

УДК 548.5

ИЗУЧЕНИЕ ДИСЛОКАЦИОННОЙ СТРУКТУРЫ МОНОКРИСТАЛЛОВ ГЕРМАНИЯ МЕТОДОМ ИЗБИРАТЕЛЬНОГО ТРАВЛЕНИЯ

А.И. Иванова, А.Б. Долматов, Т.И. Соловьева, Н.О. Кураева,
Г.С. Блохина

Кафедра прикладной физики

Изучены возможности метода избирательного травления для исследования дислокационной структуры крупногабаритных монокристаллов германия. Предложена процедура препарирования изображений, повышающая точность автоматического подсчёта плотности дислокаций. Уменьшение погрешностей и повышение информативных возможностей метода достигается также при использовании темнопольной и интерференционной микроскопии.

Введение. Метод выявления дислокаций с помощью избирательного травления был апробирован и теоретически обоснован в 50-х годах прошлого столетия [1]. Благодаря своей простоте и возможности контроля сечений кристаллов большой площади он был включён в стандарты на монокристаллический германий (см., например, ГОСТ 16153-80, ASTM F389-88 (США)). Для определения плотности дислокаций эти стандарты предусматривают подсчёт количества дислокационных ямок травления на девяти полях зрения поверхности шлифа с помощью металлографического микроскопа при увеличении 180-220.

На рис. 1 представлен общий вид травлёных поверхностей поперечных сечений типичного образца монокристалла германия оптического качества [2; 3] на разных расстояниях от затравки.

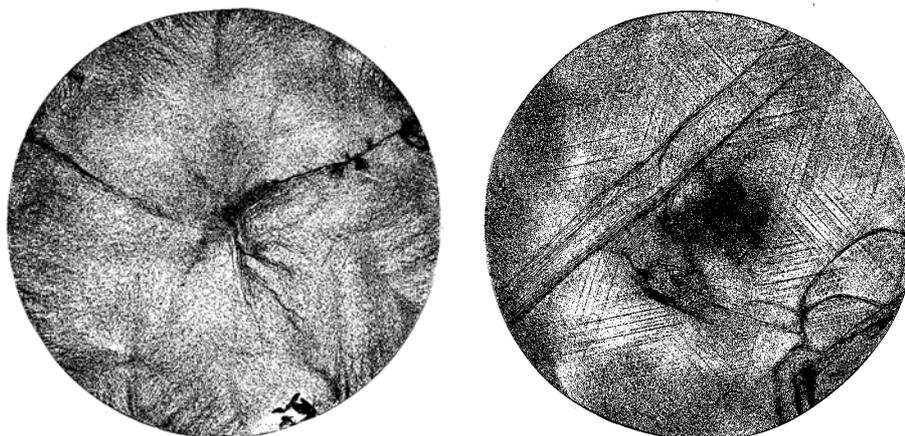


Рис. 1. Микроструктура двух серийных сечений цилиндрического монокристалла германия $\varnothing 65 \times 340$ мм на расстояниях 7 и 326 мм от затравки после отжига в течение 24 часов при температуре 880°C

Видно (рис. 1), что представленные сечения характеризуются сложным неоднородным распределением дислокационных ямок травления, малоугловых границ и дислокационных рядов, причём структуры сечений существенно отличаются друг от друга, т.е. имеет место также и значительная неоднородность по длине слитков.

Суммарная площадь рекомендуемых ГОСТ-16153-80 девяти полей зрения для подсчёта плотности дислокаций равна $\sim 0,02 \text{ см}^2$ или $\sim 0,05 \%$ от площади сечения образца. Эти требования вырабатывались с учётом реальных возможностей операторов при ручном подсчёте числа ямок травления и их следует считать минимальными, т.к. малость выборки приводит к увеличению погрешности определения средней плотности дислокаций, тем большей, чем более неоднородна структура образца. Как показывает рис.1, распределение дислокаций в реальных кристаллах германия может быть весьма неоднородным. Необходимость изучения причин этой неоднородности выдвигает задачу углублённого изучения трёхмерной картины распределения дислокаций по сечению и длине кристаллов [2-5]. Для решения этой задачи необходимо повышение качества и количества измерительной информации.

Целью данной работы явилась выработка условий наблюдения и препарирования изображений дислокационных структур германия при их автоматическом анализе с помощью ПЭВМ.

Методика эксперимента. В работе исследовались монокристаллы германия с кристаллографической ориентацией $\langle 111 \rangle$, выращенные способом Чохральского в вакууме в графитовом тепловом узле. В качестве исходного сырья использовали зонноочищенный поликристаллический германий марки ГПЗ. Подготовленные из монокристаллов образцы были подвергнуты согласно ГОСТ 16153-80 шлифовке абразивным материалом, химической полировке и селективному химическому травлению.

Для наблюдения и регистрации изображений поверхности образцов использовались металлографические микроскопы МИМ-8 и МИМ-7, снабжённые монохромными видеокамерами, подключёнными к ПЭВМ. Микроскоп МИМ-8 был дополнительно оборудован системой двухлучевой микроинтерферометрии.

Полученные результаты. Многочисленные опыты показали, что результаты селективного травления германия заметно варьируют как от кристалла к кристаллу, так и при переполитовках одного и того же образца. Нестабильность процесса обусловлена в первую очередь трудно контролируемые изменениями температуры образца и состава растворов для химической полировки и травления. К числу артефактов относятся фигуры травления и рельеф поверхности, не связанные с дислокационной структурой материала, а также слияние дислокационных ямок травления между собой. Эти артефакты затрудняют проведение автоматического распознавания и подсчёта числа ямок травления. В данной работе были изучены возможности

минимизации вносимых этими артефактами погрешностей путём выбора адекватных условий микроскопического наблюдения и цифровой обработки изображений микроструктуры.

Условия микроскопического наблюдения. На рис. 2 представлены изображения поверхности перетравленного кристалла германия, полученные по стандартному методу светлого поля [6; 7] с помощью объективов с различной числовой апертурой.

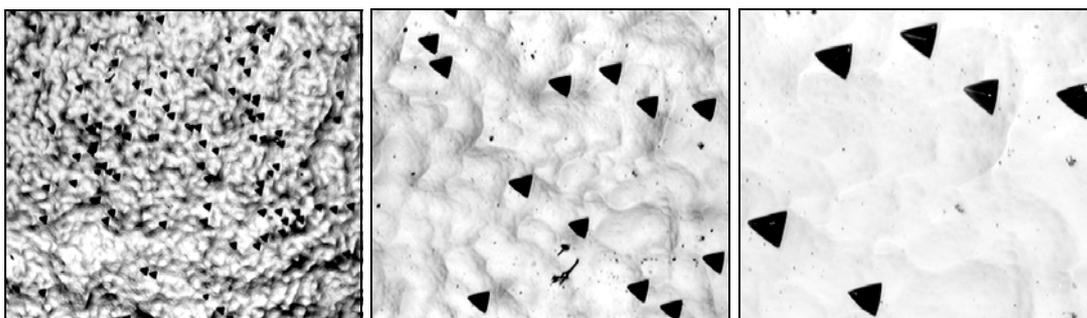


Рис. 2. Светлопольные изображения перетравленной поверхности кристалла германия, полученные с объективами, имеющими числовую апертуру (слева направо) $A = 0,1$ ($\times 30$), $0,17$ ($\times 70$) и $0,3$ ($\times 230$)

Наименьшей апертуре $A = 0,1$ при прочих равных условиях соответствует наибольшее поле зрения, однако возникший при перетравливании микрорельеф сильно затрудняет сегментацию изображения. Переход к объективам с большей апертурой существенно ослабляет контраст микрорельефа по отношению к ямкам травления. Это связано, по-видимому, с возрастанием "линзового" рассеяния света, свойственного сильным объективам [6], что в данном случае играет положительную роль. Уменьшение при этом поля зрения вынуждает производить регистрацию большего количества кадров для достижения нужного объёма выборки, однако с этим недостатком можно смириться, т. к. компьютерная запись изображений производится практически мгновенно и не требует затрат на расходные материалы.

При дальнейшем увеличении числовой апертуры объективов создаётся возможность выявления тонкой структуры ямок травления. Селективное травление выявляет выходы осей дислокаций на поверхность кристалла. Из принципа симметрии Кюри и постулата Неймана [8] следует, что симметрия фигур травления является подгруппой группы симметрии дислокации, а внешние очертания фигур травления определяются симметрией плоскости наблюдения. На рис. 3 представлены изображения трёх ямок травления, полученные с объективом с $A = 0,95$ (плоскость наблюдения (111)). Из рис. 3 видно, что эти ямки представляют собой тетраэдры (треугольные пирамиды). Судя по значениям углов между проекциями сторон пирамид на плоскость

наблюдения, ямка 3 близка к правильному тетраэдру (все грани являются равносторонними треугольниками), что должно из соображений симметрии иметь место при нормальной ориентации дислокационной линии по отношению к поверхности. Для ямок 1 и 2 следует предположить наклон дислокационных линий по отношению к поверхности порядка 60° . В более сложных случаях на стенках основной ямки может наблюдаться вторая ямка меньшего размера (рис. 4). Интерференционные полосы на микроинтерферометрических изображениях ямок травления дают дополнительную информацию об их строении (рис. 5).

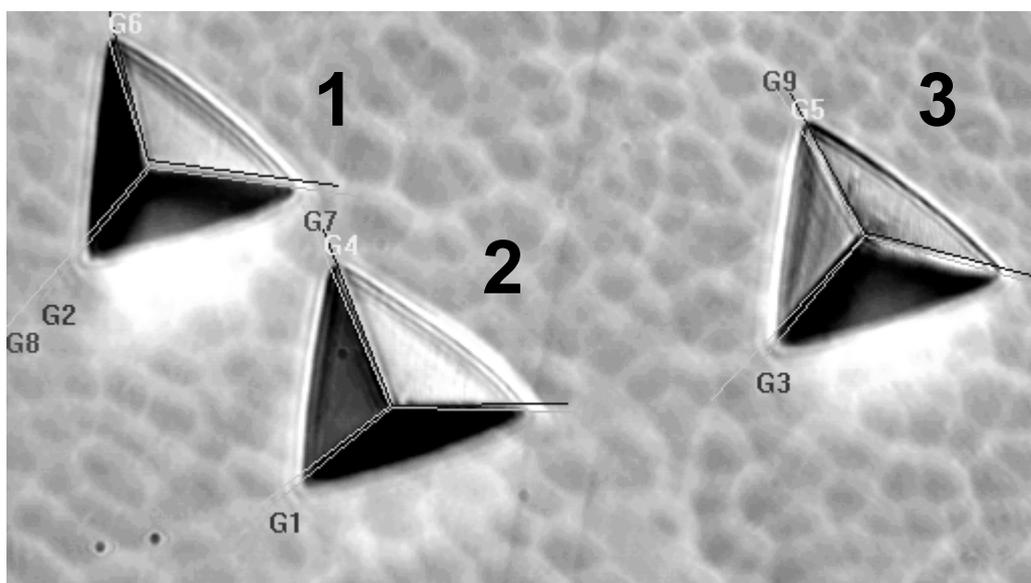


Рис. 3. Три различных ориентации дислокационных ямок травления на поверхности (111) кристалла германия

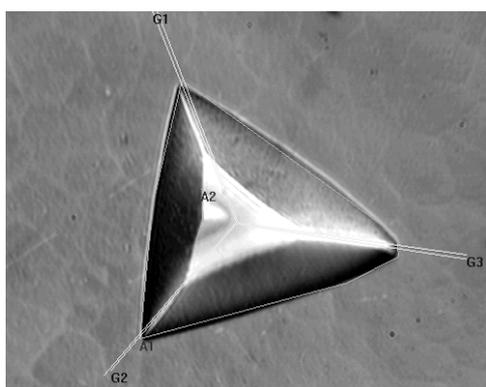


Рис. 4. Малая дислокационная ямка внутри первичной ямки

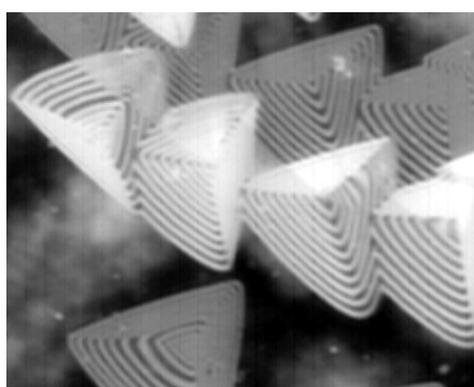


Рис. 5. Микроинтерферометрическое изображение ямок травления

На рис. 6 представлены изображения ямок травления при различных условиях освещения - стандартном светлопольном, всестороннем темнопольном и темнопольном одностороннем. Для создания косого темнопольного освещения применялся отражательный конденсор в сочетании с центральной кольцевой диафрагмой и смещаемой круглой апертурной диафрагмой [6; 7]

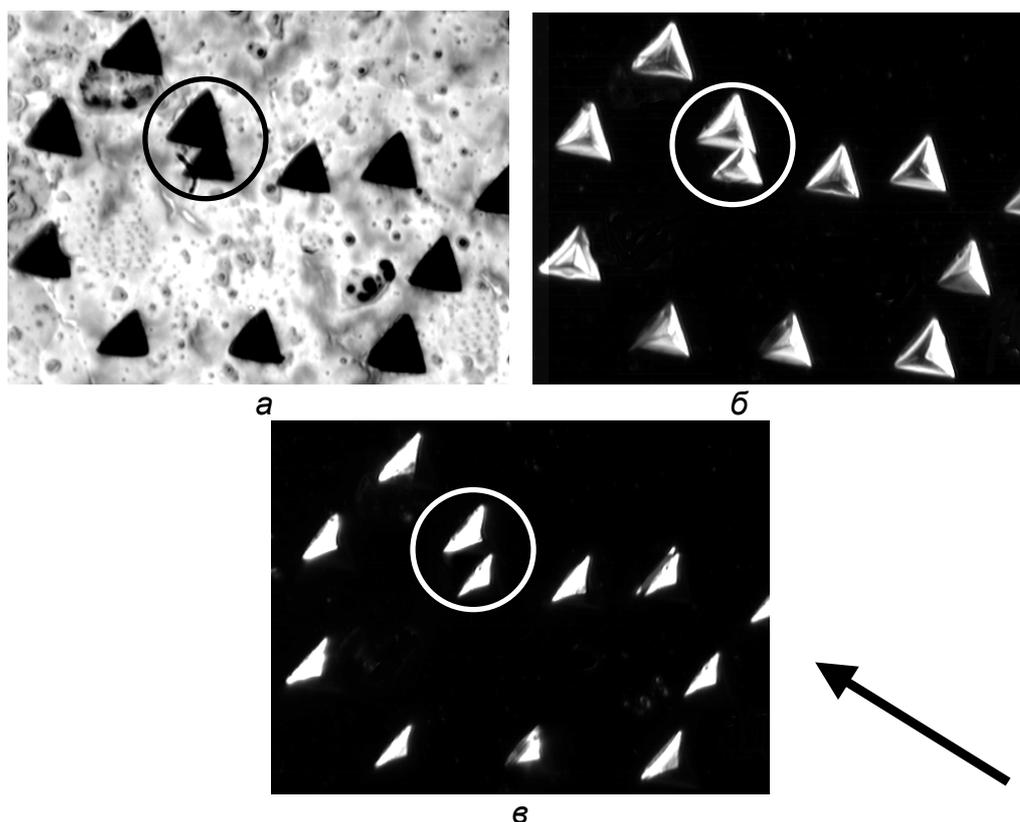


Рис. 6. Изображения ямок травления при светлопольном (а), темнопольном всестороннем (б) и темнопольном одностороннем освещении в направлении, указанном стрелкой (в)

При освещении по методу светлого поля (рис. 6, а) ямки травления выглядят тёмными, при этом изображения близких друг к другу ямок сливаются между собой. При автоматическом подсчёте слитные изображения двух или более ямок учитываются как одна ямка. При всестороннем косом освещении по методу тёмного поля (рис. 6, б) ямки выглядят ярко освещёнными на тёмном фоне. Контраст изображения значительно возрастает, мелкие несущественные детали фона становятся неразличимыми, что способствует уменьшению погрешностей подсчёта. Одностороннее косое освещение при надлежащем выборе направления падения света позволяет разделить слитные изображения близко расположенных ямок (рис. 6, в).

Препарирование изображений на ЭВМ.*) Математические методы обработки статических цифровых изображений широко развиты и получили широкое распространение в различных отраслях науки и техники. В частности, популярный пакет программ Image Processing Tools интегрированной системы MatLab [9] содержит более 100 функций, реализующих наиболее распространённые методы и алгоритмы обработки изображений.

Главной задачей препарирования реальных полутоновых изображений для подсчёта числа ямок травления является их бинаризация, необходимая для сокращения информационной избыточности. В бинарном изображении в идеале должна быть сохранена информация о наличии каждой ямки травления и исключения несущественных особенностей - фона. На практике выполнение пороговой обработки связано с определёнными трудностями, обусловленными тем, что, во-первых, изображение искажено шумом, и, во-вторых, как для ямок травления, так и для фона характерен некоторый разброс яркостей. Опыт работы показал, что наиболее важной предварительной операцией является фоновая коррекция - выравнивание с контрастированием. При фоновой коррекции изображение сканируется "окном" произвольного размера, в котором производится линейное преобразование яркости, которое приводит диапазон яркостей поля изображения к диапазону [0; 255] (для 8-битовых изображений). После порогового преобразования мелкие шумовые наложения на полученном графическом препарате (двухградационном изображении) удаляются с помощью медианного фильтра.

Специфика полученного графического препарата состоит в том, то он содержит как одиночные, так и слипшиеся ямки травления. В результате автоматический подсчёт даёт заниженное число ямок травления. Для представленного на рис. 7, а поля зрения подсчитано 10 объектов, в то время, как фактическое число ямок травления равно 15.

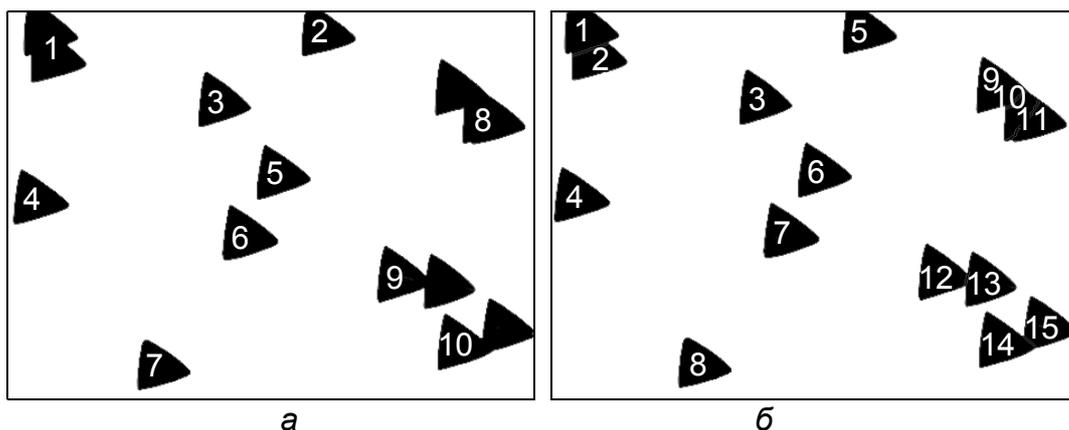


Рис. 7. Результаты автоматического подсчёта числа объектов до (а) и после операции разделения слитных ямок травления (б)

*) Под препарированием понимается приведение изображений к виду, удобному для визуальной интерпретации или дальнейшего машинного анализа

Разделение слитных ямок травления удаётся произвести с помощью описанных в [9] морфологических операций *erode* (*эрозия объекта*) - замена значений граничных пикселей объекта на 0, приводящая к удалению слоя границы толщиной в 1 пиксел, *dilate* (*наращение объекта*) - замена значений пикселей фона, граничащих с объектом, на 1, добавляющая к объекту слой толщиной в 1 пиксел, и *open* (*открытие*) - последовательное применение эрозии и наращивания, соединяющая области фона, ранее разъединенные узкими участками пикселей объектов.

Результат успешного разделения слитных ямок травления по указанному алгоритму представлен на рис. 7, б.

Заключение. Реализованы автоматические процедуры подсчёта числа дислокационных ямок на монокристаллах германия, что расширяет возможности метода селективного травления для исследования неоднородных распределений дислокаций в крупногабаритных образцах. Показано, что метод темнопольного косоугольного освещения повышает контраст изображения микроструктуры и способствует разделению слитных изображений близко расположенных ямок травления. Предложен эффективный алгоритм программного разделения слитных изображений, повышающий точность измерений плотности дислокаций.

На монокристаллах германия с ориентацией $\langle 111 \rangle$ с применением темнопольной и интерференционной двухлучевой микроскопии обнаружены дислокационные ямки разной ориентации, что связывается с наклоном дислокационных линий относительно поверхности кристалла.

Литература

1. Амелинкс С. Методы прямого наблюдения дислокаций. М.: Мир, 1968.
2. Miyazaki N., Kutsukake H., Kumamoto A. Development of 3D dislocation density analysis for annealing process of single crystal ingot // J. Cryst. Growth. 2002. V. 243. P. 47-54.
3. Каплунов И.А., Колесников А.И. Малоугловые границы в германии // Кристаллография. 2004. Т. 49, № 2. С. 234-238.
4. Каплунов И.А., Смирнов Ю.М., Долматов А.Б., Колесников А.И. Монокристаллы германия для инфракрасной техники: выращивание, дефекты структуры и оптические характеристики // Перспективные материалы. 2003. № 4. С. 35-41.
5. Смирнов Ю.М., Каплунов И.А., Колесников А.И., Родионова Г.Е. Выращивание высокочистых крупногабаритных монокристаллов // Высокочистые вещества. 1990. № 6. С. 213-216.
6. Панченко Е.В. и др. Лаборатория металлографии. М.: Металлургия, 1965.
7. Физическое материаловедение. Под ред. Р. Кана, М.: Мир, 1968.
8. Смирнов Ю.М. . Актуальные проблемы кристаллофизики. Тверь, 1998.
9. Рудаков П.И., Сафонов В.И. Обработка сигналов и изображений. М.: Диалог МИФИ, 2000.