для рефлексів: а) 200; б) 400.

П'ятий параграф присвячений експериментальному дослідженню маятникових осциляцій ІВЗ для КЗР в кристалах *GaP*, компоненти якого значно відрізняються

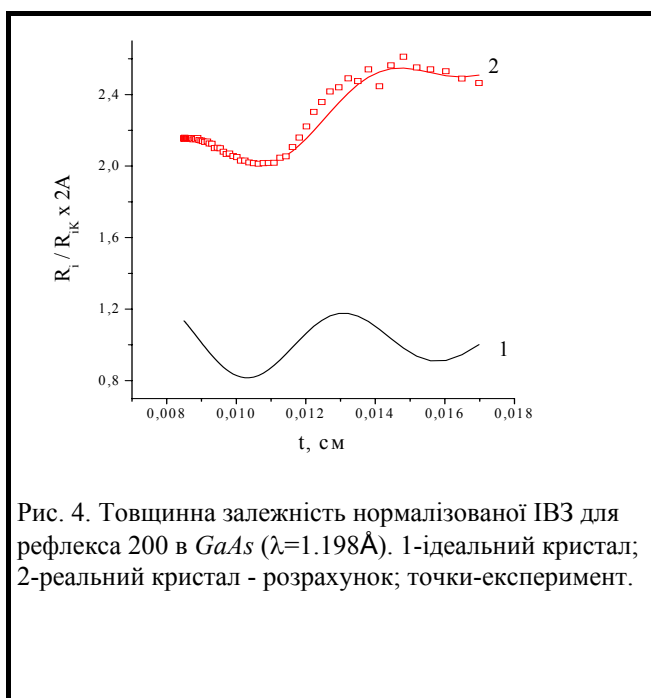


Рис. 4. Товщинна залежність нормалізованої ІВЗ для рефлекса 200 в *GaAs* ( $\lambda=1.198\text{\AA}$ ). 1-ідеальний кристал; 2-реальний кристал - розрахунок; точки-експеримент.

атомними номерами ( $f_{Ga} > f_P$ ),

порівняно з компонентами *GaAs*.

Експериментально показана можливість спостереження маятникових осциляцій інтенсивності (МОІ) для КЗР при використанні гальмівного неполяризованого випромінювання в кристалах *GaP*, які характеризуються великою різницею атомних формфакторів компонент.

Встановлено, що у випадку КЗР чутливість МОІ до відхилень

в хімічному складі для *GaP* більш слабка, ніж в *GaAs*, хоча і достатня для контролю змін в підгратках *GaP* за рахунок заміщення її вузлів атомами важких елементів. Використання асиметричних відбиттів в експериментах з КЗР дозволяє істотно зменшити період осциляцій, збільшуючи таким чином їх число в даному товщинному інтервалі. Наслідком такого підходу можна підвищити точність підгонки результатів теоретичних розрахунків до експериментальних значень ІВЗ.

У четвертому розділі вивчались особливості поведінки ІВЗ для КЗР у випадку лауе-дифракції РП з довжинами хвиль, розташованими між К-краями поглинання компонент арсеніду галію. Теоретично проаналізований характер розсіювання РП при умові рівності нулю дійсної частини структурного фактора. Атомний фактор розсіювання  $f$  має вигляд  $f = f_0(h) + f'(\omega) + f''(\omega)$ , де  $f'(\omega)$  та  $f''(\omega)$  - відповідно дійсна та уявна поправки Хенля. Ці поправки особливо істотні поблизу К-країв поглинання атомів компонент. Реалізувати умову  $f_0(h) + f'(\omega) = 0$  можливо при вимірюваннях поблизу К-країв поглинання двома шляхами: 1) використанням рефлексів з великими індексами ( $f_0$  зменшується з ростом вектора дифракції  $\vec{h}$ ); 2) використанням для вимірювань КЗР та області довжин хвиль, розташованої поміж К-

країв поглинання ( $\lambda_K^{As} < \lambda < \lambda_K^{Ga}$ ). Показано, що в цій області  $\lambda$  для КЗР типу  $h + k + l = 4n + 2$  уявна частина функції атомного розсіювання  $f''(\omega)$  виявляється значно більшою ніж дійсна. З допомогою вимірювання та обчислень ІВЗ встановлено, що розсіювання РП в області довжин хвиль, де  $\chi_{rh} = 0$  описується лише уявною частиною структурного фактора (рис.5). При цьому показано, що енергетична залежність ІВЗ в цій області добре описується в рамках модифікованої теорії [3], яка збігається з результатами розрахунків

за формулами для ідеального кристалу [4] при врахуванні вкладів в  $\chi_{rh}$  дійсної та уявної частини. Встановлена наявність вказаного мінімуму на енергетичній залежності інтегральної інтенсивності. Показано, що положення мінімуму не співпадає з  $\chi_{rh} = 0$  і в реальному кристалі залежить від рівня стехіометрії кристалу. Важливо, однак, підкреслити, що положення мінімуму інтенсивності не залежить від наявності в кристалі

дефектів структури типу дислокацій. Проаналізована чутливість енергетичного положення мінімуму до відхилення в хімічному складі кристалів а також встановлені граничні концентрації атомів компонент та домішок, які можна аналізувати при певних параметрах рентгенівського пучка (ширини спектрального вікна).

Третій параграф розділу присвячений розгляду процедури підгонки теоретичних енергетичних залежностей ІВЗ до експериментальних значень, а також точності визначення параметрів структурної досконалості і нестехіометрії реального кристалу.

Наступний параграф цього розділу присвячений аналізу впливу дефектів I та II роду за класифікацією Кривоглаза на характер розсіювання РП в області довжин хвиль ( $\lambda_K^{As} < \lambda < \lambda_K^{Ga}$ ). Експериментально встановлена залежність параметрів структурної досконалості  $L$  і  $\mu_{ds}$  від параметрів дифракції ( $\chi_{rh}, \lambda$ ) яка згідно з теорією Дедерікса описується законом  $\sim 1/\lambda^2$ . Також встановлено, що в цьому енергетичному інтервалі

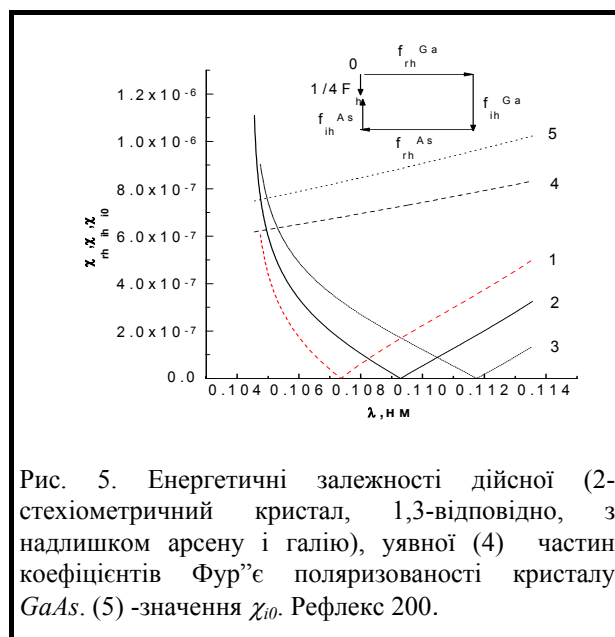


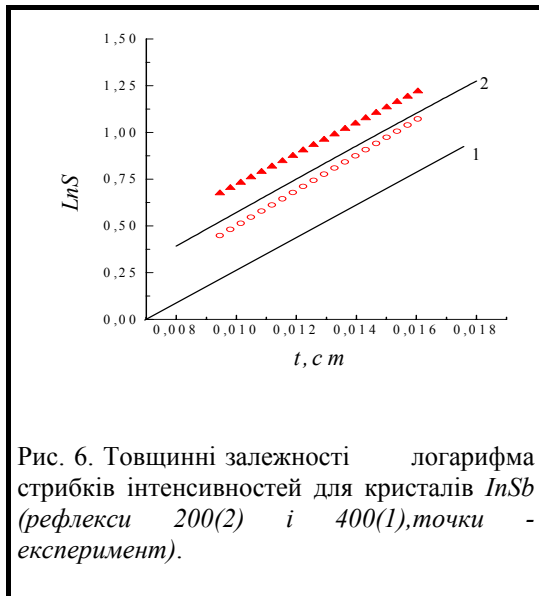
Рис. 5. Енергетичні залежності дійсної (2-стехіометричний кристал, 1,3-відповідно, з надлишком арсену і галію), уявної (4) частин коефіцієнтів Фур'є поляризованості кристалу *GaAs*. (5) -значення  $\chi_{i0}$ . Рефлекс 200.

параметр  $L$  залежить від вектора дифракції як  $L \sim (H \cdot \Lambda^2)$ , що відповідає згідно [5] дислокаційним кристалам.

Проаналізовано експериментальні результати по визначенню параметра нестехіометрії в реальних кристалах  $GaAs$ , а також механізми розсіювання РП для цих дефектів. Кореляція значень характеристик структурної досконалості  $L$ ,  $\mu_{DS}$  та параметра нестехіометричності  $\Delta$ , визначених з експериментальних товщинних та енергетичних залежностей ІВЗ, свідчить не лише про достовірність проведених розрахунків в широкому інтервалі довжин хвиль з допомогою формул динамічної теорії розсіювання РП для КЗР, яка враховує явища аномальної дисперсії, але й також про коректність застосування розглянутих методів та модельних наближень, застосованих при обробці експериментальних результатів. Показано, що для фіксованої товщини кристалів  $GaAs$  при використанні КЗР може виконуватись як динамічне, так і кінематичне наближення теорії розсіювання в залежності від вибраної довжини хвилі. В першому випадку, що відповідає найбільш поширеному на практиці, необхідно враховувати вплив структурних дефектів на розсіювання випромінювання. Для довжин хвиль характеристичного спектру ( $CuK_{\alpha}, CuK_{\beta}$ ), для яких поправки до атомного формфактору за рахунок аномальної дисперсії мають малі значення, кристали  $GaAs$  можуть вважатися такими, які розсіюють випромінювання, як ідеально-мозаїчні кристали. В результаті в цьому випадку товщина кристала може бути співрозмірна з довжиною екстинкції. Тому реальна дефектна структура, котра існує в кристалі, в цих дифракційних умовах може не братись до уваги, як це було зроблено в роботах японських дослідників.

Для коректного кількісного опису динамічного розсіювання РП в зразках  $GaAs$  із значною густиною дислокацій  $N_d \sim 10^4 \text{ см}^{-2}$  у випадку КЗР та в наближенні тонкого кристалу, необхідне введення в розрахунки такого значення параметру  $\mu_{DS}$ , яке залежить не лише від довжини хвилі випромінювання, але й визначається в значній мірі явищами аномальної дисперсії. Без врахування цієї обставини досягнути коректної апроксимації експериментальних значень ІВЗ розрахунковими залежностями  $R_I(t)$  при використанні КЗР не вдається.

П'ятий параграф розділу присвячений експериментальним дослідженням лауедифракції РП для КЗР поблизу  $K$ -країв поглинання атомів компонент  $InSb$ . Проаналізовані товщинні залежності ІІ дифрагованих пучків РП та їх стрибків поблизу  $K$ -краю поглинання  $In$ , ( $lnS$ ), в області малих рівнів поглинання. Встановлено, що для  $InSb$ , де значення екстинкційної довжини складає  $\sim 300$  мкм, що значно перевищує товщину зразків,  $lnS$  є лінійною функцією. Ця лінійність викликана тією обставиною, що даний товщинний інтервал попадає на перший максимум осциляції ІВЗ, що



описується відповідною функцією Бесселя. Однак даний випадок є частковим. В загальному випадку залежність  $lnS=f(t)$  повинна бути осцилюючою, як і ІВЗ. При цьому показано, що функція  $lnS=f(t)$  є чутливою до відхилення хімічного складу кристалу від стехіометричного. Про це якраз свідчить зсув цих залежностей, виміряних в різних областях кристала, вздовж осі ординат (рис.6). Проведені розрахунки показують, що відносна зміна ефективної концентрації

компонент  $\sim 0.01$  приводить до зміщення залежностей вздовж осі ординат на 20%.

**П'ятий розділ** присвячений дослідженням впливу статичних і динамічних (фононів) спотворень структури, а також нестехіометрії у кристалах  $GaAs$  та  $InSb$  на характер розсіювання РП в геометрії Брегга в режимі динамічної дифракції.

В другому параграфі даного розділу приведені формули, які дозволяють врахувати динамічні ефекти в дифузному розсіюванні і які описують в досить загальному вигляді залежність дифузного розсіювання від структурно-чутливих дифракційних характеристик недосконалих кристалів  $L_h$ ,  $\mu_{ds}$ ,  $\mu_{ds}^*$ . Для інтерпретації експериментальних результатів і визначення на їх основі макроскопічних характеристик дефектів (розміри, концентрація) необхідно було встановити їх зв'язок з цими характеристиками. Тому, для малодислокаційних кристалів, аналізується вплив дефектів кулонівського типу і нестехіометрії на енергетичну залежність характеристик брег-дифракції РП в умовах сильного поглинання та значного впливу явища аномальної дисперсії. Одержані вирази для когерентної та дифузної складових повної ІВЗ в кристалах з кулонівськими дефектами, поле деформацій яких спадає від центру по квадратичному закону. Встановлено, що формули динамічної теорії справедливі і у

випадку сильного поглинання при виконанні умови  $|\chi_{ih}| \gg |\chi_{rh}|$ , включаючи випадок  $|\chi_{rh}|=0$ . Теоретично проаналізована поведінка інтерференційного коефіцієнта поглинання хвильових полів для рефлексів 200 та 400, а також характер і умови дифракції РП в залежності від параметрів дефектів. Кутова залежність інтерференційного коефіцієнта поглинання (рис.7) визначає і поведінку кривих відбиття: для структурного рефлексу 400 з екстинкційним провалом в області повного зовнішнього відбиття та його відсутність для КЗР 200. Виявлена слабка чутливість ДР для КЗР 200 до дефектів структури в області довжин хвиль  $\lambda_{As}^K < \lambda < \lambda_{Ga}^K$ . Використання методики підгонки (описаної в розділі 4) теоретичних кривих

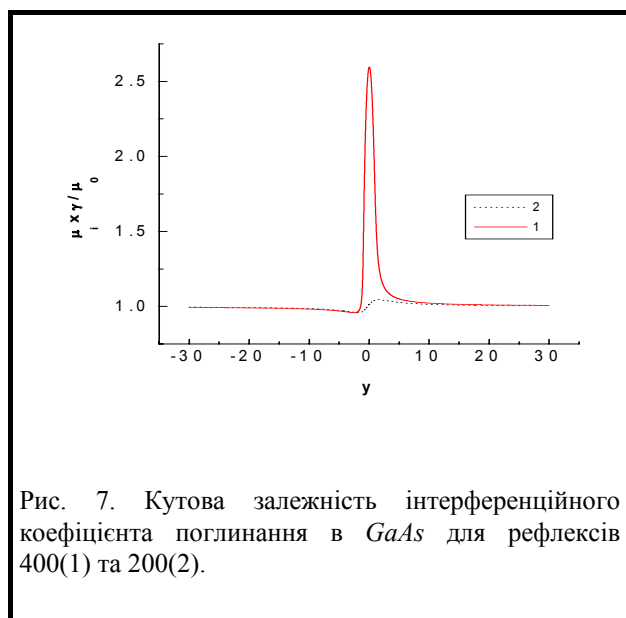
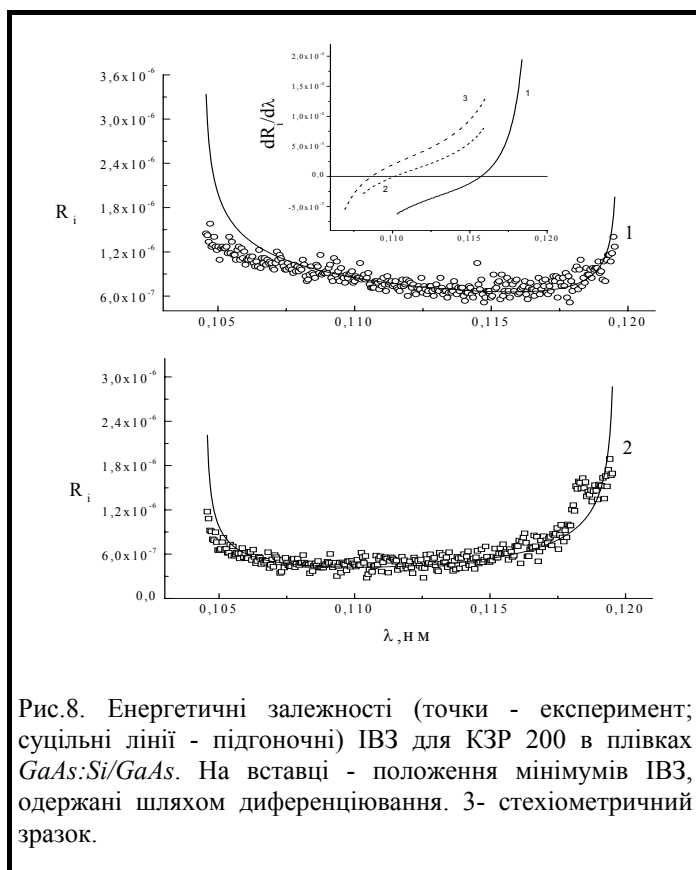


Рис. 7. Кутова залежність інтерференційного коефіцієнта поглинання в *GaAs* для рефлексів 400(1) та 200(2).

енергетичної залежності ІВЗ до експериментальних дозволило визначити не лише значення параметра нестехіометрії, але й характеристики кулонівських мікродефектів (їх розмір і концентрацію) для кристалів з різним відхиленням від стехіометрії :  $\Delta_1=0.047(1)$  і  $\Delta_2=0.008(2)$  рис.8.

Проведений аналіз поведінки дифрагованої інтенсивності неперервного спектру РП поблизу К-країв поглинання атомів *Ga* та *As* в

кристалах *GaAs*. Встановлено, що зміна нестехіометрії кристалів приводить до зміни величини структурного фактора, а це в свою чергу впливає на положення мінімумів інтенсивності в короткохвильових областях К-країв поглинання. Довгохвильові області К-країв поглинання виявились малочутливими до зміни нестехіометрії завдяки незначному вкладу дисперсійних поправок до функцій атомного розсіювання  $f_0$ .



Третій параграф присвячений дослідженням впливу нестехіометрії і статичних спотворень кристалів  $InSb$  на характер температурної залежності ІВЗ. Показано, що експериментальні значення ІВЗ знаходяться в проміжку між  $R_i^D < R^{exp} < R_i^K$  і в залежності від величини цього інтервалу проявляється різна чутливість до дефектів структури. У випадку  $R_i^D = R_i^K$  ІВЗ реального кристалу є нечутливою до дефектів. Для бінарних кристалів структурний фактор для КЗР має вигляд:

$$F_h = 4 \cdot \{c_\alpha \cdot f_\alpha \cdot \exp(-M_\alpha) - c_\beta \cdot f_\beta \cdot \exp(-M_\beta)\}, \text{ де } M_\alpha / M_\beta - \text{ температурні фактори Дебая-Валлера для підграток.}$$

В залежності від співвідношення  $M_\alpha / M_\beta$  та  $f_\alpha / f_\beta$  може спостерігатись різний характер залежності ІВЗ від температури: як її зростання, так і зменшення. Характер цих залежностей дуже чутливий до зміни хімічного складу компонент. Проаналізована чутливість ІВЗ різних ліній характеристичного спектру РП до стехіометрії і встановлено оптимальні умови для контролю цього параметра. Встановлені критерії переходу від динамічного до кінематичного режимів розсіювання РП в геометрії Брегга для КЗР.

Досліджено особливості впливу пружної деформації на ІВЗ брегівської дифракції РП при використанні КЗР. При цьому показано, що при точності вимірів інтенсивності  $\sim 0.1\%$  основний вклад в зміни ІВЗ вносить перерозподіл власних точкових дефектів (ВТД) в полі пружних деформацій.

Наступний параграф присвячений дослідженням епітаксійних структур  $GaAs:Si/GaAs$ , вирощених методом рідинно-фазної епітаксії. Встановлено, що параметр нестехіометрії епітаксійних структур в значній мірі залежить від їх структурної досконалості (наявності кулонівських центрів, збагачених кремнієм). Тому рівень

легування шарів атомами кремнію не завжди може корелювати з концентрацією носіїв струму, які залежать від числа атомів кремнію, що заміщують атоми власних компонент кристала. Показано, що контроль параметра нестехіометрії в таких об'єктах слід проводити з використанням методик, заснованих на ефектах динамічної теорії розсіювання РП.

Заключний параграф цього розділу присвячений дослідженням характеристик точкових дефектів методами аналізу просторового розподілу дифузного розсіювання РП навколо вузлів оберненої ґратки в плівкових структурах *GaAs:Si*. Експериментально, з допомогою трьохкристального спектрометра, і теоретично, використовуючи роботи Дедерікса, Молодкіна-Оліховського, досліджені карти розподілу дифузного розсіювання (ДР) навколо вузлів 200, 400, 600. Побудовані також розрахункові профілі інтенсивності, карти ізоліній, а також об'ємні зображення розподілу інтенсивності дифузного розсіювання в площині дифракції і на сфері Евальда, з яких методом підгонки до експериментальних даних, отримані параметри мікрodefektів. Одержана задовільна кореляція параметрів, отриманих різними методами, що свідчить не лише про коректність проведених вимірювань, але й відповідних формул згаданих теорій [2].

**Розділ шостий** присвячений дослідженням впливу різних фізичних факторів на поведінку точкових дефектів в кремнії. Такі дослідження планувались для накопичення досвіду роботи з цими об'єктами з метою проведення в майбутньому досліджень для заборонених рефлексів в кристалах з ґраткою алмазу з використанням синхротронних джерел випромінювання.

Результати проведених досліджень показали принципову можливість виділення дифузної компоненти з кривих просторового розподілу інтенсивностей дифрагованого в геометрії Бреґґа пучка в областях, де присутня і когерентна складова інтенсивності в зразках з однорідним розподілом дефектів, а також контролю параметрів структурної досконалості в кристалах з неоднорідним розподілом дефектів без обмежень на товщину досліджуваних зразків. Крім того, виявлене дифракційне явище зменшення ефективного поглинання дифузного розсіювання в структурно-неоднорідних кристалах, завдяки впливу внесків розсіювання в повну відбиваючу здатність від глибинних шарів з дуже пошкодженою структурою.

Наступний параграф розділу присвячений дослідженням специфічного класу дефектів, таких як прихований шар точкових дефектів, котрі виникають в процесі гальмування в кристалі високоенергетичних іонів. Методом числового розв'язку



рівнянь Такагі-Топена на прикладі імплантованого шару встановлено, що взаємодія рентгенівського хвильового поля з планарним дефектом має когерентний характер (відбиті хвилі зберігають характер первинних коливань, а також їх періодичність). Кожна межа захороненого шару взаємодіє з нульовим пучком РП незалежно, формуючи власне пряме дифракційне зображення на вихідній поверхні кристала.

Четвертий параграф присвячений аналізу чутливості інтенсивності брег-дифрагованої хвилі для різних енергетичних інтервалів рентгенівського випромінювання. Проаналізовано вклад в ІВЗ дифузної компоненти інтенсивності для жорсткого і м'якого випромінювань. Встановлено, що вклад екстинкційних коефіцієнтів для дифузної складової є значним для довгохвильового випромінювання, де вони є основним структурним параметром. Для короткохвильового випромінювання цей вклад незначний, що дозволяє при розрахунку параметрів структурної досконалості кристалів із експериментальних даних використовувати так зване однопараметричне наближення.

Наступний параграф присвячений вивченню впливу гідростатичного стиску на трансформацію дефектної структури кремнію при температурах розчинення кисневих кластерів. Проведені дослідження з використанням методів аналізу дифузного розсіювання навколо вузла оберненої ґратки показали, що гідростатичне стискування кристалів  $Si$  приводить до певного гальмування процесів розчинення кисневих кластерів в області їх ретроградного розчинення. При цьому відбуваються процеси поглинання більш малих кластерів великими. Причому з незначним ростом температури і часу обробки процеси сповільнення розчинення виявляються більш яскраво. Поєднання різних методик дослідження дефектної структури дозволило отримати близькі значення радіусів мікрodefektів у вихідному стані і виявити наявність у кристалах кластерів різних розмірів, що сформувались в умовах дії гідростатичного стиску, а також визначити їх основні параметри.

Шостий параграф присвячений дослідженням спотворень структури, котрі виникають в кристалах кремнію, опроміненого високоенергетичними іонами кисню та неону. Встановлено відмінності дефектної структури, що виникає при опроміненні монокристалічних зразків кремнію трикратно іонізованими іонами  $O^{+3}$  та  $Ne^{+3}$ , котрі мають близькі атомні маси та енергії опромінення. У випадку кисню з допомогою незалежних рентгенодифракційних методів виявлене покращення структурної досконалості кремнію, котре відбувається внаслідок хімічної взаємодії кремнію та

кисню в малих об'ємах кристалу, де формуються зародки фази  $SiO_x$ , котрі є стоками надлишкових точкових дефектів.

Заключний параграф останнього розділу присвячений дослідженням впливу гідростатичного стискування і відпалу на трансформацію дефектної системи в імплантованих іонами водню монокристалах кремнію. Виявлено, що зростання гідростатичного тиску зміщує область із спотвореною структурою на більші глибини кристалу за рахунок пружних деформацій, що виникають при перетворенні точкових дефектів під дією гідростатичного стиску і нагріву кристала.

### ОСНОВНІ РЕЗУЛЬТАТИ І ВИСНОВКИ

1. Вперше експериментально встановлено існування динамічних ефектів (маятникових осциляцій інтенсивності і різкого подавлення ефекту Бормана, який існує в дуже обмеженому інтервалі рівнів поглинання) для квазізаборонених відбиттів у випадку лауе-дифракції рентгенівських променів в бінарних кристалах з близькими значеннями функцій атомного розсіювання компонент ( $GaAs$ ). Показано, що інтегральна відбиваюча здатність, а також період її товщинних осциляцій для КЗР є чутливими як до дефектів структури (дислокацій, мікродефектів), так і до порушень композиційного складу (стехіометрії). Тому при визначенні рівня нестехіометрії необхідно враховувати величину статичного фактора Дебая-Валлера  $L$ , котрий можна визначити з незалежного аналізу маятникових коливань інтенсивності для "структурного" (сильного) рефлексу.
2. Для КЗР рентгенівських променів з довжинами хвиль, розташованими між К-краями поглинання компонент виявлена інверсія характеру розподілу диференційної інтенсивності дифракційного пучка, який розповсюджується в напрямку падіння первинного випромінювання. Це явище пов'язане зі зміною в ґратці  $GaAs$  характеру розподілу блохівських хвиль для КЗР в порівнянні зі структурним рефлексом. При цьому хвиля, що сильно поглинається у випадку структурного рефлексу, при КЗР локалізується на більш важких атомах миш'яку, і внаслідок резонансних явищ поглинається менше, ніж хвиля, що локалізується на атомах ґратки з меншим атомним номером (галій), вузли котрої у випадку звичайних рефлексів локалізовані на атомних рядах.
3. Встановлене практично повне подавлення аномального проходження рентгенівських променів (ефекту Бормана) для КЗР вже при незначних рівнях поглинання ( $\mu t > 4$ ), що пов'язане зі специфікою локалізації рентгенівських

блохівських хвиль в ґратці *GaAs*. Таке явище не існує у випадку “структурних” рефлексів, оскільки товщинні області проявлення маятникових коливань інтенсивності та ефекту Бормана значно віддалені одна від одної.

4. Одержані аналітичні вирази для дифузної та когерентної складових диференційної та інтегральної відбиваючих здатностей при бреггівській дифракції для КЗР в умовах сильного поглинання та впливу явищ аномальної дисперсії в кристалах з кулонівськими центрами деформації, поля яких спадають по квадратичному закону (кластери). При цьому показано, що формули динамічної теорії бреггівської дифракції для реального кристалу справедливі і в специфічному випадку, коли уявна частина коефіцієнта Фур’є поляризованості кристалу з урахуванням явищ аномальної дисперсії значно перевищує його дійсну частину, в тому числі і тоді, коли остання може дорівнювати нулю.
5. Вперше експериментально встановлено можливість динамічного характеру дифракції РП в області довжин хвиль, де дійсна частина структурного фактора рівна нулю, а характер розсіювання визначається лише уявною його частиною.
6. Показано, що аналізуючи енергетичні залежності відбиваючих здатностей при динамічному розсіюванні рентгенівських променів, як для “структурних”, так і для квазізаборонених відбиттів, можна визначити, не тільки “розмір” та концентрацію кулонівських деформаційних центрів, але й рівень композиційного відхилення реальних бінарних кристалів від стехіометричного стану. Для цього запропоновано застосовувати метод чисельної підгонки теоретичних залежностей відбивної здатності до експериментальних по декількох параметрах шляхом мінімізації функціоналу, відомого в теорії статистичної обробки експериментальних результатів.
7. Вперше досліджено особливості спектральної (енергетичної) залежності відбиваючої здатності реальних кристалів для РП з довжинами хвиль поблизу К-країв поглинання атомів підґраток бінарних кристалів у випадках лауе- та брегг-дифракції при КЗР. Встановлена значна чутливість положень характерних мінімумів інтенсивності у вказаній області довжин хвиль до порушень композиції підґраток, які впливають на величини структурних факторів. Обґрунтована рентгенодифракційна методика контролю ступеня нестехіометричності бінарних кристалів, що містять дефекти структури.
8. Показано, що з ростом температури може спостерігатись і аномальне зростання відбиваючої здатності для КЗР в бінарних нестехіометричних кристалах, в той час як

для звичайних, “структурних” рефлексів, температурний фактор Дебая-Валлера впливає лише в бік зниження цієї величини.

9. Досліджений вплив пружної деформації на характер поведінки відбивної здатності КЗР. Показано, що зміни інтегральної відбивної здатності викликані трансформацією системи точкових дефектів під впливом деформації кристалів. Встановлено критерій переходу від динамічного до кінематичного режимів розсіювання РП.
10. Встановлений і досліджений осцилюючий характер релаксації пружних деформацій, викликаних механічною обробкою поверхні кристалів. Дано можливе пояснення цього явища, яке полягає в різних швидкостях переміщення різних точкових дефектів в полі пружних деформацій. При цьому зміна величини їх коефіцієнтів дифузії може досягати кількох порядків.
11. На основі вивчення характеру розподілу відбиваючої здатності РП запропоновано механізм утворення структурних неоднорідностей в бінарних кристалах  $A^3B^5$ , суть котрого полягає в насиченні коттрелівських атмосфер дислокацій компонентом  $B^5$ , що приводить до зміни стехіометрії в інших областях кристала.
12. Досліджено вплив лазерного випромінювання інфрачервоного діапазону на трансформацію в системі точкових дефектів  $GaAs$  та  $InAs$ . Показано, що цей вплив приводить до зміни стехіометрії за рахунок заповнення домішковими і власними атомами вузлів підґраток, а також міжвузлових положень, що впливає на електричні та оптичні властивості бінарних кристалів.
13. На основі досліджень інтегральної відбивної здатності для КЗР в кристалах  $GaAs$ , опромінених нейтронами, встановлено, що дефекти, які формуються в цьому випадку, є комплексами вакансій і міжвузлових атомів, а також комплексами, що складаються з первинних дефектів і технологічних домішок в областях розупорядкування. Найбільш істотні зміни в системі точкових дефектів відбуваються при опроміненні з дозою  $10^{16} \text{см}^{-2}$ .
14. Теоретично проаналізовано вплив точкових дефектів різної природи на інтегральну відбиваючу здатність бінарного кристалу при КЗР. Показано, що значення концентрації точкових дефектів, визначених із величини інтегральної відбивної здатності, практично не залежать від конкретного типу дефектів при надлишку будь-якої з компонент при розупорядкуванні ґратки по Шоткі і Френкелю. Встановлена принципова можливість визначення локалізації (типу оточення) міжвузлових атомів “миш”яку і їх концентрації при розупорядкуванні по Френкелю. Проведений аналіз

показав можливість визначення концентрації ТД при вимірюваннях інтегральної відбивної здатності на рівні  $\sim 10^{-5}$  з точністю не нижче  $\pm 8\%$ .

15. Дослідження впливу високотемпературного гідростатичного стискування бездислокаційних кристалів кремнію, збагачених атомами кисню, на процес розчинення преципітатів  $SiO_x$  показало, що воно приводить до певного гальмування процесу розпаду цих дефектів в області температур їх ретроградного розчинення. При зростанні температури і часу обробки процес розчинення кисневих кластерів активізується. За допомогою незалежних методів вимірювань було встановлено наявність дефектів різних розмірів, а також розраховано їх основні параметри (характерний радіус та потужність)
16. Встановлена відмінність комплексних дефектних структур в бездислокаційних монокристалах кремнію, легованих киснем до граничних концентрацій, що опромінювались тричі іонізованими високоенергетичними атомами кисню або неону, які мають близькі маси та енергії. Встановлена також відмінність пошкоджень структури цих кристалів, що виникають при їх відпалі в області температур, де відбувається інтенсивна коагуляція точкових дефектів з формуванням преципітатів  $SiO_x$ .
17. Показана можливість істотного розширення товщинних меж застосування розробленої раніше методики контролю параметрів структурної досконалості зразків з неоднорідним (періодичним) розподілом планарних дефектів по об'єму зразка. При цьому виявлено дифракційне явище зменшення ефективного поглинання дифузного розсіювання рентгенівських променів в структурно-неоднорідних кристалах завдяки впливу внесків розсіювання в повну відбиваючу здатність від періодичних ростових шарів з пошкодженою структурою.
18. Шляхом моделювання можливого дифракційного експерименту методом чисельного розрахунку рівнянь Такагі-Топена для імплантованого шару встановлено, що для однорідного поля деформацій вздовж гладких границь розділу планарного дефекта і матриці спостерігається когерентний характер взаємодії рентгенівського хвильового поля з дефектом. При цьому виникають ефекти багаторазового дзеркального відбиття рентгенівського хвильового поля від границь двомірного планарного дефекта, а також явище переносу енергії первинного пучка вздовж границь планарного дефекту.
19. При математичному моделюванні явищ бреггівської дифракції короткохвильового випромінювання в неоднорідному полі деформацій вздовж захороненого шару

імплантованих атомів з неплоскою границею поділу “дефект - матриця”, яка є наслідком неоднорідного розподілу дефектів кулонівського типу, спостерігається розширення області дифракційної взаємодії падаючого рентгенівського пучка зі вказаним шаром за рахунок впливу локальних флуктуацій полів деформацій від вказаних індивідуальних точкових дефектів.

20. Зміни характеру дифракції рентгенівських променів, які вказують на інтенсифікацію розпаду твердого розчину кисню в області температур його розчинення в кремнії, свідчать про те, що цей процес протікає більш активно під дією високотемпературного гідростатичного стискування. Зростання величини гідростатичного стискування в області вказаних температур приводить до значного погіршення структурної досконалості бездислокаційних кристалів, що можливо свідчить про активізацію процесу кластероутворення.

Із одержаних в роботі результатів випливають такі **основні висновки**:

1. Коректне визначення параметрів структурної досконалості реальних кристалів (характеристики точкових дефектів і параметр стехіометрії) можливе лише при одночасному використанні та аналізі структурних і квазізаборонених рефлексів і лише в динамічному наближенні теорії розсіювання РП.
2. Теоретичні розробки, які враховують існування двох каналів розсіювання РП-когерентного та дифузного, а також застосування експериментальних методик, які дозволяють одночасно контролювати енергетичні залежності інтегральної відбивної здатності КЗР і структурного рефлексів дають підстави говорити про можливість визначення параметра нестехіометрії та характеристик точкових дефектів в широкому колі напівпровідникових матеріалів.

#### **Основний зміст дисертації опубліковано в роботах:**

1. Datsenko L.I., *Klad'ko V.P.*, KryshTAB T.G. X-ray diffraction studies of growth defects in III-V single crystals. // In **"Defect in Crystal"**. Proc. of the 8th Intern. School on defect in crystal. Szczyrk. - 1988-p.59-67.
2. *Кладько В.П.*, Крыштаб Т.Г., Даценко Л.И. Особенности рассеяния рентгеновских лучей для сверхструктурных отражений вблизи К-краев поглощения компонентов бинарных соединений на примере кристалла *InSb*. // **Кристаллография**. - 1989. - Т.34, в.5 - с.1083-1087.

3. Кладько В.П., Крыштаб Т.Г. Влияние упругой деформации на брэгговскую дифракцию рентгеновских лучей для квазизапрещенных отражений в монокристаллах *GaAs*. // **Укр.Фіз.Журн.** - 1989 - Т.34, №10 - с.1574-1575.
4. Кладько В.П., Крыштаб Т.Г., Даценко Л.И. Лауэ-дифракция рентгеновских лучей с различными длинами волн для квазизапрещенных отражений в бинарных монокристаллах. // Ред. **журнала УФЖ** - 1988 - ВИНТИ, N2004-B88.
5. Герко И.А., Хрупа В.И., Кладько В.П., Кисловский Е.Н., Меринов В.Н. Рентгеновские исследования структурной однородности кристаллов *CdTe*.// **Зав.лабор.**-1988. - Т.54, №3. - с.64-67.
6. Хрупа В.И., Кладько В.П., Кисловский Е.Н., Фомин А.В. Контроль толщины нарушенного слоя в структурно-неоднородных монокристаллах.// **Зав.лабор.**-1989. - Т.55, №4. - с.61-64.
7. Кладько В.П., Крыштаб Т.Г., Фомин А.В., Друзь Б.Л., Петров П.Н. Влияние механической обработки на изгиб монокристаллических пластин из сплава *GaAs*. // **Оптико-Механическая Промышленность**. - 1990, №10. - с. 49-51.
8. Кладько В.П., Крыштаб Т.Г., Хромяк К.Я., Фомин А.В. Влияние динамических и статических дефектов на интегральную рассеивающую способность кристаллов для квазизапрещенных отражений в геометрии Брэгга. // **Укр.Фіз.Журн.** - 1990. - Т.35, №4. - с. 594-598.
9. Кладько В.П., Крыштаб Т.Г., Семенова Г.А., Хазан Л.С., Башевская О.С. Влияние метода утонения подложки на распределение деформационных полей в эпитаксиальных *GaAs* структурах. // **ФТТ** - 1991 - Т.33, №11. - с.3192-3198.
10. Plyatsko S.V., Gromovoj Yu.S., Kostyunin G., Klad'ko V.P., Sizov F.F. Laser-assisted evaporation of high-quality narrow-gap thin films. // **Thin.Sol.Films** - 1992. - V.221. - p.127-131.
11. Кладько В.П., Крыштаб Т.Г., Семенова Г.Н., Свительский А.В. Изучение эффекта дальнего действия в монокристаллах *GaAs* с различной плотностью дислокаций. // **ФТП** - 1992 - Т.26, №11. - с.1932-1937.
12. Кладько В.П., Крыштаб Т.Г., Семенова Г.Н. Осциллирующая релаксация эффекта дальнего действия в *GaAs*.// **Письма в ЖТФ**.- 1992 - Т.18, №24. - с.1-5.
13. Семенова Г.Н., Кладько В.П., Крыштаб Т.Г., Садофьев Ю.Г. Структурные дефекты и фотолуминесценция слоев *In<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>As*.// **ФТП**, - 1993. - Т.27, №1. - с.162-167.

14. Кладько В.П. Вплив типу власних точкових дефектів на інтенсивність дифрагованих рентгенівських променів для квазізаборонених рефлексів. // **Укр.Фіз.Журн.** - 1994 - Т.39, №3. - с.330-334.
15. Власенко А.И., Гнатюк В.А., Копишинская Е.П., Кладько В.П., Крыштаб Т.Г., Лукьяненко В.И., Мозоль П.Е. Изменения структуры и морфологии поверхности эпитаксиальных слоев *CdHgTe* при наносекундном лазерном облучении. // **Поверхность.** - 1994 - №2. - с.60-66.
16. Семенова Г.Н., Кладько В.П., Крыштаб Т.Г. Релаксационные процессы в напряженных гетероструктурах на основе *GaAs* и *InP* (эффект дальнего действия). // **Оптоэлектр. и полупроводниковая техника.** - 1994 - в.28 - с.77-89.
17. Глинчук К.Д., Гурошев В.И., Кладько В.П., Прохорович А.В. О корреляции распределения интенсивности 'углеродной' полосы люминесценции с  $h\nu = 1.49$  эВ и концентрации вакансий мышьяка в *ПИН GaAs* кристаллах. // **Кристаллография.** - 1995 - Т.40, в.1. - с.113-116.
18. Кладько В.П., Пляцко С.В. Трансформация в системе точечных дефектов арсенида галлия, вызванная воздействием лазерного инфракрасного излучения. // **Письма в ЖТФ.** - 1996. - Т.22, №2. - с.32-36.
19. Пляцко С.В., Кладько В.П. Изменение структурных и электрофизических свойств арсенида индия инфракрасным лазерным облучением. // **ФТП** - 1997. - Т.31, №10. - с.1206-1210.
20. Сизов Ф.Ф., Козырев Ю.Н., Кладько В.П., Пляцко С.В., Огенько В.М., Шевляков А.П. Эпитаксиальные слои и сверхрешетки *Si/Si<sub>x</sub>Ge<sub>1-x</sub>*. Получение и структурные характеристики. // **ФТП** - 1997. - Т.31, в.8. - с.922-925.
21. Кладько В.П. Механізм формування структурної неоднорідності в монокристалах *A<sup>3</sup>B<sup>5</sup>* та її вплив на інтегральну інтенсивність квазізаборонених рентгенівських рефлексів. // **Укр.Фіз.Журн.** - 1997. - Т.42, №9. - с.1102-1104.
22. Кладько В.П. Аналіз нестехіометрії *GaAs* при вимірюваннях інтенсивності квазізаборонених рефлексів поблизу К-країв поглинання. // **Укр.Фіз.Журн.** - 1997. - Т.42, №7. - с.894-897.
23. Кладько В.П. Дифракция рентгеновских лучей с различными длинами волн для квазизапрещенных отражений и анализ нестехиометрии в бинарных кристаллах. // **Металлофизика и новейшие технологии.** - 1998. - Т.20, №1. - С.3-8.



24. Кладько В.П., Пляцко С.В. О влиянии легирующей примеси на процесс формирования разупорядоченных областей в *GaAs* при облучении быстрыми нейтронами. // **ФТП** - 1998. - Т.32, в.3. - С.261-263.
25. Кладько В.П. Осциллирующий характер диффузии точечных дефектов в деформационном поле, вызванном механической обработкой поверхности *InAs*. // **Металлофизика и новейшие технологии**. - 1998. - Т.20, №5. - С.45-49.
26. Кладько В.П., Даценко Л.И., Ткач И.И., Григорьев Д.О., Прокопенко И.В. Особенности лауэ-дифракции рентгеновских лучей для квазизапрещенных отражений в монокристаллах *GaAs* в области слабых и высоких уровней поглощения. // **Металлофизика и новейшие технологии**. - 1999. - Т.21, №3. - С. 3 - 9.
27. Auleytner J., Datsenko L., Klad'ko V., Machulin V., Melnyk V., Prokopenko I., Bak-Misiuk J., Misiuk A. Influence of hydrostatic pressure at the temperatures about 1500K on defect structure of Czochralski silicon.// **J.Alloys and Compounds**. - 1999. - V.286, №1-2. - P.246-249.
28. Даценко Л.И., Кладько В.П., Мельник В.М., Мачулин В.Ф. Особенности толщинных осцилляций интенсивности при рассеянии рентгеновских лучей вблизи *K*-края поглощения галлия для квазизапрещенных отражений.// **Металлофизика и новейшие технологии**. - 1999. - Т.21, №8 - С.46-54.
29. Klad'ko V.P., Grigoriev D.O., Datsenko L.I., Machulin V.F., Prokopenko I.V. Influence of absorption level on mechanisms of bragg-diffracted X-ray beams formation in real silicon crystals.// **Semiconductor Physics, Quantum Electronics & Optoelectronics**. - 1999. - V.2, №1. - P.157-162.
30. Datsenko L.I., Auleytner J., Misiuk A., Klad'ko V.P., Machulin V.F., Bak-Misiuk J., Zymierska D., Antonova L.V., Melnyk V., Popov V.P., Czosnyka T., Choinski J. Structure perfection variations of *Si* crystals grown by Czochralski or floating zone methods after implantation of oxygen or neon atoms followed by annealing.// **Semiconductor Physics, Quantum Electronics & Optoelectronics**. - 1999. - V.2, №1. - P.56-61.
31. Datsenko L., Zymierska D., Auleytner J., Kliger D., Machulin V., Klad'ko V., Melnyk V., Prokopenko I., Czosnyka T., Choinski J. Structural changes in *Cz-Si* single crystals irradiated with fast oxygen and neon ions.// **Acta Physica Polonica. A**.-1999.-V.96, №1.- P.137-142.
32. Кладько В.П., Даценко Л.И., Мачулін В.Ф. Вплив дефектів структури в *GaAs* на характер лауе-дифракції рентгенівських променів з довжинами хвиль, близькими до

- K*-країв поглинання атомів підграток. // **Укр.фіз.журн.** - 1999. - Т.44,№9. -С.1148-1154.
33. Мачулін В.Ф., Даценко Л.І., Кладько В.П., Мельник В.М. Особливості просторового розподілу дифузного розсіювання рентгенівських променів в структурно - неоднорідних кристалах. // **Укр.Фіз.Журн.** - 1999. - Т.44,№10. - С.1234-1240.
34. Datsenko L.I., Klad'ko V.P., Machulin V.F. Dynamical scattering of X-rays near the absorption K-edge and stoichiometry of binary crystals. //Proc. 18<sup>th</sup> Intern.Conference on ‘‘**X-ray and Inner-Shell Processes**’’. - Chicago (USA). - 1999. - P.349.
35. Кладько В.П., Даценко Л.І., Оліховський С.Й., Мачулін В.Ф., Прокопенко І.В. Аналіз нестехіометрії і характеристик мікродефектів при дифракції рентгенівських променів по Брегу. // **Науковий вісник Чернівецького університету. Фізика. Електроніка.** - 1999. - В.63. - С.28-36.

*Цитована література*

1. Кривоглаз М.А. Дифракция рентгеновских лучей и нейтронов в неидеальных кристаллах. -Киев: Наук.думка. 1983.- 408 с.
2. Даценко Л.И., Молодкин В.Б., Осинковский М.Е. Динамическое рассеяние рентгеновских лучей реальными кристаллами. - Киев: Наук.думка. 1988. - 197 с.
3. N.Kato// Acta Cryst. - 1992.- V.A48. - P.829-834.
4. Пинскер З.Г. Рентгеновская кристаллооптика. - М.:Наука, 1982. -392 с.
5. Хрупа В.И., Мачулин В.Ф. Рентгеновская диагностика структурного совершенства слабо искаженных кристаллов. -Киев: Наук.думка. 1995.-190 с.

**АНОТАЦІЯ**

КЛАДЬКО В.П. ‘‘Вплив точкових дефектів і їх асоціацій на розсіювання рентгенівських променів реальними кристалами напівпровідників’’.

Дисертація на здобуття наукового ступеня доктора фізико-математичних наук за спеціальністю 01.04.07 - фізика твердого тіла. - Київський національний університет ім.Т.Шевченка. Київ, 2000 р.

Дисертація присвячена вивченню динамічних ефектів взаємодії рентгенівських променів з врахуванням їх явищ аномальної дисперсії з ґраткою реальних кристалів бінарних сполук, що містять не лише структурні дефекти різної природи, але й

порушення стехіометрії. Експериментально встановлено динамічний характер розсіювання рентгенівських променів (маятникові осциляції інтенсивності, погасання ефекту Бормана) для квазізаборонених рефлексів (КЗР). В геометрії Лауе і Брегга встановлений мінімум на енергетичній залежності інтегральної відбивної здатності (ІВЗ), котрий викликаний наближенням до нуля дійсної частини коефіцієнтів Фур'є поляризованості кристала. Характер зміни положення мінімумів інтенсивності в області довжин хвиль поблизу К-країв поглинання компонент кристала визначається порушеннями композиційного складу (нестехіометрією), котрі впливають на величину структурного фактора (розсіюючої здатності) окремих підґраток. На основі співставлення експериментальних і теоретичних залежностей ІВЗ і їх мінімумів визначено ступінь нестехіометричності, а також характеристики мікродефектів бінарних кристалів.

Розроблені фізичні основи нового рентгенодифракційного методу одночасного контролю нестехіометрії бінарних кристалів на рівні  $\sim 10^{-5}$ , а також характеристик мікродефектів (розмір, концентрація). Базою для цього методу є вимірювання товщинних осциляцій інтенсивності в геометрії Лауе, чи енергетичних залежностей ІВЗ для КЗР і структурних рефлексів в області існування мінімуму ІВЗ (геометрія Лауе і Брегга).

*Ключові слова: динамічне розсіювання рентгенівських променів, квазізаборонені рефлекси, К-край поглинання, аномальна дисперсія випромінювання, маятникові осциляції інтенсивності, нестехіометрія, мікродефекти.*

#### ABSTRACT

KLAD'KO V.P. "The influence of point defects and their associations on X-ray scattering by real semiconductor crystals"

Doctor Phys.-Math. Sciences Thesis (speciality 01.04.07 - physics of solid state). Taras Shevchenko National University, Kyiv, 2000.

35 original scientific works, containing the experimental and theoretical results of investigations of X-rays scattering by real binary crystals for quasiforbidden reflections in the wide interval of wavelengths, near the absorption K-edges, are defended. The dynamical character of X-ray scattering (the pendulum oscillations of intensities, the suppression of the Borrmann effect) for the QFR was experimentally discovered. The formulas for coherent and

diffuse components of the integral reflectivity (IR) are obtained which are applicable for conditions of considerable influence of anomalous dispersion and strong absorption phenomena.

A special minimum of energy dependencies (on wavelength) was shown to exist where the real part of Fourier coefficient of susceptibility of binary crystal due to anomalous dispersion of radiation goes to zero both for the Laue and Bragg cases of diffraction. The position of the mentioned minimum of reflectivity for the wavelengths situated near the absorption K-edges of the crystal components are determined by composition distortion (nonstoichiometry), influencing the value of structure factor (scattering ability) of some sublattices. The parameter of nonstoichiometry as well as the characteristics of microdefects of the binary crystals can be determined on the basis of comparison of the experimental and theoretical thickness or energy dependencies of the IR.

The regularities of influence of Coulomb deformation centres (precipitates) and distortion of composition (nonstoichiometry) in semiconductor binary single crystals as well as that in epitaxial A<sub>3</sub>B<sub>5</sub> film structures in the energy IR dependencies for the X-rays Bragg- and Laue-cases of diffraction were studied.

A contribution of diffuse component of the IR for the QFR was shown to be considerable too, but to a lesser extent, than that for usual reflections. Nevertheless it should be taken into account for correct determination of the defect parameters. The inversion of the shape of dynamical differential intensity distribution for a diffractively transmitted T-beam in the case of the QFR was discovered in the wavelengths region of X-rays, situated between the absorption K-edges of components. This phenomenon is connected with alteration of the Bloch's waves localizations in a *GaAs* lattice for QFR in contrast with usual or "structural" reflections.

The physical basis of the new X-ray diffraction nondestructive method for testing of nonstoichiometry parameter of binary crystals at level of  $\sim 10^{-5}$ , as well as for determination and the of microdefects characteristics i.e. their sizes and concentration was developed. It is based on measurement the thickness intensity oscillations in the Laue -geometry, as well as on the energy dependencies of the IR for the QFR and "structural" reflexes in the Bragg case of diffraction.

*Key words: dynamical scattering of X-ray, quasi-forbidden reflections, absorption K-edge, anomalous dispersion phenomena, pendellösung fringes, nonstoichiometry, microdefects.*

## АННОТАЦИЯ

КЛАДЬКО В.П. ‘‘Влияние точечных дефектов и их ассоциаций на рассеяние рентгеновских лучей реальными кристаллами полупроводников’’.

Диссертация на соискание ученой степени доктора физико-математических наук по специальности 01.04.07 - физика твердого тела. - Киевский национальный университет им. Т.Шевченко, Киев, 2000 г.

Диссертация посвящена изучению динамических эффектов взаимодействия рентгеновских лучей (с учетом явлений аномальной дисперсии) с решеткой реальных кристаллов бинарных соединений, содержащих не только структурные дефекты различной природы, но и нарушения стехиометрии. Экспериментально установлен динамический характер рассеяния РЛ (маятниковые осцилляции интенсивности, погасание эффекта Бормана) для квазизапрещенных отражений. В геометрии Лауэ и Брэгга установлен минимум на энергетической зависимости ИОС, который вызван приближением к нулю действительной части коэффициентов Фурье поляризуемости кристалла. Характер изменения положения минимумов интенсивности в области длин волн вблизи К-краев поглощения компонент кристалла определяется дефектами структуры (нестехиометрией), которые влияют на величину структурного фактора (рассеивающей способности) отдельных подрешеток. На основе численного сопоставления величин экспериментальных и теоретических зависимостей ИОС и их минимумов определена степень нестехиометричности, а также характеристики микродефектов бинарных кристаллов.

Разработаны физические основы нового рентгенодифракционного метода одновременного контроля нестехиометрии бинарных кристаллов на уровне  $\sim 10^{-5}$ , а также характеристик микродефектов (размер, концентрация). Базой для этого метода является измерение толщинных осцилляций интенсивности в геометрии Лауэ, или энергетических зависимостей ИОС для КЗО и структурных рефлексов в области существования минимума ИОС (геометрия Лауэ и Брэгга).

*Ключевые слова:* рентгеновские лучи, квазизапрещенные отражения, К-край поглощения, аномальная дисперсия РЛ, маятниковые осцилляции интенсивности, нестехиометрия, микродефекты.