

分类号 \_\_\_\_\_

密级 \_\_\_\_\_

UDC \_\_\_\_\_

编号 \_\_\_\_\_

# 中国科学院研究生院 博士学位论文

半导体异质外延界面失配位错的高分辨电子显微像  
图像处理研究

A Study of Misfit Dislocation Structures in Semiconducting  
Heteroepitaxy Interfaces by HREM Image Processing

温 才 (Cai Wen)

指导教师

李方华 院士

中国科学院物理研究所

申请学位级别 理学博士 学科专业名称 凝聚态物理

论文提交日期 2009年6月 论文答辩日期 2009年6月

培养单位 中国科学院物理研究所

学位授予单位 中国科学院研究生院

答辩委员会主席 \_\_\_\_\_

---

## 摘 要

本论文借助高分辨电子显微像（简称为高分辨像）图像处理方法研究了较大失配的半导体异质外延界面的失配位错，得到了原子分辨率的结构模型并探讨了失配界面的应变弛豫。

研究了分子束外延 AlSb/GaAs(100)界面（失配度约为 8%）。通过高分辨像的解卷处理得到反映结构的解卷像，并将像的分辨率提高至电镜的信息极限。解卷像上确定出 AlSb/GaAs 粗糙界面的失配位错核心结构，其中  $90^\circ$  位错为 6-8 环结构， $60^\circ$  位错为 glide 型（额外半原子面终端为 As 原子），给出了界面结构的原子模型。此外，用几何相位方法分析和讨论了界面和位错核心的应变分布。

研究了大气压化学气相沉积法生长的 3C-SiC/Si(001)界面（失配度约为 20%）。解卷像上确定出界面上存在  $90^\circ$  Lomer 位错、 $60^\circ$  全位错和  $90^\circ$  不全位错。进一步在原子分辨率水平上确定 Lomer 位错同时存在两类不同结构； $60^\circ$  全位错为 shuffle 型； $90^\circ$  不全位错为终止于 C 原子的单周期重构结构。通过分析界面结构的原子模型，认为在外延过程中界面的应变弛豫借助于生长的非滑移型全位错（包括  $90^\circ$  Lomer 位错和 shuffle 型  $60^\circ$  全位错）和  $90^\circ$  不全位错（伴随堆垛层错）。

模拟了含 shuffle 和 glide 型  $60^\circ$  失配位错的 3C-SiC/Si 界面高分辨像，并分析了它们的解卷像，弄清了区分此二类  $60^\circ$  位错的必要条件。得出的结论是，只有当电镜的信息极限值小于(004)的晶面间距，即 004 衍射束参与成像时，才可以通过解卷处理区分两类  $60^\circ$  位错。并且通过对一张 3C-SiC/Si 界面球差校正电镜实验像的解卷处理确定两个  $60^\circ$  失配位错的类型为 shuffle 型。

**关键词：** 高分辨像图像处理，异质外延界面，位错结构，应变

# **A Study of Misfit Dislocation Structures in Semiconducting Heteroepitaxy Interfaces by HREM Image Processing**

Cai Wen (Condensed Matter Physics)

Directed by Prof. Fang-hua Li

## **Abstract**

The misfit dislocations existing in the semiconducting heteroepitaxy interfaces were studied by means of high-resolution electron microscope (HREM) image processing method. The structure models with the atomic resolution were obtained and the strain relaxation at the mismatched interfaces was discussed.

The molecular beam epitaxial (MBE) AlSb/GaAs (100) interface with 8% misfit was studied. The deconvoluted image that represents the structure was obtained through image deconvolution, and the image resolution was enhanced up to the information limit of the microscope. The core structures of two kinds of misfit dislocations existing at the AlSb/GaAs rough interface including the 90° dislocations with the six- and eight-member rings and a 60° glide dislocation with the extra {111} half-planes ended on As atoms) were determined. Hence, the atomic structure model of AlSb/GaAs mismatched interface was obtained. Besides, the strain field of interface and misfit dislocations was discussed by means of geometric phase analysis (GPA) technique.

The 3C-SiC/Si (001) interface prepared by the atmospheric pressure chemical vapor deposition (CVD) technique with about 20% misfit was studied. From the deconvoluted image, four types of misfit dislocations, the S1a and CSS Lomer dislocations, 60° shuffle dislocations, and 90° partial dislocations with the carbon-terminated with a single-period structure are identified as the strain relaxation lattice defects at the interface. The strain relaxation at the 3C-SiC/Si (001) interface

---

can be clarified as the grow-in non-glide perfect misfit dislocations including the 90° Lomer dislocations and 60° shuffle dislocation and the 90° partial dislocations associated with stacking faults.

The images of 60° interfacial dislocations of shuffle and glide types were simulated and their deconvoluted images were analyzed to classify the condition of distinguishing the two types of dislocations. It was concluded that the two types of 60° dislocations can be distinguished from one another only when the value of microscope information limit is smaller than the spacing of (004) planes, namely, the 004 independent reflections must be contributed to the image. Two 60° dislocations at the 3C-SiC/Si (001) interface were determined as of the shuffle type from the experimental  $C_s$ -corrected microscope image that originally not represents the structure after image deconvolution.

**Keywords:** HREM image processing; Heteroepitaxy interface; Dislocation structure; Strain

# 目 录

摘 要.....	i
Abstract.....	ii
目 录.....	iv
第一章 引 言.....	1
1.1 高分辨电子显微学的发展和现状.....	1
1.1.1 高分辨电子显微学的发展历史.....	1
1.1.2 高分辨像的成像过程.....	3
1.1.3 高分辨电子显微学的求逆.....	4
1.2 电子晶体学图像处理的发展和应用.....	5
1.3 本文研究目的和内容.....	7
第二章 半导体薄膜典型晶体结构中的缺陷和异质外延特点.....	9
2.1 薄膜晶体中的缺陷类型及特点.....	9
2.1.1 位错、位错线、伯格斯矢量(Burgers vector).....	9
2.1.2 刃位错和螺位错.....	10
2.1.3 伯格斯回路(Burgers circuit).....	12
2.1.4 Thompson 四面体.....	12
2.1.5 位错的运动.....	14
2.1.6 层错和不全位错.....	15
2.1.7 位错伯格斯矢量 $\mathbf{b}$ 的衍射衬度法测定.....	15
2.1.8 电子束的入射方向和位错的几何排列.....	16
2.2 典型晶体结构中的缺陷特点.....	17
2.2.1 简单面心立方结构.....	17
2.2.2 立方金刚石结构和闪锌矿结构.....	18
2.2.3 密排六方结构.....	24
2.3 半导体异质外延界面类型.....	27
2.3.1 三种外延生长模式及界面类型.....	27
2.3.2 异质外延薄膜中的应变.....	28

---

<b>第三章 高分辨像成像原理及像的解卷处理</b> .....	31
3.1 电子与物体的相互作用.....	31
3.1.1 出射波与透射函数.....	31
3.1.2 相位物体.....	31
3.1.3 弱相位物体.....	31
3.1.4 物体的多片模型.....	32
3.1.5 赝弱相位物体.....	33
3.2 高分辨像成像原理.....	34
3.2.1 理想薄透镜成像.....	35
3.2.2 物镜传递函数.....	37
3.2.3 高分辨像的衬度.....	42
3.3 高分辨像的解卷处理.....	48
3.3.1 原理.....	48
3.3.2 离焦量测定.....	49
3.3.3 解卷处理中的一些具体问题.....	53
3.3.4 缺陷晶体的衍射振幅校正方法.....	58
<b>第四章 AlSb/GaAs 界面失配位错核心的原子结构测定</b> .....	60
4.1 引 言.....	60
4.2 样品生长条件与获取解卷像的步骤.....	61
4.3 高分辨像及 Al、Sb 原子的判别.....	62
4.4 界面像的解卷处理和失配位错核心结构像.....	64
4.5 90°和 60°位错核心结构模型.....	66
4.6 本章小结.....	71
<b>第五章 AlSb/GaAs 界面应变的几何相位分析</b> .....	72
5.1 几何相位分析方法概述.....	72
5.2 AlSb/GaAs 界面的应变分布.....	73
5.3 失配位错核心的应变分布.....	74
5.3.1 模型的搭建.....	75
5.3.2 离焦量对应变分布的影响.....	76
5.3.3 样品厚度对应变分布的影响.....	77

5.3.4 样品倾斜对应变分布的影响.....	79
5.4 本章小结.....	82
<b>第六章 大失配 3C-SiC/Si 界面缺陷结构及应变弛豫机制的探讨.....</b>	<b>83</b>
6.1 引言.....	83
6.2 实验.....	84
6.3 3C-SiC/Si 界面高分辨像.....	85
6.4 确定失配位错核心结构.....	86
6.4.1 界面结构和缺陷.....	86
6.4.2 90° Lomer 位错类型和位错核心结构.....	91
6.4.3 60°位错类型和位错核心.....	93
6.4.4 90°不全位错类型和位错核心结构.....	94
6.5 应变弛豫机制.....	96
6.6 本章小结.....	99
<b>第七章 3C-SiC/Si 界面 shuffle 和 glide 型 60°位错.....</b>	<b>100</b>
7.1 引言.....	100
7.2 两类 60°位错的 200 kV 不同类型电镜模拟像的解卷处理.....	101
7.2.1 搭建的 3C-SiC/Si 界面 60°位错结构模型.....	101
7.2.2 200 kV LaB <sub>6</sub> 灯丝电镜.....	102
7.2.3 200 kV 普通场发射电镜.....	105
7.2.4 200 kV 球差校正场发射电镜.....	108
7.3 300 kV 球差校正场发射电镜实验像的解卷处理.....	112
7.3.1 球差校正场发射电镜实验像.....	112
7.3.2 离焦量的测定.....	113
7.3.3 3C-SiC/Si 界面 shuffle 型 60°位错结构像恢复.....	114
7.4 本章小结.....	118
<b>第八章 总结.....</b>	<b>119</b>
<b>参考文献.....</b>	<b>121</b>
<b>致谢</b>	
<b>攻读博士学位期间已发表和待发表文章目录</b>	

---

# 第一章 引言

## 1.1 高分辨电子显微学的发展和现状

### 1.1.1 高分辨电子显微学的发展历史<sup>[1]</sup>

透射电子显微学最早可溯源至德布罗意 (De Broglie)<sup>[2]</sup>在 1923 年提出物质二象性的假说, 认为电子既是粒子, 也是物质波。1927 年戴维孙 (Davission) 和革末 (Germer)<sup>[3]</sup> 以及汤姆森 (Thomson)<sup>[4]</sup>分别发现了电子衍射现象, 从实验上证明了电子有波的性质。此后, 电子衍射结构分析逐渐成为测定晶体结构的一种重要手段。与 X 射线衍射相比, 电子衍射较适宜研究微小晶体、薄膜和表面的结构。1931 年, Knoll 和 Ruska<sup>[5]</sup>发明了电子显微镜, 当时电子显微镜只能用于形貌观察, 同是基于电子与物质相互作用的电子显微学与电子衍射互不相关, 但是为物质微观结构的观察开辟了新的途径。1956 年, Hirsch<sup>[6]</sup>和 Menter<sup>[7]</sup>分别得到了衍射衬度像和相位衬度像, 二者均利用衍射电子成像。前者用于间接观察晶体缺陷, 后者可直接观察晶体点阵。于是, 电子衍射与电子显微学开始相互靠拢, 商品电子显微镜增加了电子衍射的功能。随着电子显微镜分辨本领的不断提高, 七十年代初饭岛澄男(S. Iijima)<sup>[8]</sup>借助相位衬度像直接观察到  $\text{Ti}_2\text{Nb}_{10}\text{O}_{29}$  晶体中的原子团, 植田夏 (N. Uyeda)<sup>[9]</sup>等观察到氯代酞菁铜有机晶体中的分子轮廓, 此后逐渐形成了透射电子显微学的一个新分支 — 高分辨电子显微学, 它提供了一种直接观察原子分辨率晶体结构和缺陷的途径。

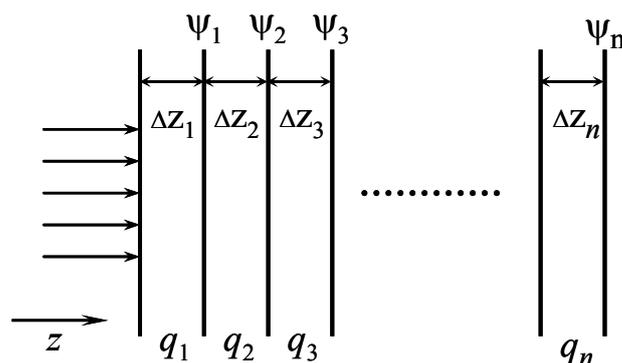
到目前为止, 加速电压 200 kV, 球差系数 0.5 mm 的电子显微镜具有的点分辨本领达到 0.2 nm, 配有场发射电子枪的同类型电镜, 其点分辨本领相同, 但空间相干性有很大提高, 从而提高了电镜的信息极限 (0.12 nm ~0.14 nm)。上世纪末, Haider<sup>[10]</sup>等成功地制造出六级校正器系统以补偿 200 kV 透射电镜的球差, 使得透射电镜的点分辨本领得以大幅度提高, 接近信息极限。通过进一步提高电子源的单色性, 电子显微镜的分辨本领已达到亚埃水平<sup>[11]</sup>。

如上所述, 1956 年, Hirsch<sup>[6]</sup>等发展了一种新的成像技术, 在衍射模式下选

择衍射电子束或透射电子束成像，称衍射衬度像（简称衍衬像），这是一种间接观察晶体中缺陷的有力工具。1956年 Menter<sup>[7]</sup>也报导了另一种新的成像技术。他同时用衍射和透射电子束成像，拍摄了酞箐铜和酞箐铂薄晶体的显微像，像上有一系列等间距的平行条纹。因为晶体试样很薄，电子穿过晶体之后，电子波振幅变化甚微，像的衬度主要源于波的相位，故有相位衬度之称。衍衬像只针对晶体试样，主要由弹性散射电子波的振幅成像。相位衬度像则主要由弹性散射电子波的相位成像。晶体试样的相位衬度像分为点阵像和结构像两类。

当参与成像的衍射束分布在通过原点的一系列倒易点阵直线上，即由系列衍射（systematic reflection）成像，则点阵像含有一组等间距的平行条纹，这种像称一维点阵像。一维点阵像能直观地反映晶体一维点阵的间距和晶体点阵的缺陷<sup>[12]</sup>。若参与成像的电子束超过一组系列衍射，则像上有不同方向的平行条纹，每组平行条纹反映一组平行点阵面的投影，这种像称二维点阵像。像的分辨率较高时，二维点阵像的衬度不是简单的平行条纹，可以呈现白点或黑点，或兼有白点和黑点。白点和黑点都未必代表原子，此时切勿误把二维点阵像当作结构像。结构像是指能直接反映晶体投影结构，且显示原子或原子团为黑点的高分辨像。显然，拍摄结构像的电子显微镜需有较高的分辨本领。即使电子显微镜的分辨本领达到了区分晶体中单个原子的能力，如果其它成像条件不合要求，显微像仍不能直接反映晶体结构，仅反映晶体的点阵周期和对称性。这种像虽为高分辨像，但不是结构像。

作为高分辨电子显微学的重要分析手段，模拟像是按给定的晶体结构模型和成像条件所计算的像。成像条件包括晶体取向、晶体厚度、电子加速电压、物镜球差系数、离焦量、电子束发散度、电子束相对于光轴的偏转角等等。欲借助高分辨像测定晶体结构，用模拟像与实验像进行匹配时，应首选多片法计算模拟像。大多数多片法的计算<sup>[12-16]</sup>基于 Cowley 和 Moodie 在物理光学原理基础上提出的多片理论<sup>[17]</sup>。该理论认为，电子在穿过物体的过程中，由上至下依次与物体的各部分发生作用，与上部作用后形成的电子波再与下部发生作用。当物体沿垂直于入射电子束的方向分割成  $n$  个薄片时，把电子穿过物体的过程分解为电子穿过每一片并随后传播至下一片（图 1.1）。

图 1.1 多片理论示意图<sup>[1]</sup>。

如此可得到出射波函数为

$$q(\mathbf{r}) = q_n(\mathbf{r}) [q_{n-1}(\mathbf{r}) \cdots [q_2(\mathbf{r}) [q_1(\mathbf{r}) * p_1(\mathbf{r})] * p_2(\mathbf{r})] * \cdots * p_{n-1}(\mathbf{r})] * p_n(\mathbf{r}), \quad (1.1)$$

式中  $q_j(\mathbf{r})$  和  $p_j(\mathbf{r})$  分别为第  $j$  片的透射波函数和第  $j$  片与第  $j+1$  片之间的菲涅尔传播因子。

$$p_j(\mathbf{r}) = \frac{i}{\lambda \Delta z_j} \exp\left(-\frac{i\pi r^2}{\lambda \Delta z_j}\right), \quad (1.2)$$

$\Delta z_j$  是第  $j$  片的厚度（此处把每片的物质压缩到该片的上表面）。物体分割成的片数趋于无穷多，片厚趋于无穷小时，公式(1.1)的傅里叶变换严格表达了三维物体对电子的动力学散射。遗憾的是，不能从式(1.1)看出透射函数与物体结构的明显关系。

### 1.1.2 高分辨像的成像过程

高分辨电子显微学提供了一种直接观察晶体结构的途径<sup>[9, 18]</sup>。高分辨像的成像过程有两个环节，即入射电子与试样的相互作用和物镜成像。第一个环节中，电子波被试样内原子核和核外电子（静电势）所散射，在试样的后表面形成透射波，亦称出射波  $q(\mathbf{r})$ 。显然，出射波与物体投影电势  $\varphi(\mathbf{r})$  有关，而物体的投影电势反映了物体结构（原子的分布）沿入射电子方向的投影，所以出射波携带了物体的结构信息。相对于电子显微镜的物镜而言，出射波即物波。第二个环节中，物波先传播到物镜前平面，经物镜调制后，到达物镜的后平面，再先后传播到物镜的后焦面和像面，在后焦面上形成衍射波  $Q(\mathbf{H})$ ，在像面上形成像波  $\psi(\mathbf{r})$ （图 1.2）。 $Q(\mathbf{H})$  是  $q(\mathbf{r})$  的傅里叶变换。 $\psi(\mathbf{r})$  是  $Q(\mathbf{H})$  与物镜传递函数  $T(\mathbf{H})$  之乘积的傅里

叶反变换。 $T(\mathbf{H})$ 取决于各种成像条件，如物镜的离焦量、球差、色差、像散、电子束的发散度等。像波亦携带有物体的结构信息，但携带的方式不同于物波。电子显微镜的中间镜和投影镜只对像波起放大作用。实验能记录下的是像波的模。

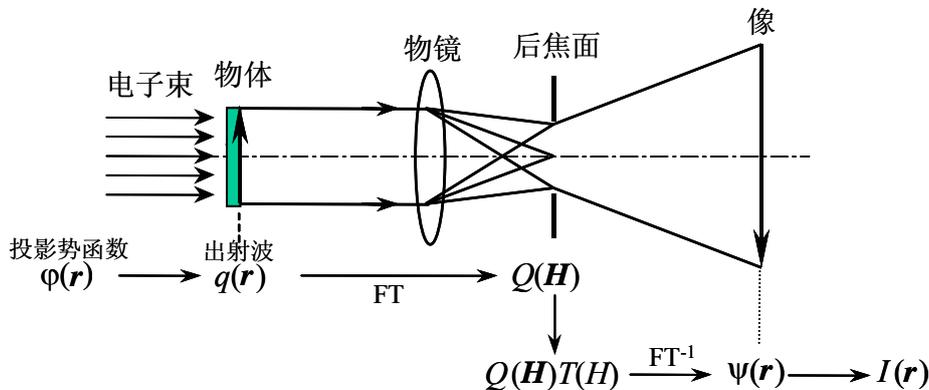


图 1.2 高分辨像成像过程示意图，FT 和  $\text{FT}^{-1}$  分别表示傅里叶变换和反变换<sup>[1]</sup>。

### 1.1.3 高分辨电子显微学的求逆

高分辨电子显微学的逆问题是指从显微像出发，求定晶体结构（含缺陷结构）的问题。把逆问题的求解简称为求逆。最常用的求逆方法是借助于模拟像和结构模型的尝试法，又称模型法。此法需选择晶体试样的薄区拍摄一系列不同离焦条件的像（以下称变焦系列像），从中挑选出结构像，再根据结构像构筑可能的晶体结构模型，并针对每个模型用不同厚度分别计算变焦系列模拟像，逐一对比变焦系列实验像与每个模型的模拟像，以最一致者为正确的模型<sup>[19, 20]</sup>。当变焦系列实验像与某个厚度的变焦系列模拟像完全相符合时，所确定的模型才比较可靠。而只有一幅模拟像与实验像相符合则不甚可靠。通常，用作比较的系列实验像和模拟像至少各有三幅。只有在特殊的情况下，才能靠一对实验像和模拟像的一致性确定晶体的结构模型。尽管此法获广泛应用，但有相当局限性。第一，需有待测晶体结构的初始信息，否则无法从实验变焦系列像中挑选出结构像，以建立结构模型；第二，晶体试样需较耐电子束辐照，否则难以从同一个试样的同一个区域拍摄到变焦系列像。

另一种求逆的途径是借助图像处理技术，与模型法相比，无需事先具备待测晶体的初始结构信息，不借助晶体结构模型，所求得结构的分辨率可高于显微镜的分辨本领。按照是否与衍射晶体学有关，可把目前使用的图像处理技术分为两

大类。

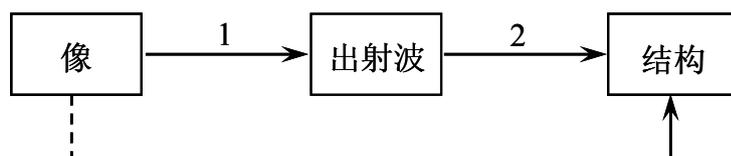


图 1.3 高分辨电子显微学求逆途径的示意图<sup>[1]</sup>。

在图 1.3 中分别用实线和虚线箭头标明这两类图像处理技术。实线箭头所指的一类分两个步骤，第一步把显微像转换为出射波（实线箭头 1），是电子波传播的逆过程，可归之为电子光学的图像处理，称出射波重构<sup>[21-28]</sup>（Exit wave reconstruction），其最终的目的是求定试样的结构。试样可以是周期或非周期物体。当试样很薄，满足相位物体的要求时，出射波的相位图反映晶体的投影结构。途径有二：一是借助电子全息术（Electron holography）从一幅全息图出发；二是从若干幅不同离焦量的电子显微像出发。两种途径最终都得到出射波的振幅和相位。对于比较厚的试样，还需要进行第二步处理（实线箭头 2），即从出射波出发，推导晶体结构。这一步是动力学电子衍射的求逆，迄今尚无成熟可靠的方法。

用图像处理技术求逆并非必须测定出射波。当物体为晶体（完整晶体或缺陷晶体）时，利用晶体的特性，可以避开出射波，从显微像直接求定晶体结构<sup>[29-36]</sup>（图 1.3 中的虚线箭头）。这一类或多或少与衍射晶体学发生关系，如引用 X 射线衍射晶体学中发展的各种分析方法，或结合电子衍射数据，故归之为电子晶体学图像处理。

## 1.2 电子晶体学图像处理的发展和应用

瑞典斯德哥尔摩大学的 S. Hovmöller 和邹晓东应用电子晶体学图像处理方法确定了一系列铌酸盐，如  $K_{8-x}Nb_{16-x}W_{12+x}O_{80}$ ， $Cs_xNb_{54}(O,F)_{146}$ ， $Na_3Nb_{12}O_{31}F$  的原子位置，并开发了晶体学图像处理程序 CRISP，可参看文献<sup>[36]</sup>及其中的引用文献。

中国科学院物理研究所的李方华和范海福等人从上世纪 70 年代起，致力于电子晶体学图像处理方法的研究<sup>[29, 31, 37-40]</sup>，建立并发展了解卷处理<sup>[37, 38, 41]</sup>和相位扩展技术<sup>[31, 40]</sup>，逐渐形成了提高高分辨像分辨率的两种电子晶体学图像处理技

术。

(1) 测定微小晶体结构的图像处理技术<sup>[1]</sup>

从解卷像出发, 结合电子衍射数据, 借助相位外推技术可将高分辨像分辨率提高至电子衍射的信息极限<sup>[40]</sup>。例如 200 kV 下普通电镜所得高分辨像, 经过相位外推处理后, 解卷像的分辨率可从 0.2 nm 提高至 0.1 nm。像解卷结合相位扩展的图像处理技术称为二步图像处理方法<sup>[42]</sup>。迄今为止, 用解卷处理加相位扩展方法已经成功地应用于包括调制结构及轻原子位置测定在内的多个未知晶体结构的测定<sup>[43-49]</sup>。有关综述见文献<sup>[36, 42, 50-52]</sup>。它有以下功能与特性:

(a) 是从头测定晶体结构的技术, 含解卷 (3.3 节介绍) 和相位扩展结合衍射强度校正两个步骤。相位扩展包括相位的外推和内插。从低散射角的衍射波相位出发, 结合高角度的衍射波振幅推导高角度的衍射波相位, 称为相位外推。设仍从低散射角的衍射波相位出发, 若仅推导低散射角缺损的波相位, 则属于相位内插。显然, 借助相位外推可以较大幅度地提高分辨率, 内插的主要目的则是提高数据质量, 使之达到电子显微镜的分辨本领。

(b) 适合应用于晶体很小, X 单晶体衍射方法无能为力时。

(c) 一幅任意离焦条件的高分辨像经解卷处理之后, 在解卷像上显示出晶体的低分辨率结构。解卷像的分辨率取决于显微镜的分辨本领, 像上通常只能看见重原子。借助直接法解卷建议结合电子衍射数据, 把衍射强度平方根当作结构因数振幅, 但亦可不结合。借助最大熵解卷无需结合电子衍射数据。

(d) 从解卷像出发, 结合衍射数据, 作相位扩展, 求得高分辨率的晶体结构。在这一步中, 除非试样极薄, 且晶体的组成原子很轻, 否则不能简单地把选区或微区电子衍射强度的平方根当作结构因子振幅, 而需要对衍射强度进行校正, 使之接近结构因子的平方。对此, 建议用偏结构因子方法校正衍射强度。

(e) 技术的原理基于赝弱相位物体近似, 其应用范围远超出弱相位物体近似。

拍摄显微像的晶体厚度只允许在临界值<sup>[53]</sup>以下; 收集电子衍射强度的晶体允许更厚一些。

(f) 是基于电子衍射与高分辨电子显微学相结合的技术, 不仅结合了衍射花样与像的信息, 亦结合了衍射与显微像的分析技术。

## (2) 测定晶体缺陷的图像处理技术<sup>[36, 41, 52, 54-56]</sup>

对于含缺陷的晶体，从一幅场发射电子显微像出发，借助试样边沿薄非晶区显微像测定离焦量，作解卷处理，可以得到分辨率接近显微镜信息极限的晶体缺陷图像。这项技术也建立在衍射晶体学与高分辨电子显微学相结合的基础上。

### 1.3 本文研究目的和内容

半导体材料在电子和光电器件的应用中有重要作用，但是材料中各种缺陷如位错的存在对器件性能将产生不利的影响。从原子尺度测定缺陷的结构，对于研究材料生长过程中应力的释放和缺陷对材料性能的影响有重要意义。此外，两种相同或不同物相晶体之间的界面对现代界面材料、多层复合材料起着极为重要的作用，很多结构和电子性能对它很敏感。在基础研究方面，对异质界面结构研究也很有意义，因为它有助于人们认识两种晶格周期性的材料在接触面上，怎样对穿越的失配进行调整。必须注意的是异质界面结构实际上包含着两方面的内容，一是界面两侧晶体的空间配置，即两者之间的晶体学取向关系（包括界面的晶体学指数）；二是两者在界面处的原子层次的连接方式即化学键合状态<sup>[36]</sup>。

基于解卷处理方法在高分辨电子显微结构研究中的优势，本文立足于它对半导体缺陷结构成功应用的经验，将它应用到较大失配的外延界面原子结构的研究中。全文的主要内容如下：

第二章主要介绍半导体晶体典型结构的缺陷特点。首先，介绍了晶体中的缺陷类型及特点，包括线缺陷（位错）和面缺陷（层错）；其次介绍了几种典型结构晶体的缺陷特点，包括面心立方结构、金刚石结构、闪锌矿结构和密排六方结构；最后简要介绍了半导体异质外延界面类型。

第三章主要介绍高分辨像成像原理及解卷处理方法。采用逐步推进的方式介绍了电子与物体的相互作用、高分辨像成像原理、高分辨像解卷处理的原理等，力求将本文所使用的解卷处理方法的主要内容阐述清楚。此外对解卷处理过程中可能结合使用的衍射振幅校正技术和可能遇到的一些具体问题作了一些探讨。

第四章研究了失配度约为 8% 的 AlSb/GaAs(100) 界面。利用赝弱相位物体近似像衬理论，根据 AlSb 薄膜完整晶体解卷像上原子衬度随晶体厚度的变化规律，判断出“哑铃”对的上部为 Al 原子，下部为 Sb 原子。进一步通过对界面解卷像的

分析确定出 AlSb/GaAs 粗糙界面的两类失配位错核心结构。在此基础上,给出了界面的原子结构模型。

第五章用几何相位方法分析和讨论了 AlSb/GaAs 界面和位错核心的应变分布。研究了离焦量、晶体倾斜和样品厚度对测量位错核心应变分布的影响。

第六章研究了失配度约为 20%的 3C-SiC/Si(001)界面结构。分别恢复出了 60°全位错、两类 90°Lomer 位错、90°不全位错核心结构。搭建出相应的原子结构模型。并讨论了界面应变弛豫的机制。

第七章分别模拟了 200 kV 不同类型电镜下 3C-SiC/Si(001)界面 shuffle 和 glide 型 60°全位错的高分辨像,并通过解卷处理以得到接近信息极限的反映结构的解卷像。总结出区分这两类 60°位错的成像条件。并进一步从实验上加以证实,对一张 3C-SiC/Si 界面 300 kV 球差校正场发射电镜实验像进行解卷处理,从解卷像上确定出界面上的两个 60°位错类型。

第八章对本文的全部工作进行了总结。

---

## 第二章 半导体薄膜典型晶体结构中的缺陷和异质外延特点

半导体薄膜材料的晶体结构简单，完整晶体的结构多为已知，所以高分辨电子显微学的研究多集中于材料生长过程中产生的不同种类晶体缺陷。本章主要介绍半导体薄膜材料典型结构中主要（常见）缺陷类型的特点。这些基础知识是通过高分辨像结合图像处理研究缺陷所需要具备的，且有助于在大块样品区域拍摄实验高分辨像中，发现那些有图像处理价值的缺陷。

### 2.1 薄膜晶体中的缺陷类型及特点

本节结合作者的高分辨电镜实验体会，先介绍一些与薄膜中缺陷相关的概念，然后介绍半导体薄膜晶体的几种典型结构的缺陷特点。

#### 2.1.1 位错、位错线、伯格斯矢量(Burgers vector)

晶体遭受应力作用时，某些原子沿特征方向发生滑移，晶体中滑移区与非滑移区的交界线称为位错线。位错线上的原子偏离了原来完整晶格的位置，即原子排列发生畸变，这种畸变涉及位错线附近的若干层原子，离中心越远畸变越小，但它的直径与位错线的长度相比是很小的，故位错属于一种线缺陷。由滑移造成的位错，原子滑移方向与位错线间的取向不同，位错线附近原子排列方式也有所不同。据此，人们将位错分为三类：刃位错（滑移矢量与位错线垂直）、螺位错（滑移矢量与位错线平行）、混合位错（滑移矢量与位错线斜交）。

由于位错线是已滑移区与未滑移区的边界线。因此，位错具有一个重要的性质，即一根位错线不能终止于晶体内部，而只能露头于晶体表面（包括晶界）。若它终止于晶体内部，则必与其它位错线相连接，或在晶体内部形成封闭线。形成封闭线的位错称为位错环。

一般情况下滑移矢量可表征位错，但有些情况它不能唯一区分位错类型（如：正刃位错和负刃位错）。因此，J.M. Burgers 引入了一种特殊矢量描述位错，称为伯格斯矢量，一般以  $\mathbf{b}$  表示。伯格斯矢量的特征如下<sup>[57]</sup>：

(1) 用伯格斯矢量可判断位错的类型。伯格斯矢量与位错线垂直者为刃位错，平行者为螺位错，既不垂直又不平行者为混合位错；

(2) 伯格斯矢量反映位错区域点阵畸变总累积的大小。伯格斯矢量越大，位错周围晶体畸变越严重；

(3) 用伯格斯矢量可以表示晶体滑移的方向和大小。位错运动导致晶体滑移时，滑移量大小即伯格斯矢量大小，滑移方向即伯格斯矢量的方向；

(4) 一条位错线具有唯一的伯格斯矢量。它与伯格斯回路的大小和回路在位错线上的位置无关，位错在晶体中运动或改变方向时，其伯格斯矢量不变；

(5) 位错可定义为伯格斯矢量不为零的晶体缺陷，它具有连续性，不能中断于晶体内部。其存在形态可形成一个闭合的位错环，或连接于其他位错，或终止在晶界，或露头于晶体表面；

(6) 位错的存在引起点阵畸变，导致能量增大，此增量称为位错的应变能，包括位错核心能与弹性应变能，其中弹性应变能约占总能量的 90%。位错的弹性应变能与伯格斯矢量的平方成正比，故伯格斯矢量越小，位错能量越低。位错 1 分解为位错 2 和 3 的反应一般写作

$$\mathbf{b}_1 \rightarrow \mathbf{b}_2 + \mathbf{b}_3, \quad (2.1)$$

它可以实现的条件是

$$\mathbf{b}_1 = \mathbf{b}_2 + \mathbf{b}_3, b_1^2 > b_2^2 + b_3^2, \quad (2.2)$$

即分解后的位错的伯格斯矢量之和应等于原来位错的伯格斯矢量之和，分解后的位错的总能量应该不大于原来位错的总能量。

### 2.1.2 刃位错和螺位错

刃位错结构的特点，如图 2.1 所示<sup>[58]</sup>：

(1) 刃位错有一个额外的半原子面。一般把额外的半原子面位于滑移面上方的称为正刃型位错，记为“ $\perp$ ”，位于滑移面下方的称为负刃型位错，记为“ $\dashv$ ”。其实这种正、负之分只具相对意义而无本质区别；

(2) 刃型位错线不一定是直线，也可以是折线或曲线，但它必与滑移方向相垂直，也垂直于伯格斯矢量；

(3) 滑移面必定为同时包含有位错线和伯格斯矢量的平面，在其他面上不

能滑移。由于在刃位错中，位错线与伯格斯矢量互相垂直，因此，由它们所构成的平面只有一个；

(4) 晶体中存在刃位错之后，位错周围的点阵发生弹性畸变，既有剪应变 (shear strain)，又有正向应变 (normal strain)。就正刃型位错而言，滑移面上方点阵受到压应力，下方点阵受到拉应力；负刃型位错与此相反；

(5) 在位错线周围的过渡区 (畸变区) 每个原子具有较大的平均能量，但该区只有几个原子间距宽，畸变区是狭长的管道，所以刃位错是线缺陷。

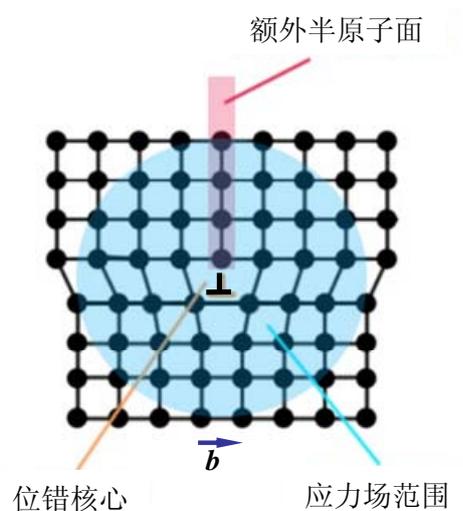


图 2.1 刃位错附近的原子排列情况，位错线垂直于纸面，阴影圆表示应力场范围<sup>[58]</sup>。

螺位错具有以下特征：

(1) 螺位错无额外半原子面，原子错排呈轴对称；  
 (2) 根据位错线附近呈螺旋形排列的原子的旋转方向，螺位错可分为右旋和左旋螺位错；

(3) 螺型位错线与伯格斯矢量平行，因此一定是直线，而且位错线的移动方向与晶体滑移方向互相垂直；

(4) 螺位错的滑移面不唯一。凡是包含螺型位错线的平面都可以作为它的滑移面。但实际上滑移通常在原子密排面上进行；

(5) 螺型位错线周围的点阵也发生弹性畸变，但是，只有平行于位错线的剪应变而无正向应变，即不会引起体积膨胀和收缩。在垂直于位错线的投影平面上无法显示位错的存在，观察不到原子的位移；

(6) 螺位错周围的点阵畸变随其与位错线距离的加大而急剧减小，故它也

是包含几个原子宽度的线缺陷。

### 2.1.3 伯格斯回路 (Burgers circuit)

伯格斯回路是在有缺陷的晶体中围绕缺陷区将原子逐个连接而成的封闭回路。如果在完整晶体中的对应回路不封闭（即起点和终点不重合），这时为了使回路封闭还需增加一个向量  $\mathbf{b}$ ， $\mathbf{b}$  即为位错的伯格斯矢量。由伯格斯回路可以唯一确定位错的伯格斯矢量，其作法如下：

先确定位错的方向（一般规定位错线垂直纸面时，由纸面向外为正），按右手手法则作伯格斯回路，右手大拇指指向位错线正方向，回路方向按右手螺旋方向确定。从实际晶体中任一原子  $M$  出发，避开位错附近的严重畸变区作一闭合回路  $MNOPQ$ ，回路每一步连结相邻原子。按同样方法在完整晶体中做同样回路，步数、方向与上述回路一致，这时终点  $Q$  和起点  $M$  不重合，由终点  $Q$  到起点  $M$  引一矢量  $QM$  即为伯格斯矢量  $\mathbf{b}$ 。伯格斯矢量与起点的选择无关，也与路径无关。图 2.2 所示为刃位错和螺位错伯格斯矢量的确定<sup>[59]</sup>。

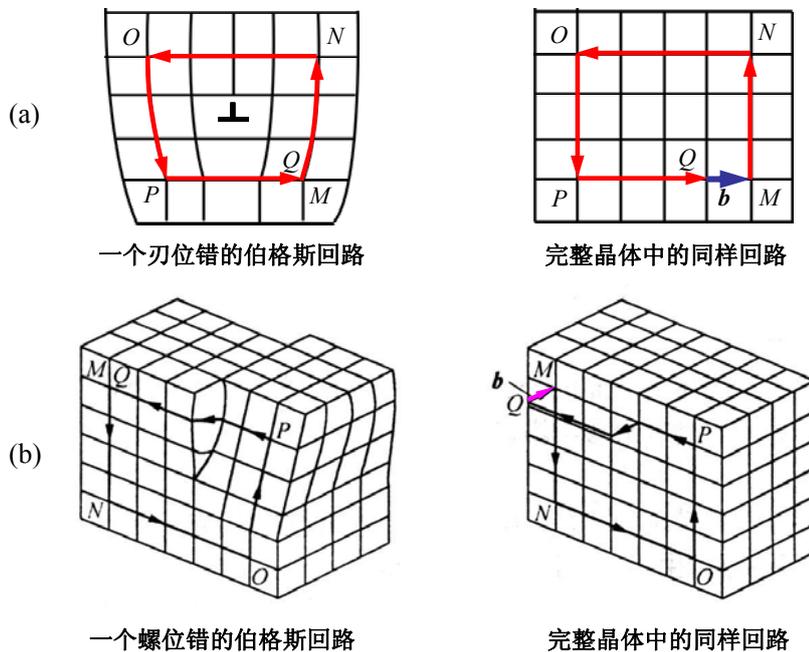


图 2.2 通过伯格斯回路确定伯格斯矢量  $\mathbf{b}$  的示意图，(a)刃位错和(b)螺位错<sup>[59]</sup>。

### 2.1.4 Thompson 四面体

N. Thompson 引入了一个参考四面体和一套标记，一般称之为 Thompson 四

面体,用这一套标记可以清晰而直观地描述面心立方晶体中的位错线及伯格斯矢量所在面和方向,对于理解这类位错很有帮助。

如图 2.3 所示,在面心立方晶胞中把(001)、(010)及(100)三个面的面心及晶胞原点依次标为 A、B、C、D,以 A、B、C、D 为顶点连成一个正四面体,与各顶点相对的正三角形的中心分别标记为  $\alpha$ 、 $\beta$ 、 $\gamma$ 、 $\delta$ 。将该四面体以 ABC 为底展开,可得右图的展开图,展开图中箭头表示矢量方向,线段长度表示矢量的大小,由图可见:

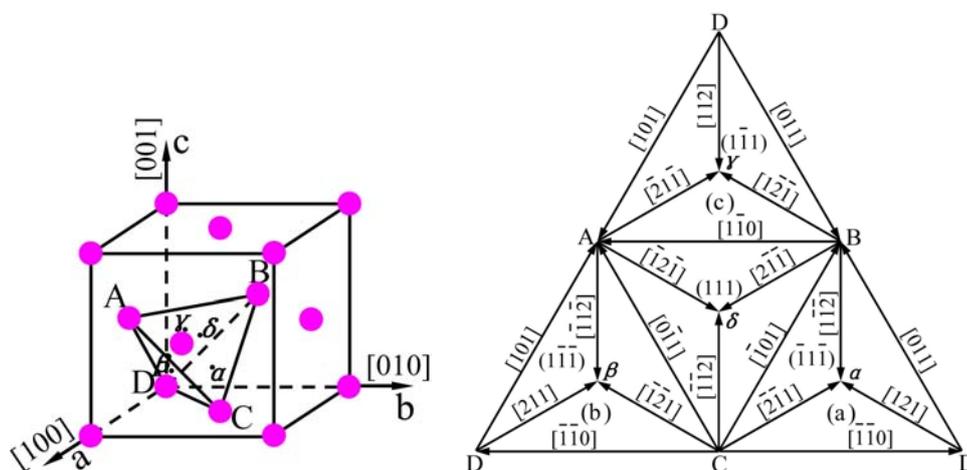


图 2.3 Thompson 四面体及其展开图<sup>[62]</sup>。

(a) 四面体的四个面为特征滑移面  $\{111\}$ ;

(b) 四面体的六个棱边表示特征伯格斯矢量  $\mathbf{b} = \frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ , 这些矢量构成全位错。当位错的伯格斯矢量为沿着滑移方向的原子间距的整数倍时,称为全位错 (perfect dislocation);

(c) 四面体顶点 A、B、C、D 到相对三角形面中心的垂线  $\alpha A$ 、 $\beta B$ 、 $\gamma C$ 、 $\delta D$  表示 Frank 不全位错的伯格斯矢量  $\mathbf{b} = \frac{1}{3}\langle 111 \rangle$ , 因为伯格斯矢量小于滑移方向上的原子间距,故称为不全位错 (partial dislocation);

(d) 四面体顶点到三角形所在面中心的连线 ( $A\beta$ 、 $A\gamma$ 、 $A\delta$ 、 $B\alpha$  等), 表示 Shockley 不全位错的伯格斯矢量  $\mathbf{b} = \frac{1}{6}\langle 112 \rangle$ 。堆垛层错中的 Shockley 不全位错的伯格斯矢量均由这类矢量构成。例如  $\frac{1}{2}[\bar{1}01]$  全位错可分解为位于堆垛层错两

端的两个不全位错:

$$\frac{1}{2}[\bar{1}01] \rightarrow \frac{1}{6}[\bar{2}11] + \frac{1}{6}[\bar{1}12] \quad (2.3)$$

公式(2.3)表示伯格矢量  $\vec{CB}$  可分解为在  $\triangle BCD$  中的两个矢量  $\vec{C\alpha}$  和  $\vec{\alpha B}$ 。

(e) 压杆位错 (stair-rod dislocation) 的伯格矢量等于四面体展开图中两个矢量的合成矢量, 如

$$\vec{\alpha\beta} = \vec{\alpha A} + \vec{A\beta} = \frac{1}{3}[\bar{1}11] + \frac{1}{6}[\bar{1}12] = \frac{1}{6}[\bar{1}10] \quad (2.4)$$

同理  $\alpha\gamma = \frac{1}{6}[\bar{0}11]$ 、 $\alpha\delta = \frac{1}{6}[\bar{1}01]$ 、 $\beta\gamma = \frac{1}{6}[\bar{1}01]$ 、 $\beta\delta = \frac{1}{6}[\bar{0}11]$  和  $\gamma\delta = \frac{1}{6}[\bar{1}10]$ 。

### 2.1.5 位错的运动<sup>[58]</sup>

位错的最重要性质之一是它可以在晶体中运动, 晶体宏观的塑性形变通过位错运动实现。晶体的力学性能如强度、塑性和断裂等均与位错的运动有关。位错的运动有两种基本形式: 滑移和攀移。

在一定的剪应力 (剪应力方向平行于伯格矢量) 的作用下, 位错在滑移面上受到垂直于位错线的作用力。当此力足够大, 足以克服位错运动时受到的阻力时, 位错便可以沿着伯格矢量方向在滑移面上移动, 这种沿着滑移面移动的位错运动称为滑移。位错可以在伯格矢量和位错线所在的平面内滑移。螺位错运动时, 移动方向与位错线垂直, 也与伯格矢量垂直。螺位错的伯格矢量平行于位错线, 因此它可以在位错线所在的任何平面内滑移。刃位错的运动方向始终垂直位错线而平行伯格矢量。而刃位错的伯格矢量垂直于位错线, 所以它只有一个滑移面。但刃位错还有一种在垂直于其滑移面方向上的运动方式, 称作攀移, 致使形成刃位错的额外半原子面伸长或缩短。

攀移的驱动力来自于晶格中空位的运动。若一个空位移到了刃位错滑移面上与位错线相邻的位置上, 则位错核心处的原子将有可能“跃迁”到空位处, 造成半原子面 (位错核心) 向上移动一个原子间距, 这一刃位错“吸收”空位的过程称为正攀移。若反之, 有原子填充到半原子面下方, 造成位错核心向下移动一个原子间距, 则称为负攀移。位错攀移需要热激活, 所需的能量比滑移大。

由于正攀移导致了额外半原子面的退缩, 所以将使晶体在垂直半原子面方向收缩; 反之, 负攀移将使晶体在垂直半原子面方向膨胀。因此, 在垂直半原子面方向施加的压应力会促使正攀移的发生, 反之拉应力则会促使负攀移的发生。这是攀移与滑移在力学影响上的主要差别, 因为滑移是由剪应力而非正应力促成的。位错的滑移与攀移另一差异在于温度相关性。温度的升高能大大增加位错攀移的概率。相比而言, 温度对滑移的影响则小得多。

### 2.1.6 层错和不全位错

实际晶体中, 密排面的正常堆垛顺序可能遭到破坏和错排, 称为堆垛层错, 简称层错。面心立方晶体 $\{111\}$ 面为密排面, 金刚石型晶体 Si 中 Si-Si 原子对的平面可视为复合 $\{111\}$ 密排面。沿 $\langle 111 \rangle$ 方向以 ABC 表示这种复合面, 则完整晶格沿 $\langle 111 \rangle$ 方向堆垛顺序为 ABCABCABC。如果抽去一层或插入一层原子面, 则出现错排。从完整堆垛顺序中抽去一层的层错称为本征 (intrinsic) 层错, 从完整堆垛顺序中插入一层的层错称为非本征 (extrinsic) 层错。

若晶体中抽去或插入的一层不是完整的一层, 则层错部分与完整部分的交界处将出现不全位错。因为不全位错是堆垛层错的边缘, 所以它的周围并不完全为“好”区域所环绕, 这是不全位错与全位错特征的又一区别。不全位错的伯格斯矢量亦可通过伯格斯回路的方法确定, 回路的起点应选择在层错面上。形成层错时几乎不产生点阵畸变, 但它破坏了晶体的完整性和正常的周期性, 使电子发生反常的衍射效应, 使晶体的能量增加, 这部分增加的能量称堆垛层错能。

### 2.1.7 位错伯格斯矢量 $\mathbf{b}$ 的衍射衬度法测定<sup>[60]</sup>

据运动学电子衍射理论:

$$\phi_g = \frac{i\pi}{\xi_g} \int_0^t \exp(-2\pi i S \cdot Z) \exp(-2\pi i g \cdot \mathbf{R}) dZ \quad (2.5)$$

对像衬有贡献的衍射振幅  $\phi_g$  由两部分组成, 即右边第 1 项  $\exp(-2\pi i S \cdot Z)$ , 为完整晶体对衬度的贡献; 第 2 项  $\exp(-2\pi i g \cdot \mathbf{R})$  为缺陷 (这里指位错, 对不同缺陷, 只需更换特定缺陷的位移函数  $\mathbf{R}$ ) 对衬度的贡献。式中,  $\mathbf{g}$  为对衬度做出主要贡献的衍射晶面的倒易矢量;  $\mathbf{R}$  是由于位错的存在给完整晶体带来的晶格位移 (畸

变) 矢量。当  $\mathbf{R} \perp \mathbf{g}$ , 即  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{R} = 0$  时, 衍射振幅是

$$\phi_g = \frac{i\pi}{\xi_g} \int_0^t \exp(-2\pi i \mathbf{S} \cdot \mathbf{Z}) dZ \quad (2.6)$$

与完整晶体的衍射振幅相同, 也就是说, 当  $\mathbf{g} \perp \mathbf{R}$  时, 缺陷存在, 也不提供附加衬度。对所研究的具体材料, 位错性质已定, 因而  $\mathbf{R}$  是一定的, 而  $\mathbf{g}$  却因试样相对于入射电子束取向的不同而异, 调整试样取向, 使试样中某一  $(hkl)$  面处于 Bragg 反射位置, 并使此  $(hkl)$  对应的  $\mathbf{g}_{hkl} \cdot \mathbf{R} \neq 0$ , 从而就能显示出位错的附加衬度。于是使位错衬度消失的判据是  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{R} = 0$ 。令  $\mathbf{R}$  近似等同于  $\mathbf{b}$ , 导致  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$  作为位错消失的判据, 只对螺位错才是充分必要条件。对刃位错和混合位错, 还需如下补充条件。

$$\text{刃位错: } \mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0, \mathbf{g} \cdot \mathbf{b}_e = 0 \quad (2.7)$$

$$\text{混合位错: } \mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0, \mathbf{g} \cdot \mathbf{b}_e = 0, \mathbf{g} \cdot \mathbf{b} \times \mathbf{u} = 0 \quad (2.8)$$

其中,  $\mathbf{b}_e$  为  $\mathbf{b}$  的刃型分量;  $\mathbf{u}$  为沿位错线正方向的单位矢量。实验中要找到使刃位错衬度完全消失的条件是很困难的, 通常根据经验, 只要因衍射平面  $(hkl)$  的轻微弯曲留下的残余衬度不超过远离位错的的基本衬度的 10%, 就可以视为衬度已经消失。这种方法可用于对样品较大范围内位错性质的了解, 与高分辨电镜观察互补。

### 2.1.8 电子束的入射方向和位错的几何排列<sup>[61]</sup>

通常使电子束平行于原子列入射进行高分辨电镜观察, 相对于位错线, 电子束沿不同的入射方向, 能够分别得到位错的不同信息。

(a) 电子束和位错线平行的情况。能直接看出位错分解, 以及能从原子尺度正确确定分解的宽度。为了要从原子尺度清楚地观察位错的核心, 位错线必须成直线状并平行于电子束。位错线是弯的, 或者试样表面附近位错核心的晶格畸变弛豫时, 就不可能得到清楚的衬度。

(b) 电子束垂直于位错线和层错 (或者反相边界 anti-phase boundary) 的情况。适用于不全位错间层错 (或者反相边界) 的宽度变化或者不全位错线上扭折的观察。

(c) 电子束垂直于位错线、平行于不全位错间的层错 (或者反相边界) 的

情况。能弄清楚位错的割阶和相关晶格缺陷的形态和特征。

## 2.2 典型晶体结构中的缺陷特点

### 2.2.1 简单面心立方结构

#### I. 不全位错的基本类型<sup>[62]</sup>:

(1) Shockley 不全位错。相应的滑移矢量是  $\frac{1}{6}\langle 112 \rangle$ ，不全位错线位于层错所在的  $\{111\}$  面上。Shockley 不全位错的滑移矢量在位错线所在的平面内，位错的任何运动不能离开此面，即层错面（也就是不全位错的滑移面），因此，一个 Shockley 不全位错只能作滑移，而不能作攀移，所以人们有时用“glissile”（可滑的）一词形容这种不全位错。

Shockley 不全位错线的取向在  $\{111\}$  面上并无条件限制，因此它可以是刃型的，也可以是螺型的或是混合型的。不过即使是纯螺型的 Shockley 不全位错，它也依然局限在原来层错所在的  $\{111\}$  面上滑移，而不是像一般螺位错那样能在含位错线的任一平面上滑移。

(2) 正、负 Frank 不全位错。Shockley 不全位错是有层错区和无层错区的边界，而层错区是通过局部滑移  $\frac{1}{6}\langle 112 \rangle$  形成的。但是，除了局部滑移外，通过插入或抽出部分  $\{111\}$  面也能形成局部层错。与插入型层错相联系的不全位错称为正 Frank 不全位错，而与抽出型层错联系的不全位错称为负 Frank 不全位错。相应的位移矢量是  $\frac{1}{3}\langle 111 \rangle$ 。由于造成 Frank 不全位错的位移矢量与相应的层错面垂直，所以处处与位错线垂直，因而 Frank 不全位错必定是刃型的，没有其它的类型。Frank 不全位错只能攀移而不能滑移，由此人们有时用“sessile”（不可滑的）一词形容这种不全位错。

#### II. 扩展位错和位错锁:

(1) 扩展位错<sup>[63]</sup>。通常把一个全位错分解为两个不全位错，中间夹着一个堆垛层错的整个位错组态称为扩展位错（extended dislocation）。组成扩展位错的两个 Shockley 不全位错由于相互作用必然处于相互平行的位置。它们之间的距离  $d$  既是层错区的宽度，又是扩展位错的宽度。除非遇到障碍物，在滑移过程中扩展位错的宽度恒定，这个恒定的宽度称为扩展位错的平衡宽度  $d_0$

$$d_0 = \frac{Gb_1 \cdot b_2}{2\pi\gamma_1} \quad (2.9)$$

对面心立方晶体,  $b_1 = b_2 = \frac{\sqrt{6}}{6}a$ ,  $b_1$  和  $b_2$  的夹角为  $60^\circ$ , 代入上式得到:

$$d_0 = \frac{Ga^2}{24\pi\gamma_1} \quad (2.10)$$

$G$  称为剪切模量,  $\gamma_1$  为比层错能。扩展位错可以是刃型的, 也可以是螺型的或是混合型的。既然组成扩展位错的 Shockley 不全位错只能滑移, 不能攀移, 扩展位错也就只能滑移, 不能攀移。在滑移过程中领先的不全位错的滑移导致层错区扩大, 跟踪的不全位错滑移导致层错区缩小, 总效果是使  $d_0$  保持不变, 两个 Shockley 不全位错作为一个整体而滑移, 没有相对运动。在满足降低系统总能量的条件下数个位错可以合并为一个位错, 同时一个位错也可以分解为数个位错。

(2) 压杆位错和位错锁。扩展位错由一个  $\{111\}$  面弯折至另一个  $\{111\}$  面上时, 或是分别处在两个  $\{111\}$  面上相互平行的两个扩展位错部分发生反应时, 在两个面的交线上产生一个不能动的压杆位错 (stair-rod dislocation), 这样将形成一种比较复杂的位错组态“锁” (Lomer-Cottrell 锁或 Hirth 锁)。它使得两个扩展位错停止运动, 形成一个由两个 Shockley 不全位错、一个压杆位错和相交成  $70^\circ 32'$  的两个层错带组成的稳定缺陷组态。这个组态作为很强的障碍物将两个  $\{111\}$  面上的其它位错都牢牢地锁住。

## 2.2.2 立方金刚石结构和闪锌矿结构

### I. 立方金刚石结构

金刚石结构晶体 (如金刚石、硅和锗等) 为共价晶体, 由两个面心立方晶胞沿体对角线相对位移  $1/4$  长度嵌构而成。金刚石结构的框架是面心立方点阵, 它的  $\{111\}$  面族是双层  $Aa$  等。在抽去和插入操作中这双层不可分, 因此金刚石结构堆垛顺序的写法可以略去小写字母, 记作  $ABCABC$ , 即与简单面心立方结构写法一样。金刚石结构中的层错也和简单面心立方结构中的层错相对应, 即有 intrinsic 层错和 extrinsic 层错。当层错能较低时,  $\{111\}$  面上的全位错也能分解成扩展位错。

金刚石结构中全位错的伯格斯矢量与简单面心立方结构中一样，也是  $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ ，滑移面也是  $\{111\}$  密排面。金刚石结构中的全位错主要出现两种位错，即螺位错和所谓  $60^\circ$  位错。后者是由于伯格斯矢量与位错线成  $60^\circ$  角而命名。由于金刚石结构  $\{111\}$  的堆垛方式是双层式的，即 AaBbCcAaBbCc，所以要区分两类滑移面。第 I 类滑移面是通过同样字母的大小写所标记的层间（如 B, b 间），第 II 类滑移面通过不同字母的大小写所标记的层间（如 a, B 间）。Hirth 和 Lothe 将第 I 类滑移面上的全位错属于“shuffle set”，第 II 类滑移面上的全位错属于“glide set”，如图 2.4(a) 所示。shuffle 型  $60^\circ$  位错移去图中虚线区 1-2-3-4 中的原子；glide 型  $60^\circ$  位错则移去虚线区 1-5-6-4 中的原子。

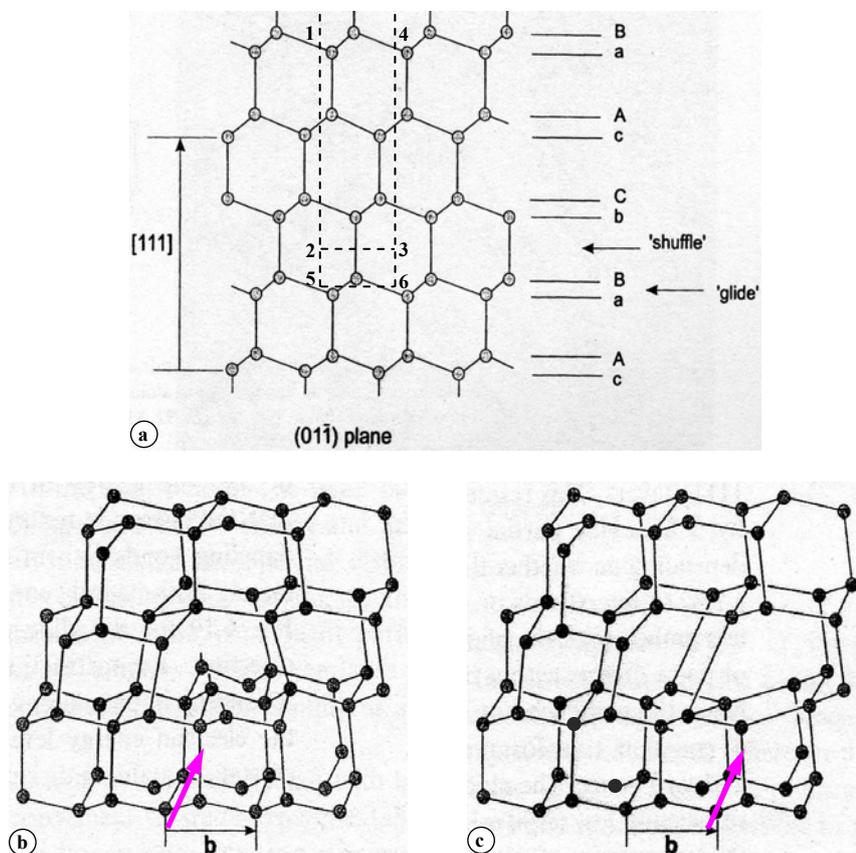


图 2.4 (a)金刚石结构晶体在  $(01\bar{1})$  投影面上  $(111)$  密排面的堆垛顺序；(b)shuffle 型  $60^\circ$  位错；(c)glide 型  $60^\circ$  位错<sup>[59]</sup>。

图 2.4(b)和(c)分别为 shuffle 和 glide 型  $60^\circ$  位错的三维模型。shuffle 和 glide 型  $60^\circ$  位错都能够分解，但是两者运动及分解的机制均不相同，因此分别按其特点命名。glide 型  $60^\circ$  位错通过滑移分解为两个  $\frac{1}{6}\langle 112 \rangle$  的可滑的 Shockley 不全位

错夹着 intrinsic 层错（或 extrinsic 层错）。glide 型  $60^\circ$  位错的分解、相互作用及压杆位错的形成等均与面立方的情况相同。shuffle 型  $60^\circ$  位错分解为一个不全位错和一个复合组态夹 intrinsic 层错（或 extrinsic 层错）。该复合组态为一个不全位错和一个位错偶（dislocation dipole，等价于一行间隙原子或点阵空位）<sup>[62]</sup>。

shuffle 型  $60^\circ$  位错分解后的复合位错组态的模型如图 2.5(a)所示，它若要向右移动，则必须令原子列 1 与 3 之间的键切移至原子列 1 与 2 之间，此外原子列 3, 4 的位置还要调整，即原子列 3 向右而原子列 4 向左移。这个过程简示于图 2.5(b)中。这种运动可认为是一种短程的切移（同产生净位错运动的切移相反），或者是间隙原子列的位错核心扩散运动。Hirth 和 Lothe 把这种运动称为“shuffling”（曳步），从而把这一类全位错称为“shuffle set”的位错。

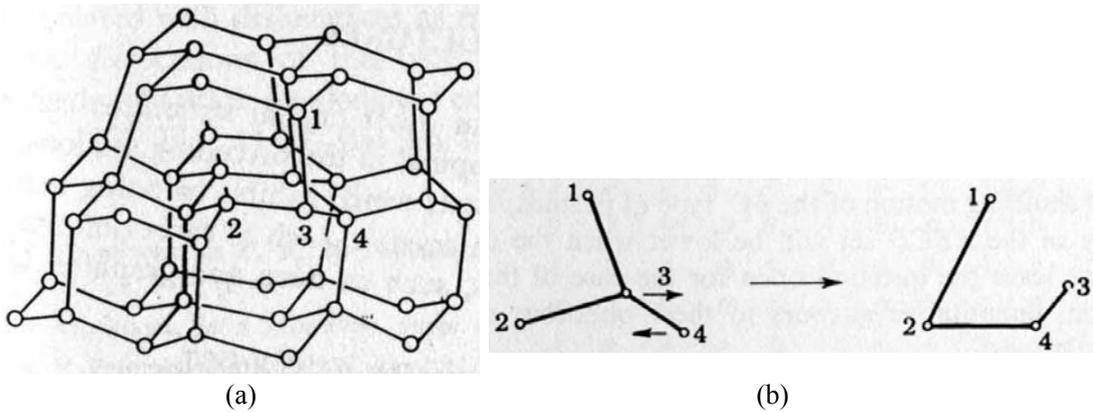


图 2.5 shuffle 型位错的“曳步”<sup>[62]</sup>。

图 2.6 较详尽地列出了金刚石结构晶体中不同位错核心的结构模型<sup>[64]</sup>。矩形阴影表示伴随的本征层错。圆括号内的 SP 和 DP 分别代表单周期和双周期结构；V 和 I 分别代表空位型和间隙型结构。

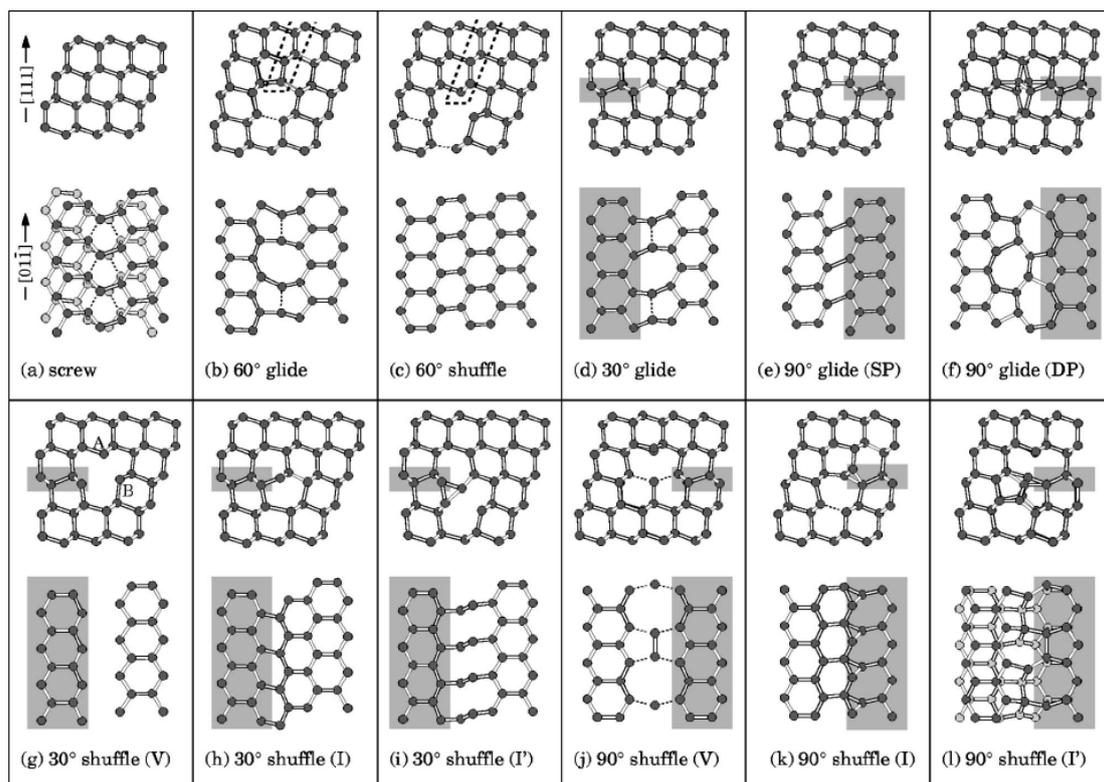


图 2.6 金刚石结构晶体中不同位错的结构模型<sup>[64]</sup>。矩形阴影表示伴随的本征层错。圆括号内的 SP 和 DP 分别代表单周期和双周期结构；V 和 I 分别代表空位型和间隙型结构。

## II. 闪锌矿结构

闪锌矿结构同金刚石结构十分类似，不同之处仅在于金刚石结构的基元由相同的两个原子组成，而闪锌矿结构的基元由不同的两个原子组成。空间点阵同样是面心立方点阵。闪锌矿结构 $\{111\}$ 面的堆垛顺序写作...AaBbCcAaBbCc...，在闪锌矿结构中，主要的堆垛层错类型是 intrinsic 层错和 extrinsic 层错，分别相应于抽去或插入一个双层而形成。闪锌矿结构晶体是极性晶体，即 $[111]$ 方向与 $\overline{[111]}$ 方向不等价。闪锌矿结构中的位错与立方金刚石结构中的位错具有相同的几何形式。不过，由于闪锌矿结构的基元含有两种不同的原子，因此， $60^\circ$ 位错又可分为两种，视其虚悬键是位于阳离子上还是位于阴离子上而定。表 2.1 列出了闪锌矿结构(001)压变型外延薄膜的失配位错 (misfit dislocation) 在(110)投影面上可能存在的伯格矢量，其中  $\xi$  代表位错线。图 2.7 为对应的 Thompson 四面体。

表 2.1 (001)压变型外延薄膜的失配位错在(110)投影面上可能存在的伯格斯矢量<sup>[65]</sup>

滑移面	位错类型	伯格斯矢量	刃型分量	螺型分量
$(\bar{1}11)$	perfect mixed $60^\circ$	$\vec{AC} = \frac{a_0}{2}[01\bar{1}]$	$\frac{a_0}{4}[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]$	$\frac{a_0}{4}[110]$
ACD		$\vec{AD} = \frac{a_0}{2}[\bar{1}0\bar{1}]$	$\frac{a_0}{4}[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]$	$\frac{a_0}{4}[\bar{1}\bar{1}0]$
$\xi_1 = \frac{1}{\sqrt{2}}[\bar{1}\bar{1}0]$	$90^\circ$ Shockley partial	$\vec{A}\beta = \frac{a_0}{6}[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]$	$\frac{a_0}{6}[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]$	0
	$30^\circ$ Shockley partial	$\vec{\beta}C = \frac{a_0}{6}[12\bar{1}]$	$\frac{a_0}{12}[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]$	$\frac{a_0}{4}[110]$
		$\vec{\beta}D = \frac{a_0}{6}[\bar{2}\bar{1}\bar{1}]$	$\frac{a_0}{12}[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]$	$\frac{a_0}{4}[\bar{1}\bar{1}0]$
$(\bar{1}\bar{1}1)$	perfect mixed $60^\circ$	$\vec{CB} = \frac{a_0}{2}[\bar{1}01]$	$\frac{a_0}{4}[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]$	$\frac{a_0}{4}[\bar{1}\bar{1}0]$
BCD		$\vec{DB} = \frac{a_0}{2}[011]$	$\frac{a_0}{4}[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]$	$\frac{a_0}{4}[110]$
$\xi_1 = \frac{1}{\sqrt{2}}[\bar{1}\bar{1}0]$	$90^\circ$ Shockley partial	$\vec{\alpha}B = \frac{a_0}{6}[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]$	$\frac{a_0}{6}[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]$	0
	$30^\circ$ Shockley partial	$\vec{C}\alpha = \frac{a_0}{6}[\bar{2}\bar{1}\bar{1}]$	$\frac{a_0}{12}[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]$	$\frac{a_0}{4}[\bar{1}\bar{1}0]$
		$\vec{D}\alpha = \frac{a_0}{6}[121]$	$\frac{a_0}{12}[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]$	$\frac{a_0}{4}[110]$
(001)	perfect edge Lomer	$\vec{AB} = \frac{a_0}{2}[\bar{1}\bar{1}0]$	$\frac{a_0}{2}[\bar{1}\bar{1}0]$	0
$\xi_1 = \frac{1}{\sqrt{2}}[\bar{1}\bar{1}0]$	Lomer-Cottrell	$\vec{\beta}\alpha = \frac{a_0}{6}[\bar{1}\bar{1}0]$	$\frac{a_0}{6}[\bar{1}\bar{1}0]$	0
$\xi_1 = \frac{1}{\sqrt{2}}[\bar{1}\bar{1}0]$	Frank partial	$\vec{A}\alpha = \frac{a_0}{3}[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	$\frac{a_0}{3}[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	0

			$\vec{\beta}\text{B} = \frac{a_0}{3}[\bar{1}11]$	$\frac{a_0}{3}[\bar{1}11]$	0
$(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$	perfect mixed $60^\circ$		$\vec{\text{AC}} = \frac{a_0}{2}[0\bar{1}\bar{1}]$	$\frac{a_0}{4}[1\bar{1}\bar{2}]$	$\frac{a_0}{4}[\bar{1}\bar{1}0]$
ABC			$\vec{\text{BC}} = \frac{a_0}{2}[10\bar{1}]$	$\frac{a_0}{4}[1\bar{1}\bar{2}]$	$\frac{a_0}{4}[\bar{1}\bar{1}0]$
$\xi_2 = \frac{1}{\sqrt{2}}[\bar{1}\bar{1}0]$	perfect screw		$\pm\vec{\text{AB}} = \pm\frac{a_0}{2}[\bar{1}\bar{1}0]$	0	$\pm\frac{a_0}{2}[\bar{1}\bar{1}0]$
	$30^\circ$ Shockley partial		$\vec{\text{A}\delta} = \frac{a_0}{6}[\bar{1}2\bar{1}]$	$\frac{a_0}{12}[1\bar{1}\bar{2}]$	$\frac{a_0}{4}[\bar{1}\bar{1}0]$
			$\vec{\text{B}\delta} = \frac{a_0}{6}[2\bar{1}\bar{1}]$	$\frac{a_0}{12}[1\bar{1}\bar{2}]$	$\frac{a_0}{4}[\bar{1}\bar{1}0]$
$(1\bar{1}\bar{1})$	perfect mixed $60^\circ$		$\vec{\text{DA}} = \frac{a_0}{2}[101]$	$\frac{a_0}{4}[11\bar{2}]$	$\frac{a_0}{4}[\bar{1}\bar{1}0]$
ABD			$\vec{\text{DB}} = \frac{a_0}{2}[011]$	$\frac{a_0}{4}[11\bar{2}]$	$\frac{a_0}{4}[\bar{1}\bar{1}0]$
$\xi_2 = \frac{1}{\sqrt{2}}[\bar{1}\bar{1}0]$	perfect screw		$\pm\vec{\text{AB}} = \pm\frac{a_0}{2}[\bar{1}\bar{1}0]$	0	$\pm\frac{a_0}{2}[\bar{1}\bar{1}0]$
	$30^\circ$ Shockley partial		$\vec{\gamma\text{A}} = \frac{a_0}{6}[2\bar{1}\bar{1}]$	$\frac{a_0}{12}[11\bar{2}]$	$\frac{a_0}{4}[\bar{1}\bar{1}0]$
			$\vec{\gamma\text{B}} = \frac{a_0}{6}[\bar{1}21]$	$\frac{a_0}{12}[11\bar{2}]$	$\frac{a_0}{4}[\bar{1}\bar{1}0]$

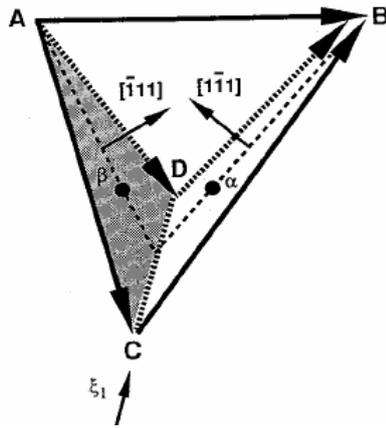


图 2.7 与表 2.1 对应的 Thompson 四面体<sup>[65]</sup>。

### 2.2.3 密排六方结构<sup>[59, 63]</sup>

对密排六方结构，最短的点阵矢量为  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ ，次短的点阵矢量为  $\langle 0001 \rangle$ ，因此它的单位位错为  $\frac{a}{3}\langle 11\bar{2}0 \rangle$ ， $c\langle 0001 \rangle$ ，此外还有  $\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}3 \rangle$  等。正如面心立方晶体中位错的伯格斯矢量可以用 Thompson 四面体表示一样，密排六方晶体中的所有位错的伯格斯矢量都可以用图 2.8 所示的双三角锥（共底）表示。三角锥的底面是正三角形 ABC，上下两个顶点记作 S 和 T，线段 ST 的中点，也即是等边三角形 ABC 的中心，记作  $\sigma$ 。表 2.2 列出了该双棱锥所表征的密排六方结构中的位错。

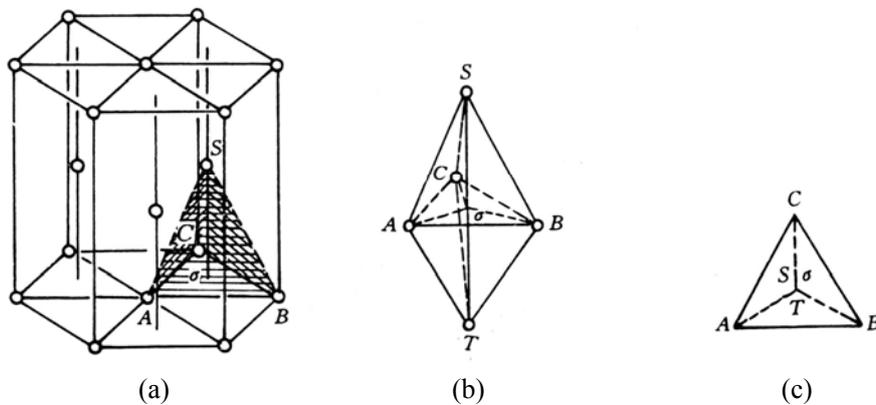
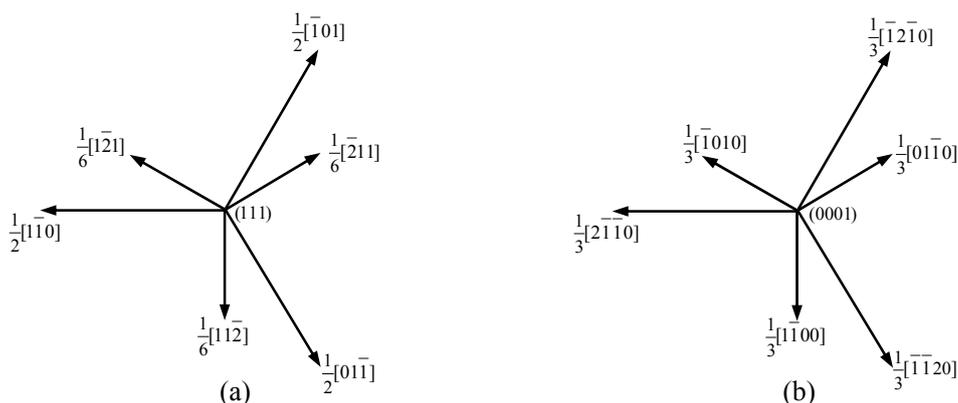


图 2.8 表征密排六方结构中位错的伯格斯矢量的双三角锥<sup>[59]</sup>，(a)三角锥作法，(b)双三角锥构型，(c)三角锥底面。

表 2.2 密排六方结构中的位错<sup>[59]</sup>

类型	$\vec{AB}$	$\vec{TS}$	$\vec{ST}+\vec{AB}$	$\vec{A\sigma}$	$\vec{\sigma S}$	$\vec{AS}$
伯格斯矢量 $\mathbf{b}$	$\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}0 \rangle$	$[0001]$	$\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}3 \rangle$	$\frac{1}{3}\langle \bar{1}100 \rangle$	$\frac{1}{2}[0001]$	$\frac{1}{6}\langle \bar{2}203 \rangle$
伯格斯矢量长度 $b$	$a$	$c$	$\sqrt{c^2+a^2}$	$a/\sqrt{3}$	$c/2$	$\sqrt{\frac{a^2}{3}+\frac{c^2}{4}}$
当 $c^2 = \frac{8}{3}a^2$ 时的 $b^2$	$a^2$	$\frac{8}{3}a^2$	$\frac{11}{3}a^2$	$\frac{1}{3}a^2$	$\frac{2}{3}a^2$	$a^2$

密排六方结构中的基面(0001)与面心立方结构中的(111)面是同样的原子密排面。二者的重要晶体学方向是一致的，只是指数不同。图 2.9 给出了此面上几个重要方向的指数。

图 2.9 (a)面心立方结构(111)面与(b)密排六方结构(0001)面内的重要晶体学方向<sup>[62]</sup>。

### (1) 全位错

密排六方晶体中全位错的伯格斯矢量一般是  $AB$ 、 $BC$  或  $CA$ ，其滑移面多为 (0001)基面，还有柱面  $\{1100\}$  和锥面  $\{1101\}$ 。

### (2) Shockley 不全位错和扩展位错

第二类 intrinsic 层错  $I_2$  的边界线就是密排六方结构中的 Shockley 不全位错。以 (0001)  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  为优先滑移系统时，全位错往往分解为两个伯格斯矢量为

$\frac{1}{3}\langle 10\bar{1}0 \rangle$  (记作  $\vec{A}\sigma$ ) 的 Shockley 不全位错, 中间夹着一条层错带, 构成扩展位错。这种不全位错与面心立方结构中的 Shockley 不全位错相对应。密排六方晶体中的 Shockley 不全位错同面心立方晶体中的 Shockley 不全位错一样, 也是“glissile”不全位错。分解反应式为:

$$\vec{AB} \rightarrow \vec{A}\sigma + \vec{\sigma}B \quad (2.11)$$

例如,  $\frac{1}{3}[11\bar{2}0] \rightarrow \frac{1}{3}[10\bar{1}0] + \frac{1}{3}[01\bar{1}0]$ 。扩展位错也有一个平衡宽度, 并且也可以按(2.9)式计算。对于以柱面(或锥面)为优先滑移面(滑移方向仍为  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ )的, 基面上的全位错不会分解成扩展位错, 或者说, 不会形成稳定的基面层错。

### (3) Frank 不全位错

(a) extrinsic 层错 E 的边界线是密排六方结构中的正 Frank 不全位错。其伯格斯矢量是  $\vec{\sigma}S$ 。正 Frank 不全位错(环)是刃型的, 它是“sessile”不全位错。

(b) 第一类 intrinsic 层错  $I_1$  的边界线构成密排六方结构中另外两种 Frank 不全位错。例如, 抽去一层然后实行平移的操作构成的层错  $I_1$ , 为负 Frank 不全位错, 其伯格斯矢量为  $\vec{AT}$ 。它也只能攀移, 不能滑移, 属于“sessile”不全位错。若插入一个部分原子密排层, 然后实行平移操作构成的层错  $I_1$ , 为另一种正 Frank 不全位错, 其伯格斯矢量是  $\vec{AS}$ 。

### (4) 堆垛层错

理想完整的密排六方结构相当于无限序列...*ABABABAB*...

(a) 抽去一层(或插入一层), 然后实行  $\frac{1}{3}\langle 10\bar{1}0 \rangle$  平移, 称为第一类 intrinsic 层错, 记作  $I_1$ , 形成序列...*ABABCBCB*...

(b) 切移  $\frac{1}{3}\langle 10\bar{1}0 \rangle$  (shear), 称为第二类 intrinsic 层错, 记作  $I_2$ , 形成序列...*ABABCACA*...

(c) 插入一层, 不带平移, 称为 extrinsic 层错, 记作 E, 形成序列...*ABABCABAB*...

### 2.3 半导体异质外延界面类型

界面（包括表面）不是一个简单的几何面，而是具有几个原子厚度的区域，界面不仅存在于材料的外部，而且广泛存在于材料内部。由于界面的原子结构、化学成分和原子键合不同于界面两侧的晶体，因而界面与界面两侧晶体的性质有很大的差别，而且在界面上更容易发生化学反应。所以，界面对材料的性能起着极其重要的作用，有时甚至能起控制作用。

利用高分辨像可以得到界面的直观图像，与成分分析的信息配合，可进一步阐明界面的原子结构、化学键合、缺陷结构，阐明界面几何结构与界面能量的关系；阐明界面的原子结构、物理化学特性与材料性能之间的关系等，并为新材料的研究发展、材料性能的改善及使用寿命的提高提供理论依据。

#### 2.3.1 三种外延生长模式及界面类型

A 原子在 A 衬底上的外延称为同质外延，A 原子在 B 衬底上的外延称为异质外延。同质外延并且温度高时，生长单层的薄膜为最稳定的组态，其生长模式是二维生长。但是实际上沉积原子常常来不及迁移到能量最低的逐层生长组态，其生长模式常常以岛状生长为主，实际同质外延时薄膜的生长常常决定于动力学因素。异质外延可以逐层生长、也可以岛状生长，主要取决于 AB 键能和 AA 键能的大小。如果 AB 键能大于 AA 键能，逐层生长有利，反之，如 AA 键能显著大于 AB 键能，则岛状生长有利。

在清洁的晶体衬底上生长薄膜的模式分为三种：

(1) 二维生长 (Frank-van der Merwe) 模式，润湿角为零，B 衬底上形成许多二维 A 晶核，晶核长大后联结成单原子层，铺满衬底后继续上述过程，一层层生长；

(2) 三维生长 (Volmer-Weber) 模式，润湿角不为零，B 衬底上形成许多三维的岛状 A 晶核，岛状 A 晶核长大后形成表面粗糙的多晶膜；

(3) 单层二维生长后三维生长 (Stranski-Krastanov) 模式，处于前两者之间，先形成单层膜后再岛状生长。这种模式一般发生在二维生长后膜内出现应力的场合。

固体与固体相接触的界面分为两类。两固体为同一结晶相，仅仅结晶学方向

不同称晶界，若相邻晶粒不仅取向不同而且晶体结构或成分也不同，即它们是不同的相，则它们之间的界面称为相界。根据界面上的原子排列结构不同，可把固体中的相界面分为共格的、半共格的以及非共格的三类<sup>[66]</sup>。

(1) 共格界面 (coherent interface)。当两相在某种晶面上具有相同的原子分布方式及相近的原子间距时，两相的晶格在界面上能够相互衔接，一一对应，于是界面两侧的点阵越过界面时是连续的，这种界面称为共格界面。共格界面两侧的晶体具有完全确定的位向关系，一侧的原子面和另一侧的原子面可以取向不同或有扭折，但可以逐一对应和过渡。共格相界面不会像共格孪晶面那样完整，或多或少地存在着一定的晶格畸变，只是这种畸变不大；

(2) 半共格界面 (semicoherent interface)。当相邻两相的结构相差较大时，界面不能再维持完全共格，而出现一系列非共格的部分，通常在界面上形成一系列的失配位错，以此补偿界面上原子间的不匹配，并使界面上的畸变和弹性应变能降至最低。从能量角度而言，以半共格界面代替共格界面更为有利；

(3) 非共格界面 (incoherent interface)。当两个相邻的相在界面上的原子排列结构差异很大时，界面两侧就不可能匹配很好。若两相原子排列差异很大，或者即使排列相似但原子间距差异超过 25%，这两种情况都产生非共格界面。一般而言，两个任意取向的晶体沿任意面接合就形成非共格界面。

### 2.3.2 异质外延薄膜中的应变<sup>[67]</sup>

异质半导体薄膜外延时由于两种材料晶格常数不同引起的应变称为失配应变。温度变化后由两种材料热膨胀系数不同引起的应变称为热应变。它们不仅对生长模式（二维层状生长、三维岛状生长等）有很大的影响，还会在界面上引起失配位错。从衬底延伸到薄膜中的穿透位错 (threading dislocation) 等晶体缺陷会在薄膜中引起新的晶体缺陷。此外，在有失配度的薄膜生长过程中这些穿透位错可以引起界面上形成失配位错。

在有失配度外延薄膜中应变随失配度而变，失配度接近零时，外延薄膜和衬底的晶格匹配得很好，如图 2.10(a)。失配度小于零时，外延薄膜的晶格常数大于衬底的晶格常数，要保持薄膜原子和衬底原子的一一对应的共格关系，外延薄膜在平行界面的横向上将产生压应变，相应地衬底在垂直界面的纵向上将产生张应

变如图 2.10(b), 失配度大于零时, 外延薄膜中的应变状态相反。由于衬底厚度比薄膜的厚度大得多, 应变集中在薄膜之中, 衬底的应变可以忽略。如果衬底厚度也很小, 衬底的上层受张, 薄衬底将发生弯曲, 即薄膜在上薄衬底在下时, 薄膜和薄衬底中部凸起、外侧下降, 失配度大于零时情形相反。图 2.10(c)是界面上产生失配位错的情形, 外延薄膜中的应变已经得到了弛豫。

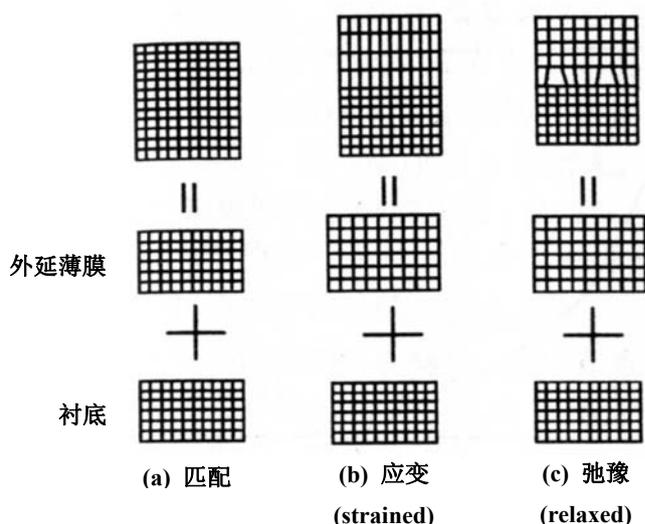


图 2.10 晶格常数差别引起的外延薄膜中的应变和失配位错<sup>[67]</sup>, (a)外延薄膜和衬底晶格匹配, (b)存在失配时, 外延薄膜和衬底发生应变以保持共格, (c)外延薄膜的应变已经弛豫。

随着薄膜厚度的增加, 薄膜中的应变能将线性地增大。薄膜应变能增大到一定值后会在界面上产生失配位错, 因为失配位错的产生需要一定的能量, 但它们可以减少薄膜的应变能, 薄膜厚度增加到一定值后产生失配位错可以使总能量降低。一定失配度条件下薄膜中的应变和位错的演化过程可以归纳如下:

(a) 薄膜厚度小于临界值时, 薄膜和衬底完全共格, 薄膜中没有失配位错, 薄膜是应变膜, 如图 2.10(b);

(b) 薄膜厚度大于临界值时, 开始形成失配位错, 薄膜应变开始弛豫, 但由于位错滑移运动摩擦力的存在, 应变的弛豫比较缓慢;

(c) 薄膜厚度继续增大, 位错增殖机制起动, 产生大量失配位错, 应变的弛豫显著加快;

(d) 在失配位错增加的同时穿透位错也显著增加。要使薄膜中失配位错和穿透位错减少, 需要减小失配度和薄膜厚度, 或采取适当的措施如使用梯度过渡

层等。

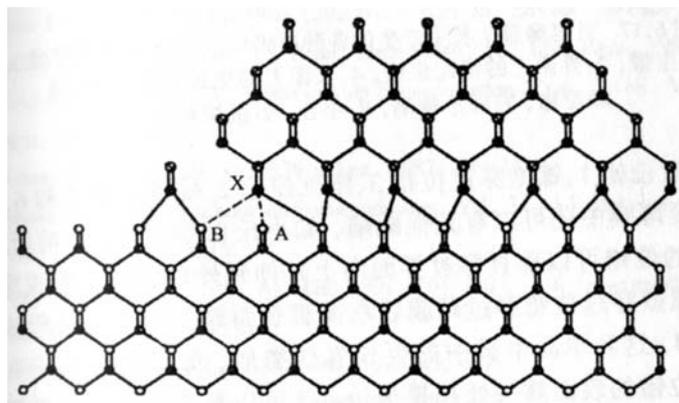


图 2.11 岛边缘产生失配位错的原子过程<sup>[67]</sup>。

原则上失配位错的成核和增殖机制可以应用到岛状薄膜，但是岛状生长时可以有另外的原子过程。图 2.11 表示在化合物半导体(001)面上薄膜岛向左生长时岛中原子相对衬底原子的偏移不断增大，以致岛中 X 原子可以不和衬底的 A 原子成键、而和衬底的 B 原子成键，使岛中原子相对衬底原子的偏移减小（应变减小），于是衬底中的 A 原子就成为失配位错的芯，位错芯附近的原子组态也不断调整，形成完整的失配位错。

---

## 第三章 高分辨像成像原理及像的解卷处理

### 3.1 电子与物体的相互作用<sup>[1]</sup>

#### 3.1.1 出射波与透射函数

电子与物体发生作用之后，在物体后表面形成的电子波称出射波。当入射电子波 $\psi_0(\mathbf{r}, z)$ （电子沿 $z$ 方向入射）为单位振幅的平面波时，出射波的波函数称透射函数，用 $q(\mathbf{r})$ 表示。显然，透射函数是与物体结构有关的函数。按照运动学衍射理论，透射波函数与物体的投影电势分布函数成线性关系。按照动力学衍射理论则难以写出透射函数的解析表达式。透射函数与高分辨像的衬度有密切关系，为解释像的衬度，对物体与电子的相互作用提出了不同程度的近似，以下将介绍几种近似条件下的透射函数。

#### 3.1.2 相位物体

电子作为带电粒子深入到物体内部主要受到来自原子核与核外电子所构成的静电势场的散射。晶体中的电势分布情况对应于晶体中原子位置分布。晶体结构分析的主要目的是找出晶胞中各原子的中心位置，它对应于晶胞电势分布函数的极大值位置。

能拍摄到高质量高分辨像的试样很薄，厚度一般不超过 10 nm，所以可以认为当电子波穿过物体之后，只改变波相位，而波振幅的变化可忽略不计（即忽略吸收），这种物体称相位物体。相位物体的透射函数为

$$q(\mathbf{r}) = \exp[-i\sigma\phi(\mathbf{r})], \quad (3.1)$$

式中 $\phi(\mathbf{r})$ 为物体的投影势分布函数， $\sigma = \pi/\lambda U$ ，称作相互作用常数。式(3.1)说明相位物体的结构信息寓于出射波的相位之中。

#### 3.1.3 弱相位物体

若物体很薄，致使 $\sigma\phi \ll 1$ ，则称弱相位物体。把(3.1)式的右方展开成泰勒

(Taylor) 级数, 并忽略二次项及二次以上的高次项, 得

$$q(\mathbf{r}) = 1 - i\sigma\phi(\mathbf{r}). \quad (3.2)$$

式(3.2)给出了弱相位物体的透射函数。以下将会看到, 尽管(3.2)式是一个很不严格的公式, 但却十分有助于理解为何高分辨像能直观地反映被观察物体的投影结构。

### 3.1.4 物体的多片模型

以上两节把物体看作一个整体, 认为物体各部分同时与电子波发生作用。1957年 Cowley 和 Moodie<sup>[17]</sup>借助理学光学的简单原理推导了多束动力学电子衍射理论。他们把物体分割成许多垂直或近似垂直于入射电子束的薄片, 且把每一片压缩成二维物体。于是电子与物体的相互作用被描述为电子与一组等间隔平行薄片的相互作用。电子与每片的作用可分解为两步: 第一步是电子与此片的投影电势作用, 形成被调制的电子波; 第二步是被调制的电子波在真空中传播一段路程, 路程长度等于此片与下一片的间距, 于是电子波与下一片相遇。如此依次与各片逐一发生作用, 故此理论又称多片理论。方法的特点是只需考虑晶体的二维周期性。

把物体分割成  $n$  个垂直于入射束的薄片, 厚度分别为  $\Delta z_1, \Delta z_2, \Delta z_3, \dots, \Delta z_n$ 。把每片的物质压缩在前平面上。各片的透射函数分别为  $q_1(\mathbf{r}), q_2(\mathbf{r}), q_3(\mathbf{r}), \dots, q_n(\mathbf{r})$ 。设振幅等于 1 的平面波入射于第一片, 入射波先与此片的投影电势作用, 穿过该片的前平面时被投影电势所调制, 形成透射函数  $q_1(\mathbf{r})$ , 随后再在真空中传播一段距离  $\Delta z_1$ , 在第一片后表面的波函数为

$$\Psi_1(\mathbf{r}) = q_1(\mathbf{r}) * p_1(\mathbf{r}) \quad (3.3)$$

待与第二片作用后, 在其后表面的波函数为

$$\Psi_2(\mathbf{r}) = q_2(\mathbf{r}) [q_1(\mathbf{r}) * p_1(\mathbf{r})] * p_2(\mathbf{r}) \quad (3.4)$$

如此类推, 在第  $n$  片后表面, 亦即物体的透射函数为

$$q(\mathbf{r}) = q_n(\mathbf{r}) [q_{n-1}(\mathbf{r}) \cdots [q_2(\mathbf{r}) [q_1(\mathbf{r}) * p_1(\mathbf{r})] * p_2(\mathbf{r})] * \cdots * p_{n-1}(\mathbf{r})] * p_n(\mathbf{r}), \quad (3.5)$$

中括号的内容  $[ \dots ]$  表示与第  $j$  片作用的结果, 给出在第  $j$  片后表面的波函数,

$q_j(\mathbf{r})$ 和  $p_j(\mathbf{r})$ 分别为第  $j$  片的透射波函数和第  $j$  片与第  $j+1$  片之间的菲涅尔传播因子。

$$p_j(\mathbf{r}) = \frac{i}{\lambda\Delta z_j} \exp\left(-\frac{i\pi r^2}{\lambda\Delta z_j}\right), \quad (3.6)$$

$\Delta z_j$ 是第  $j$  片的厚度。因为每片都很薄，均可近似为相位物体，于是式(3.5)中各片的透射函数  $q_j(\mathbf{r})$  均如式(3.1)所示。与式(3.1)及式(3.2)相比，式(3.5)更确切地反映了物体与电子的相互作用，被广泛应用于高分辨像的计算，是多片法像模拟的理论基础。物体分割成的片数趋于无穷多，片厚趋于无穷小时，式(3.5)的傅里叶变换严格表达了三维物体对电子的动力学散射，但不能从式(3.5)看出透射函数与物体结构的明显关系。

### 3.1.5 赝弱相位物体

1985 年李方华和汤栋仿照多片模型，亦把物体分割成  $n$  个垂直于入射电子束的薄片，但对多片模型作两点假设<sup>[53]</sup>。一是认为全部薄片都相同，且每片是一个弱相位物体（因为拍摄高分辨像时，入射电子束往往平行于一个短晶轴）；二是忽略了片与片之间的多次散射，第二点假设虽对应于运动学电子衍射，但由于考虑了片与片之间的菲涅耳衍射，赝弱相位物体近似与弱相位物体近似有重要区别，前者的透射函数不再与  $\varphi(\mathbf{r})$ 有简单的线性关系。3.2.3 节将见，在晶体不很厚时，正是  $\varphi(\mathbf{r})$ 的二次项决定了像衬随晶体厚度的变化规律。这样，每一片的透射函数均为  $1 - i\sigma\varphi(\mathbf{r})$ ， $\varphi(\mathbf{r})$ 为每片的投影电势分布函数。每相邻两片之间的菲涅尔传播因子均为

$$p_{\Delta z}(\mathbf{r}) = \frac{i}{\lambda\Delta z} \exp\left(-\frac{i\pi r^2}{\lambda\Delta z}\right), \quad (3.7)$$

式中  $\Delta z$  为片的厚度。将每片的透射函数和式(3.7)代入式(3.5)，标记为 1 的一对中括弧的内容为

$$\left[ q(\mathbf{r}) * p_{\Delta z}(\mathbf{r}) \right]_1 = 1 - i\sigma\varphi(\mathbf{r}) * p_{\Delta z}(\mathbf{r}) \quad (3.8)$$

式(3.8)给出电子波离开第一片下表面，亦即到达第二片上表面的波函数，标记为 2 的一对中括弧的内容为

$$\begin{aligned} [q(\mathbf{r})]_1 [q(\mathbf{r}) * p_{\Delta z}(\mathbf{r})]_1 * p_{\Delta z}(\mathbf{r})]_2 &= 1 - i\sigma\varphi(\mathbf{r}) * p_{\Delta z}(\mathbf{r}) \\ &\quad - i\sigma\varphi(\mathbf{r}) * p_{\Delta z}(\mathbf{r}) * p_{\Delta z}(\mathbf{r}) - \sigma^2\varphi(\mathbf{r}) [\varphi(\mathbf{r}) * p_{\Delta z}(\mathbf{r}) * p_{\Delta z}(\mathbf{r})], \end{aligned}$$

上式右方最后一项为 $\varphi(\mathbf{r})$ 的二次项，它代表二次散射。对于很薄的物体，二次项比一次项小得多。略去此项后得

$$[q(\mathbf{r})]_1 [q(\mathbf{r}) * p_{\Delta z}(\mathbf{r})]_1 * p_{\Delta z}(\mathbf{r})]_2 = 1 - i\sigma\varphi(\mathbf{r}) * p_{\Delta z}(\mathbf{r}) - i\sigma\varphi(\mathbf{r}) * p_{\Delta z}(\mathbf{r}) * p_{\Delta z}(\mathbf{r})。$$

上式给出电子波到达第二片下表面，亦即第三片上表面的波函数。如此类推，电子波到达物体下表面的波函数，亦即物体的透射函数为

$$q(\mathbf{r}) = 1 - i\sigma\varphi(\mathbf{r}) * p_{\Delta z}(\mathbf{r}) - i\sigma\varphi(\mathbf{r}) * p_{\Delta z}(\mathbf{r}) * p_{\Delta z}(\mathbf{r}) - \cdots - i\sigma\varphi(\mathbf{r}) * \underbrace{p_{\Delta z}(\mathbf{r}) * p_{\Delta z}(\mathbf{r}) * \cdots * p_{\Delta z}(\mathbf{r})}_{n \text{ 次}}$$

因为二个菲涅尔传播因子之卷积等于另一个菲涅尔传播因子，其传播距离为前二者之和，所以，上式可改写为

$$q(\mathbf{r}) = 1 - i\sigma\varphi(\mathbf{r}) * \sum_{j=1}^n p_{j\Delta z}(\mathbf{r}), \quad (3.9)$$

式中

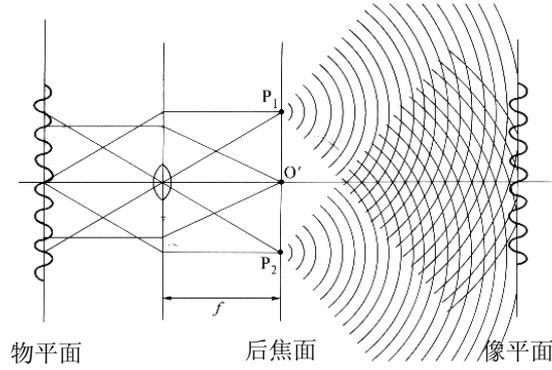
$$p_{j\Delta z}(\mathbf{r}) = \frac{i}{\lambda_j \Delta z} \exp\left(-\frac{i\pi r^2}{\lambda_j \Delta z}\right)。 \quad (3.10)$$

$\Delta z$  很小，任一函数与  $p_{\Delta z}(\mathbf{r})$  卷积后变化不大。为了便于与弱相位物体的透射函数相比较，在式(3.9)中的各项均减少一次与  $p_{\Delta z}(\mathbf{r})$  的卷积。这样得

$$q(\mathbf{r}) = 1 - i\sigma\varphi(\mathbf{r}) - i\sigma\varphi(\mathbf{r}) * \sum_{j=1}^{n-1} p_{j\Delta z}(\mathbf{r})。 \quad (3.11)$$

### 3.2 高分辨像成像原理

在物体后表面形成的出射波是物镜的物面波，物面波经过物镜成像，在像平面得到高分辨像。与光学薄透镜相似，可以用 Abbe 成像原理说明物镜成像的过程，如图 3.1 所示<sup>[68]</sup>。

图 3.1 Abbe 成像原理<sup>[68]</sup>。

为简便起见，只讨论理想薄透镜的情况。

### 3.2.1 理想薄透镜成像<sup>[69]</sup>

设入射电子波为单色平面波。单色平面波经过晶体，在晶体后表面形成的出射波即为晶体的透射函数  $q(\mathbf{r})$ ，它携带了晶体的结构信息，见式(3.1)和(3.2)。理想薄透镜的成像如图 3.2 所示，其中， $u$  为物体后表面到透镜的距离（物距）， $v$  为透镜到观察平面的距离（像距）， $f$  为透镜的焦距。

物面波向前传播至物镜前平面是在真空中的菲涅尔传播过程，物镜前平面的波函数  $L_f(\mathbf{r})$  等于物面波  $q(\mathbf{r})$  与菲涅耳传播因子  $p_u(\mathbf{r})$  的卷积：

$$L_f(\mathbf{r}) = q(\mathbf{r}) * p_u(\mathbf{r}) \quad (3.12)$$

透镜起一个相位调制器的作用，物镜后平面的波函数  $L_b(\mathbf{r})$  写作

$$L_b(\mathbf{r}) = L_f(\mathbf{r}) \exp\left(\frac{i\pi r^2}{\lambda f}\right) = [q(\mathbf{r}) * p_u(\mathbf{r})] \exp\left(\frac{i\pi r^2}{\lambda f}\right) \quad (3.13)$$

物镜后焦面的波函数  $\psi_d(\mathbf{r})$  是物镜后平面波函数  $L_b(\mathbf{r})$  在真空中向前传播  $f$  的距离，

$$\psi_d(\mathbf{r}) = L_b(\mathbf{r}) * p_f(\mathbf{r}) = [q(\mathbf{r}) * p_u(\mathbf{r})] \exp\left(\frac{i\pi r^2}{\lambda f}\right) * p_f(\mathbf{r}) \quad (3.14)$$

物镜是高倍放大的透镜，像距远大于物距，于是物距的尺寸很接近焦距，即  $u = f$ ，令  $\mathbf{H} = \mathbf{r} / \lambda f$ ，由式(3.14)可进一步推导出后焦面的波函数

$$\psi_d(\mathbf{r}) = Q(\mathbf{H}) = \int q(\mathbf{r}_1) \exp(2\pi i \mathbf{H} \cdot \mathbf{r}_1) d\mathbf{r}_1 \quad (3.15)$$

或

$$Q(\mathbf{H}) = \mathcal{F}[q(\mathbf{r})] \quad (3.16)$$

式中  $\mathcal{F}$  是傅里叶变换操作。这样，物镜后焦面的波函数是物波函数的傅里叶变换，故称衍射波函数。于是，物镜的后焦面相当于垂直于入射电子束且通过原点的倒易点阵平面， $\mathbf{H}$  是在此面内的二维坐标矢量。

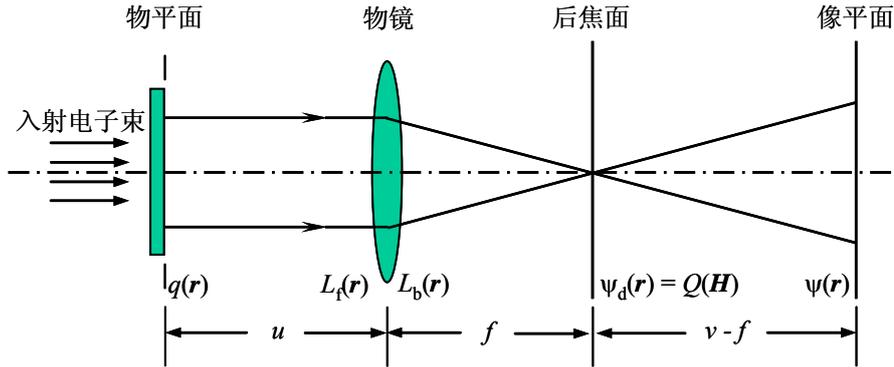


图 3.2 理想薄透镜成像示意图<sup>[1]</sup>。

当物镜是理想的薄透镜时，没有像差，入射电子束发散角很小，电子的轨迹只限于离光轴很近的区域内，即满足傍轴近似，电子波能量不分散，则在高斯像平面上的波函数等于物镜后焦面的波函数继续向前传播一段距离 ( $v-f$ ):

$$\psi(\mathbf{r}) = \psi_d(\mathbf{r}) * p_{v-f}(\mathbf{r}) \quad (3.17)$$

在高斯聚焦（又称正焦）条件下，满足透镜方程

$$\frac{1}{u} + \frac{1}{v} = \frac{1}{f}, \quad (3.18)$$

可得

$$v-f = vf / u = Mf \quad (3.19)$$

式中  $M$  是物镜的放大倍数。为简单起见，令放大倍数  $M = 1$ ，则像波函数

$$\psi(\mathbf{r}) = \int Q(\mathbf{H}) \exp(2\pi i \mathbf{H} \cdot \mathbf{r}) d\mathbf{H} = q(-\mathbf{r}) \quad (3.20)$$

公式(3.20)说明，像波是衍射波  $Q(\mathbf{H})$  的傅里叶变换。这样，物镜在成像过程中完成两次傅里叶变换。从物波出发，第一次傅里叶变换得到衍射波，第二次傅里叶变换得到像波。像波相对于物波旋转了  $180^\circ$ 。近代的电子显微镜均对像波的方位做了调整，使之与物波的方位一致，于是将像波函数写为

$$\psi(\mathbf{r}) = q(\mathbf{r}) = \mathcal{F}^{-1}[Q(\mathbf{H})] \quad (3.21)$$

在理想成像条件下的像强度为

$$I(\mathbf{r}) = \psi(\mathbf{r})\psi^*(\mathbf{r}) = |q(\mathbf{r})|^2 \quad (3.22)$$

将相位物体的透射函数式(3.1)代入上式, 则像强度等于常数。于是, 无像差时, 相位物体的像没有衬度。

### 3.2.2 物镜传递函数

实际上物镜总有像差, 如成像的平面不是高斯平面(离焦); 电子束没有完全的时间、空间相干性(色差和束发散); 物镜光阑对参与成像的衍射束数目的限制; 以及物镜对近轴和远轴电子束会聚能力的不同(球差); 磁透镜非对称磁场导致各个方向的离焦量不同(像散)。成像系统中的各种像差对电子波的作用归纳为在物镜后焦面上的调制, 并用物镜传递函数  $T(\mathbf{H})$  表示。则像波函数为

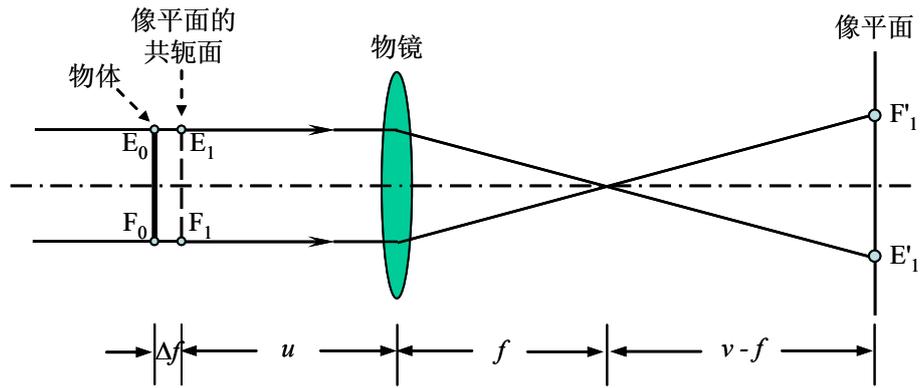
$$\psi(\mathbf{r}) = \mathcal{F}^{-1}[Q(\mathbf{H})T(\mathbf{H})] \quad (3.23)$$

下面对物镜传递函数中各种像差进行讨论。

#### I. 离焦效应

高分辨电镜中像平面恒定, 物距  $u$  约等于焦距  $f$ , 改变物镜电流使物镜焦距改变  $\Delta f$ , 则像平面共轭面移动  $\Delta f$  的距离, 若保持观察样品位置不变, 相当于样品离开像平面共轭面  $\Delta f$  的距离, 如图 3.3 所示,  $\Delta f$  被称作离焦量。增大物镜电流, 此时  $\Delta f > 0$ , 物体与透镜分别位于像平面之共轭面的两侧, 这种情形称之为过焦; 减小物镜电流, 此时  $\Delta f < 0$ , 物体与透镜位于像平面之共轭面的同一侧, 称为欠焦。在离焦量不为零的情形下, 离焦量对成像的影响用后焦面上的相位因子  $\exp(i\chi_{\Delta f})$  表示, 其中

$$\chi_{\Delta f} = \pi\lambda\Delta f H^2 \quad (3.24)$$

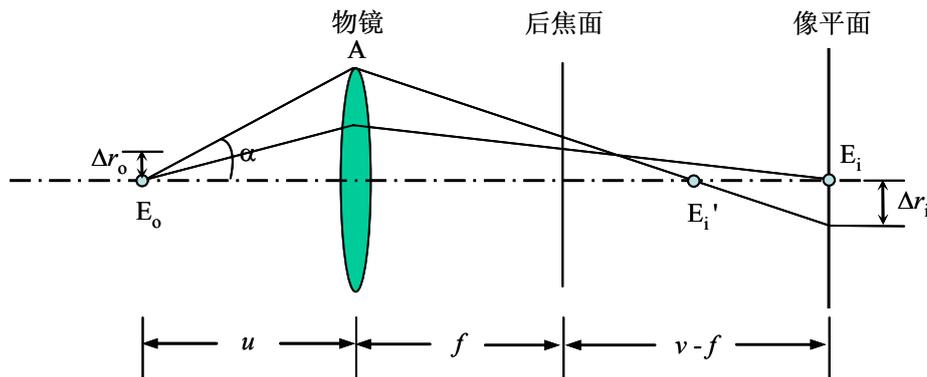

 图 3.3 离焦效应示意图<sup>[68]</sup>

## II. 球差效应

由于物镜对不同散射角的电子波会聚能力不同，即对近轴（傍轴）光束和远轴光束的折射率不同，穿过透镜的电子束并不能会聚于一点，这种现象称为球差效应。球差是一种典型的几何像差，与透镜的形状有关。如图 3.4 所示，从物点  $E_0$  发出的满足傍轴近似的电子束会聚于像面上点  $E_i$ ，散射角  $\alpha$  最大的电子束会聚于像面前点  $E_i'$ ，其余电子束会聚于这两点之间，在像面上则扩展成一个圆盘，半径为  $\Delta r_i$ ，对应物面上的圆盘半径  $\Delta r_o = \Delta r_i / M$ ， $M$  为物镜放大倍数。 $\Delta r_o$  与  $\alpha$  角的三次方成正比，写成：

$$\Delta r_o = C_s \alpha^3 \quad (3.25)$$

式中  $C_s$  称为物镜的球差系数。


 图 3.4 球差效应示意图<sup>[1]</sup>。

在后焦面上形成的相位差为：

$$\chi_s = \int \frac{2\pi}{\lambda} C_s \alpha^3 d\alpha = \frac{\pi}{2\lambda} C_s \alpha^4 = \frac{\pi}{2} C_s \lambda^3 H^4 \quad (3.26)$$

通常，将离焦和球差对衍射波的调制因子合写成  $\exp(i\chi_1)$ ，其中

$$\chi_1(\mathbf{H}) = \frac{\pi}{2}C_s\lambda^3H^4 + \pi\lambda\Delta fH^2 \quad (3.27)$$

$\exp(i\chi_1)$ 的实部和虚部都是在+1 和-1 之间振荡的函数。当球差系数一定时，它们随离焦量的改变而有明显变化。对于很薄的试样， $\exp(i\chi_1)$ 的虚部  $\sin \chi_1$  对高分辨像的衬度起决定性的作用，一部分衍射波相位因  $\sin \chi_1$  在+1 与-1 之间振荡而遭受  $\pi$  因子的调制，使像不能忠实地反映晶体试样的投影结构。分析不同 $\Delta f$  值的  $\sin\chi_1(H)$ 曲线可知，对于一定的 $\lambda$ 和  $C_s$ ，总能找到一个欠焦条件，使  $\sin\chi_1(H)$  曲线有一个较宽的平坦区域，在此区域内  $\sin\chi_1(H)$ 的值接近-1，此离焦条件称 Scherzer 聚焦<sup>[70]</sup>，此时显微像携带的结构信息畸变较小。

### III. 色差—光源的时间相干性

电镜的色差主要源于电子加速电压和物镜电流的波动，导致电子波能量分散，造成物镜焦距有一定分布，如图 3.5 所示。色差是因电子波长随时间起伏而对入射电子波的相干性产生影响，故称之为时间相干性。从物面上  $E_0$  点发出的电子束，由于束内电子波能量分散导致波长不同，与光轴相交点分散于 A 点和 B 点之间，在像面上则分布在  $E_i$  和  $E_i'$ 之间。在运动学衍射情形下，色差对物镜传递函数的贡献可以用物镜后焦面上的衰减包络函数  $\exp[-\chi_2(\mathbf{H})]$ 表示

$$\chi_2(\mathbf{H}) = \frac{1}{2}\pi^2\lambda^2D^2H^4 \quad (3.28)$$

式中  $D$  是色差引起的离焦量高斯分布的标准差

$$D = C_c \sqrt{\left(\frac{2\Delta I}{I}\right)^2 + \left(\frac{\Delta E}{U}\right)^2 + \left(\frac{\Delta U}{U}\right)^2} \quad (3.29)$$

其中  $C_c$  为色差系数， $\frac{\Delta U}{U}$  和  $\frac{\Delta I}{I}$  分别表示加速电压的和物镜电流的不稳定性， $\frac{\Delta E}{U}$  表示电子能量的分散度。

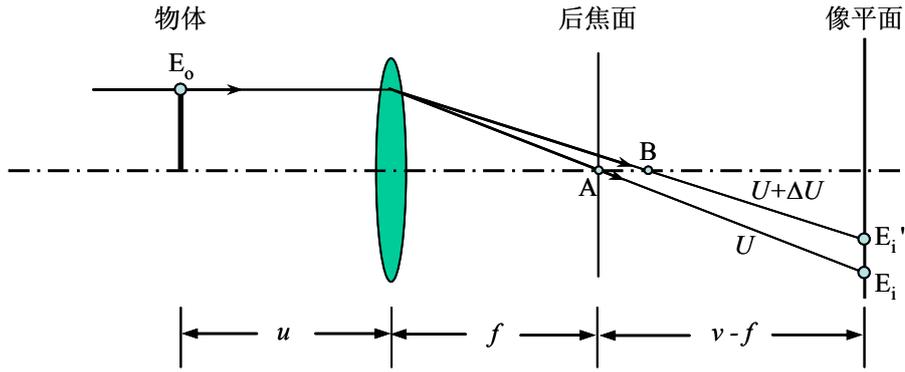


图 3.5 物镜的色差示意图<sup>[68]</sup>。

色差衰减函数是一个随空间频率  $H$  而衰减的实函数，有如后焦面上有一个虚构的变化连续的物镜光栏，作用在函数  $\exp[i\chi_1(\mathbf{H})]$  上，形成一个衰减包络，严重削减了高散射角的衍射波， $D$  值愈大，光栏愈向低散射角区收缩，从而影响电子显微镜的分辨本领。

#### IV. 入射束发散度—光源的空间相干性

光源有一定的尺寸，照明电子束不是平行束，而是有一定的发散角，称束发散度。这种因光源的空间分布对入射波相干性的影响，称作空间相干性。束发散度对成像的影响与色差类似，可以用物镜后焦面上的衰减包络函数  $\exp[-\chi_3(H)]$  表示

$$\chi_3(\mathbf{H}) = \pi^2 \theta^2 H^2 (\Delta f + C_s \lambda^2 H^2)^2 \quad (3.30)$$

式中  $\theta$  是入射束的半发散角。色差和束发散度引起的衰减包络函数可综合表达为  $\exp[-\chi_{23}(\mathbf{H})]$ ，其中：

$$\chi_{23}(\mathbf{H}) = \chi_2(\mathbf{H}) + \chi_3(\mathbf{H}) \quad (3.31)$$

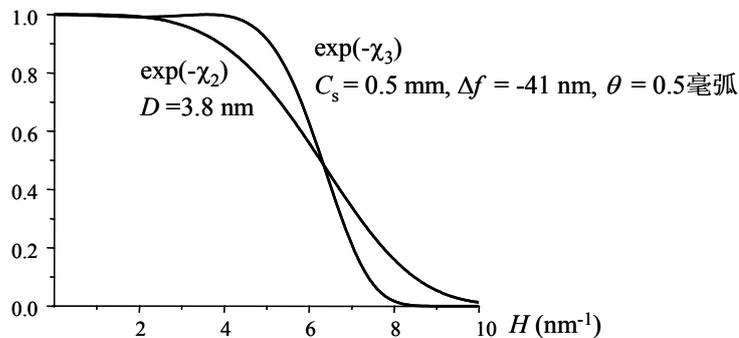


图 3.6 200 kV 场发射电镜色差和束发散度引起的衰减包络函数<sup>[68]</sup>。

色差和束发散度的存在限制了频谱空间的通频带宽度, 决定了电镜的信息极限 (见图 3.6 所示)。LaB<sub>6</sub> 灯丝的半发散角  $\theta$  约为 1 微弧, 场发射光源约为 0.1 微弧, 所以场发射电子光源的相干性高于 LaB<sub>6</sub> 光源。虽然色差和光源分布均引进一个衰减包络函数, 削弱高空间频率的结构信息, 但是色差包络与  $\Delta f$  无关, 而光源空间相干性的包络与  $\Delta f$  有关。通常色差引起的衰减先于束发散度引起的衰减, 在实际中往往只考虑色差的衰减包络。

## V. 像散

当电子光学透镜极靴孔有椭圆度或磁性材料不均匀等而使透镜失去轴对称性时, 透镜焦距将随方位而异, 此现象称为像散。存在像散时, 高分辨像各方位的离焦量是不同的。像散能在 Thon 衍射图 (薄非晶试样显微像的傅里叶变换) 上表现出来, 当有明显像散时 Thon 衍射图的暗、亮环呈椭圆形 (像散很大时呈双曲线形), 而没有像散时则呈圆形。

定义像散量  $C_a$  为透镜最长和最短焦距之差, 像散的作用与离焦有类似之处, 但它所引起后焦面上的衍射波相位变化是各向异性的, 表达为:

$$\frac{\pi}{2} C_a \lambda H^2 \sin 2(\beta - \beta_0) \quad (3.32)$$

式中  $\beta_0$  是对应于最短焦距的方位角。因为像散引起的波相位变化与  $H^2$  成正比, 故称二阶像散。一般高分辨电镜均安装有消像散器, 有经验的操作员不难把二阶像散消除到可忽略的程度, 所以一般不考虑像散对物镜传递函数的影响。另一方面, 也可以用图像处理方法补偿由像散导致的显微像畸变<sup>[36]</sup>。近来, 人们从定量分析的角度对研究三阶像散的兴趣逐渐增加。三阶像散在后焦面引起的波相位变化与  $H^3$  成正比, 它的一个特点是破坏像的中心对称性。

## VI. 物镜光阑

物镜光阑可以表示为物镜后焦面上的圆孔光阑函数

$$A(H) = \begin{cases} 1, & \text{孔内} \\ 0, & \text{孔外} \end{cases} \quad (3.33)$$

物镜光阑可用于提高像衬度, 同时也限制了参与成像的衍射束。在成像过程中, 如果用到物镜光阑, 则需要考虑物镜光阑的孔径效应。故物镜光阑函数亦是物镜传递函数的一个组成部分。

至此, 可把物镜传递函数写成

$$T(H) = A(H) \exp[i\chi_1(H) - \chi_{23}(H)]. \quad (3.34)$$

式中  $\chi_1(H)$  和  $\chi_{23}(H)$  分别由(3.27)和(3.31)式给出。

### 3.2.3 高分辨像的衬度<sup>[1]</sup>

#### I. 弱相位物体近似 (weak-phase-object approximation, 简称为 WPOA)

式(3.2)给出了弱相位物体的透射函数:

$$q(\mathbf{r}) = 1 - i\sigma\varphi(\mathbf{r}),$$

式中  $\varphi(\mathbf{r})$  是投影电势分布函数。 $q(\mathbf{r})$  的傅里叶变换  $Q(\mathbf{H})$  是在物镜后焦面上的衍射波函数

$$Q(\mathbf{H}) = \delta(\mathbf{H}) - i\sigma F(\mathbf{H}), \quad (3.35)$$

式中  $F(\mathbf{H})$  是  $\varphi(\mathbf{r})$  的傅里叶变换。

当物体是晶体时,  $\varphi(\mathbf{r})$  是晶胞的投影电势, 则  $F(\mathbf{H})$  表示垂直于入射电子束方向的二维结构因子。在物镜后焦面上, 衍射波函数被传递函数  $T(\mathbf{H})$  调制, 得

$$Q(\mathbf{H})T(\mathbf{H}) = \delta(\mathbf{H}) - i\sigma F(\mathbf{H})T(\mathbf{H}). \quad (3.36)$$

对上式作傅里叶反变换得像波函数

$$\psi(\mathbf{r}) = 1 - i\sigma\varphi(\mathbf{r}) * \mathcal{F}^{-1}[T(\mathbf{H})], \quad (3.37)$$

式中 \* 表示卷积操作。

传递函数  $T(\mathbf{H})$  的诸参数中, 物镜球差和离焦对像衬的影响最大, 其它如物镜光阑、色差、电子束发散度等或限制、或削弱高散射角衍射波对像的贡献, 像散则破坏像的对称性, 它们都影响像的分辨率。为简单起见, 在本节的讨论中, 只考虑球差和离焦的影响, 并认为传递函数是轴对称的, 于是上式写成

$$\psi(\mathbf{r}) = 1 - i\sigma\varphi(\mathbf{r}) * \mathcal{F}^{-1}\{\exp[i\chi_1(H)]\}. \quad (3.38)$$

投影电势分布函数一般为实函数, 则

$$\psi^*(\mathbf{r}) = 1 + i\sigma\varphi(\mathbf{r}) * \mathcal{F}^{-1}\{\exp[i\chi_1(H)]\}.$$

像强度

$$I(\mathbf{r}) = \psi(\mathbf{r}) \psi^*(\mathbf{r}).$$

晶体很薄时, 投影势  $\varphi(\mathbf{r})$  的值很小, 对  $\psi(\mathbf{r})$  和  $\psi^*(\mathbf{r})$  展开相乘, 略去二次项, 得像强度分布函数为

$$I(\mathbf{r}) = 1 + 2\sigma\varphi(\mathbf{r}) * \mathcal{F}^{-1}[\sin \chi_1(H)], \quad (3.39)$$

由式(3.27)可知 $\chi_1(H)$ 与电子波长 $\lambda$ 、球差系数 $C_s$ 及离焦量 $\Delta f$ 有关。除晶体的投影电势外,  $\{\exp[i\chi_1(H)]\}$  或  $\sin\chi_1(H)$  是决定像衬度的函数, 故又称衬度传递函数 (CTF)。对于一台固定的电子显微镜,  $\lambda$ 和  $C_s$  确定之后,  $\Delta f$  是影响像衬的主要因素。考虑到光源的时间和空间相干性对高散射角电子波的屏蔽, 在 Scherzer 聚焦<sup>[70]</sup>下, 可以近似地认为  $\sin\chi_1(H) = -1$ , 则公式(3.39)写成

$$I(\mathbf{r}) = 1 - 2\sigma\varphi(\mathbf{r}). \quad (3.40)$$

当入射电子束平行于某一定晶带轴, 且原子沿此方向排成串, 则在负片上原子串投影之处, 电子数目少于平均背底, 故比背底亮, 而在相纸上比背底暗。式(3.40)说明, 对于弱相位物体, 在 Scherzer 聚焦条件拍摄的显微像上原子 (或原子团) 呈黑点, 而且黑点的分布与物体投影结构之间有一一对应关系, 这种像称结构像。

满足弱相位物体近似的晶体很薄。电子加速电压为 100 kV 时, 由轻原子, 如 C 原子等组成的物体, 厚度 $\leq 6$  nm 者方满足弱相位物体近似, 而由中等重量原子 (指中等原子量) 组成的物体, 厚度只允许达 1 nm。尽管实际的试样大多不是弱相位物体, 可是弱相位物体近似给出很简单的像强度表达式, 能解释为什么结构像直观反映晶体结构。

## II. 赝弱相位物体近似 (pseudo-WPOA, 简写为 PWPOA)

事实上即使晶体厚度远超出弱相位物体, 如为数纳米厚, 并含有较重的原子, 显微镜分辨本领约 0.2 nm 或更高, 仍能拍摄到直接反映晶体投影结构的显微像。这种像仍不妨称之为结构像, 只不过黑度不与原子重量成正比, 轻原子在像上的黑度相对地偏高, 重原子的黑度偏低。李方华等人<sup>[53]</sup>通过赝弱相位物体近似像衬理论予以解释, 并进一步提出了像衬度随晶体厚度而改变的规律。

式(3.11)给出了赝弱相位物体的透射函数:

$$q(\mathbf{r}) = 1 - i\sigma\varphi(\mathbf{r}) - i\sigma\varphi(\mathbf{r}) * \sum_{j=1}^{n-1} p_{j\Delta z}(\mathbf{r})$$

式中 $\varphi(\mathbf{r})$ 是每片的投影电势函数,  $p_{j\Delta z}(\mathbf{r})$ 是菲涅耳传播因子,  $\Delta z$ 是片厚,  $n$ 是总片数。式(3.11)的物理意义是, 物体中的每一片都作为弱相位物体, 各自独立地与入射电子波发生作用, 然后分别传播至物体的下表面, 最后再予以迭加得到出射波。

上式的傅里叶变换给出衍射波函数

$$Q(\mathbf{H}) = \delta(\mathbf{H}) - i\sigma F(\mathbf{H}) - i\sigma F(\mathbf{H}) \sum_{j=1}^{n-1} P_{j\Delta z}(\mathbf{H}), \quad (3.41)$$

式中  $P_{j\Delta z}(\mathbf{H})$  是  $p_{j\Delta z}(\mathbf{r})$  的傅里叶变换:

$$P_{j\Delta z}(\mathbf{H}) = \exp(i\pi\lambda j\Delta z H^2). \quad (3.42)$$

因为提出赝弱相位物体近似的目的是解释 Scherzer 聚焦条件<sup>[70]</sup>下像衬度随晶体厚度的变化, 故只分析 Scherzer 聚焦的情形。为简单起见, 仅考虑衬度传递函数中球差与离焦二者的贡献。这样, 衬度传递函数  $\exp[i\chi_1(\mathbf{H})]$  的虚部在一个较宽的散射角范围内近似地等于-1, 实部的值很小, 暂略去不计, 则

$$T(\mathbf{H}) = \exp[i\chi_1(\mathbf{H})] \approx -i. \quad (3.43)$$

于是

$$Q(\mathbf{H}) \exp[i\chi_1(\mathbf{H})] = \delta(\mathbf{H}) - \sigma F(\mathbf{H}) - \sigma F(\mathbf{H}) \sum_{j=1}^{n-1} P_{j\Delta z}(\mathbf{H}). \quad (3.44)$$

式(3.44)的傅里叶反变换给出像波函数

$$\psi(\mathbf{r}) = 1 - \sigma\varphi(\mathbf{r}) - \sigma\varphi(\mathbf{r}) * \sum_{j=1}^{n-1} \mathcal{F}^{-1}[P_{j\Delta z}(\mathbf{H})], \quad (3.45)$$

其中

$$\begin{aligned} \mathcal{F}^{-1}[P_{j\Delta z}(\mathbf{H})] &= p_{j\Delta z}(\mathbf{r}) = \frac{i}{\lambda j\Delta z} \exp\left[-\frac{i\pi r^2}{\lambda j\Delta z}\right] \\ &= \frac{1}{\lambda j\Delta z} \sin\frac{\pi r^2}{\lambda j\Delta z} + \frac{i}{\lambda j\Delta z} \cos\frac{\pi r^2}{\lambda j\Delta z}. \end{aligned}$$

令

$$S_j(\mathbf{r}) = \left(\frac{1}{\lambda j\Delta z}\right) \sin\left(\frac{\pi r^2}{\lambda j\Delta z}\right), \quad (3.46)$$

$$C_j(\mathbf{r}) = \left(\frac{1}{\lambda j\Delta z}\right) \cos\left(\frac{\pi r^2}{\lambda j\Delta z}\right). \quad (3.47)$$

把函数  $S_j(\mathbf{r})$  和  $C_j(\mathbf{r})$  分别称作菲涅尔正弦函数和菲涅尔余弦函数, 并代入式(3.45), 得像波函数表达式

$$\psi(\mathbf{r}) = 1 - \sigma\varphi(\mathbf{r}) - \sigma\varphi(\mathbf{r}) * \sum_{j=1}^{n-1} S_j(\mathbf{r}) - i\sigma\varphi(\mathbf{r}) * \sum_{j=1}^{n-1} C_j(\mathbf{r}). \quad (3.48)$$

于是，像强度分布函数为

$$\begin{aligned}
 I(\mathbf{r}) &= \psi(\mathbf{r})\psi^*(\mathbf{r}) \\
 &= 1 - 2\sigma\varphi(\mathbf{r}) + \sigma^2\varphi^2(\mathbf{r}) - 2\sigma\varphi(\mathbf{r}) * \sum_{j=1}^{n-1} S_j(\mathbf{r}) + 2\sigma^2\varphi(\mathbf{r})[\varphi(\mathbf{r}) * \sum_{j=1}^{n-1} S_j(\mathbf{r})] \\
 &\quad + \sigma^2[\varphi(\mathbf{r}) * \sum_{j=1}^{n-1} S_j(\mathbf{r})]^2 + \sigma^2[\varphi(\mathbf{r}) * \sum_{j=1}^{n-1} C_j(\mathbf{r})]^2. \tag{3.49}
 \end{aligned}$$

上式的前两项表达了第一片的像强度，等同于弱相位物体近似。上式右侧的第三项  $\sigma^2\varphi^2(\mathbf{r})$  与一次项  $2\sigma\varphi(\mathbf{r})$  相比，可忽略不计。其余二次项反映了晶体厚度对像强度的影响，故不可忽略。把式(3.49)写成

$$I(\mathbf{r}) = 1 - 2\sigma[\varphi(\mathbf{r}) + \Delta\varphi(\mathbf{r})] = 1 - 2\sigma\varphi'(\mathbf{r}). \tag{3.50}$$

式中

$$\begin{aligned}
 \Delta\varphi(\mathbf{r}) &= \varphi(\mathbf{r}) * \sum_{j=1}^{n-1} S_j(\mathbf{r}) - \sigma\varphi(\mathbf{r})[\varphi(\mathbf{r}) * \sum_{j=1}^{n-1} S_j(\mathbf{r})] \\
 &\quad - \frac{\sigma}{2}[\varphi(\mathbf{r}) * \sum_{j=1}^{n-1} S_j(\mathbf{r})]^2 - \frac{\sigma}{2}[\varphi(\mathbf{r}) * \sum_{j=1}^{n-1} C_j(\mathbf{r})]^2. \tag{3.51}
 \end{aligned}$$

$\varphi'(\mathbf{r})$ 称作赝投影势分布函数。通过对式(3.51)的分析<sup>[1]</sup>，增量  $\Delta\varphi(\mathbf{r})$ 中各项的峰位置均与  $\varphi(\mathbf{r})$ 一致且均较  $\varphi(\mathbf{r})$ 弥散。 $\Delta\varphi(\mathbf{r})$ 的第一项为正增量，其余三项为负。第一项  $\varphi(\mathbf{r}) * \sum_{j=1}^{n-1} S_j(\mathbf{r})$ 的峰高随晶体厚度增加而上升，峰高上升的速度则随晶体厚度增加而下降。第二、三项随晶体厚度的变化趋势与第一项类似，但为负值。第四项的峰高则随晶体厚度增加而上升，亦为负值。综合四项增量像强度应遵循以下定性规律：当晶体极薄，为弱相位物体时，无需考虑增量，像强度分布遵循弱相位物体近似，正比于晶体投影电势分布。晶体开始增厚时，增量的第一项起主要作用，因  $\sigma\varphi \ll 1$ ，故其余三项可忽略不计，于是像上显示原子的峰升高。厚度进一步增加时，第一项的增大速度减慢，同时第四项的绝对值逐渐增大，使像上原子峰升高的速度减慢。晶体厚度继续增加， $\Delta\varphi(\mathbf{r})$ 的第一项将等于后三项绝对值之和，原子峰高维持恒定。晶体厚度增加到一定程度， $\Delta\varphi(\mathbf{r})$ 的第一项将小于后三项绝对值之和，于是原子峰高开始下降。当晶体厚度达某一临界值，在原子峰中心处因  $\varphi'(\mathbf{r}) \equiv \varphi(\mathbf{r}) + \Delta\varphi(\mathbf{r}) = 0$  而无衬度。晶体厚度大于临界值时， $\varphi'(\mathbf{r}) < 0$ ，

原子的衬度反转，在相纸上显示为白。

再定性分析上述像衬规律与原子重量的关系。重原子的  $\varphi(\mathbf{r})$  值大，增量  $\Delta\varphi(\mathbf{r})$  的后三项[ $\varphi(\mathbf{r})$ 的二次项]的绝对值亦大，随着晶体厚度增加，这三项较早地起到抑制原子峰上升，并使之下降的作用。轻原子的  $\varphi(\mathbf{r})$  值小，需待晶体厚度更大时， $\Delta\varphi(\mathbf{r})$  的后三项才能起到这种作用。

综合以上讨论，可用一个示意图描绘像衬随晶体厚度的变化。图 3.7 中，纵坐标表示像的相对衬度，横坐标表示重和轻原子的位置，从图(a)到图(e)五幅图对应晶体厚度递增的情况。图(a)对应于弱相位物体，像上原子衬度正比于投影电势。图(b)的晶体厚于弱相位物体，但小于临界值，尽管重原子的衬度也有所增高，但增高的速度不如轻原子快，故相对衬度下降。图(c)的晶体厚度大于图(b)，但厚度仍小于临界值。图(d)中晶体厚度等于临界值  $t_c$ ，重原子无衬度，轻原子衬度继续上升。图(e)的晶体厚度大于临界值，重原子衬度反转，在像上显示为白点，轻原子仍保持为黑。

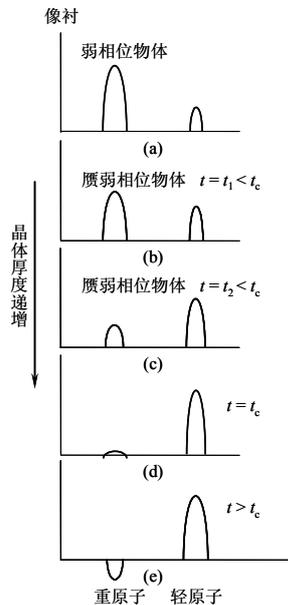


图 3.7 赝弱相位物体近似下原子像衬度随样品厚度变化示意图<sup>[1]</sup>。

可以说，只要晶体厚度在临界值之下，Scherzer 聚焦条件的显微像强度正比于一个假想晶体的电势投影。该假想晶体的结构与被测晶体同晶型。所以，显微像能反映被测晶体的结构。

弱相位物体近似与赝弱相位物体近似互相补充，前者给出了像衬度随像差的

变化, 后者给出了随厚度的变化<sup>[1]</sup>。可以把建立在弱相位物体近似基础上的高分辨像图像处理技术, 应用于符合赝弱相位物体近似的实际样品, 通过处理之后得到赝电势投影图, 该图反映原子的真实位置, 只是原子的相对衬度与原子序数不呈单调关系。另外, 可以利用赝弱相位物体近似理论中的像衬变化规律, 得出晶体中轻原子的位置, 例如  $\text{Li}_2\text{Ti}_3\text{O}_7$  晶体中的 Li 原子<sup>[71]</sup>和立方 SiC 中的 C 原子位置<sup>[72]</sup>。

### III. 像的分辨率和信息极限

高分辨像的分辨率和信息极限是衡量像质量的重要标志, 亦影响像的衬度。

#### (1) 像的点分辨率 (point resolution)

高分辨像的点分辨率取决于电子显微镜的点分辨本领。显微镜的点分辨本领 (用  $\rho_s$  表示) 定义为对应于 Scherzer 聚焦条件 (用  $\Delta f_{\text{Sch}}$  表示) 下衬度传递函数第一个零值的空间频率之倒数。图 3.8 分别描绘出对应于  $\sin\chi_1(H)$ 、 $\exp[-\chi_2(H)]$  和  $\sin\chi_1(H)\exp[-\chi_2(H)]$  的曲线。 $\Delta f_{\text{Sch}}$  和  $\rho_s$  根据下式计算,

$$\Delta f_{\text{Sch}} = -\left(\frac{4}{3}C_s\lambda\right)^{\frac{1}{2}} = -1.155(C_s\lambda)^{\frac{1}{2}}。 \quad (3.52)$$

$$\rho_s = 0.66(C_s\lambda^3)^{\frac{1}{4}} \quad (3.53)$$

式中  $\lambda$  是波长,  $C_s$  是物镜球差系数。因此, 通过改善物镜极靴质量以减小物镜球差系数和提高电子加速电压是提高电子显微镜点分辨本领的两大关键。

#### (2) 信息极限 (information limit)

通常认为色差包络函数值衰减至  $\exp(-2)$  以下的结构信息可忽略不计, 把对应于  $\exp[-\chi_2(H)] = \exp(-2) \approx 0.135$  的空间频率倒数定义为由色差包络所限定的信息极限 (用  $\rho_{\text{limit}}$  表示)。

$$\rho_{\text{limit}} = \sqrt{\pi\lambda D/2} \quad (3.54)$$

式中  $D$  是色差离焦扩展。信息极限通常大于电镜的点分辨本领, 在点分辨本领和信息极限之间还有相当强的衍射波。由于衬度传递函数在正区和负区之间振荡, 显微像所携带的结构信息严重畸变。

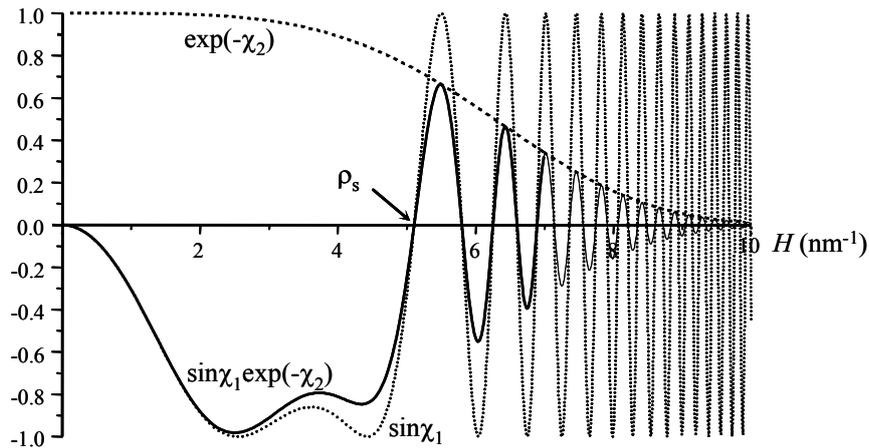


图 3.8 Scherzer 聚焦条件下的函数曲线。电子加速电压 200 kV,  $C_s = 0.5 \text{ nm}$ ,  $D = 3.8 \text{ nm}^{[68]}$ 。

### 3.3 高分辨像的解卷处理

#### 3.3.1 原理

高分辨像解卷处理的原理在其它文献中已有详细叙述<sup>[38, 72, 73]</sup>, 这里只做简要介绍。按照弱相位物体近似, 当晶体厚度小于临界值时, 像强度分布函数可近似写作:

$$I(\mathbf{r}) = 1 + 2\sigma\varphi'(\mathbf{r}) * \mathcal{F}^{-1}[T(H)] \quad (3.55)$$

式中  $\mathbf{r}$  和  $\mathbf{H}$  分别为正空间和倒空间的二维坐标;  $\mathcal{F}^{-1}$  表示傅里叶反变换;  $\varphi'(\mathbf{r})$  为晶体沿电子束入射方向的赝投影势分布函数;  $\sigma$  为相互作用系数;  $T(H)$  为衬度传递函数。式(3.55)说明, 像强度正比赝投影势分布函数与衬度传递函数傅里叶反变换的卷积, 于是高分辨像未必直观地反映晶体结构。除靠近 Scherzer 聚焦条件之外, 衬度传递函数值在正区与负区之间振荡致使像强度与晶体结构之间无明显的对应关系。

解卷 (deconvolution) 是指对式(3.55)做卷积的逆操作, 对像作解卷处理的目的是把一幅不直接反映晶体结构的像转换为与晶体结构有一一对应关系的结构像。通过对像作解卷处理, 原则上可以把一幅任意离焦条件的像转换为晶体的结构像, 且事先无需对被测结构有任何初步了解, 故属从头测定晶体结构。

对式(3.55)作傅里叶变换得

$$i(\mathbf{H}) = \delta(\mathbf{H}) + 2\sigma F'(\mathbf{H})T(H), \quad (3.56)$$

式中  $i(\mathbf{H})$  为显微像的傅里叶变换,  $F'(\mathbf{H})$  为赝投影势分布函数  $\varphi'(\mathbf{r})$  的傅里叶变换, 称赝结构因子。若不考虑代表透射束的狄拉克 Delta 函数  $\delta(\mathbf{H})$ , 且  $T(H) \neq 0$  时, (3.56) 式可写成

$$F'(\mathbf{H}) = \frac{i(\mathbf{H})}{2\sigma T(H)}. \quad (3.57)$$

像强度分布可直接从高分辨像测量。只要求得衬度传递函数  $T(H)$  的值, 即可按式(3.57)求得  $F'(\mathbf{H})$ , 对  $F'(\mathbf{H})$  作傅里叶反变换, 可得赝投影势分布函数  $\varphi'(\mathbf{r})$ 。

物镜球差和离焦效应共同构成衬度传递函数的主体, 色差和有限光源各自形成一个包络函数。作解卷处理时, 可以把两个包络合并在一起考虑, 例如使用一个偏大的的色差修正项。这样, 衬度传递函数 (CTF) 表达式为:

$$T(H) = \sin[\chi_1(H)] \exp[-\chi_2(H)], \quad (3.58)$$

式中的  $\chi_1(H)$  见式(3.27);  $\chi_2(H)$  见式(3.28)。式(3.58)中 CTF 由电镜的球差系数  $C_s$ 、离焦量  $\Delta f$  及与色差有关的离焦扩展量  $D$  决定。 $C_s$  和  $D$  对普通电镜一般为固定值, 所以准确求定  $F'(\mathbf{H})$  的关键是测定像的离焦量。

经过解卷处理后得到的像称作解卷像 (deconvoluted image), 可直接反映晶体结构。因  $i(\mathbf{H})$  表示像的衍射图 (diffractogram), 所以可以把去除衬度传递函数影响后的衍射图称作解卷衍射图 (deconvoluted diffractogram)。

### 3.3.2 离焦量测定

解卷处理的实质问题是求定衬度传递函数  $T(H)$ , 其关键是求定像的离焦量。测定离焦量有多种方法, 且大都可解在解卷过程中完成<sup>[1]</sup>。这里介绍测定离焦量的四种方法, 分别是 Sayre 等式法、最大熵法、Thon 衍射图法和尝试解卷法。

#### (1) Sayre 等式法

1979 年李方华和范海福提出<sup>[37]</sup>, 借助 X 射线晶体学直接法中的 Sayre 等式作为测定离焦量并进行解卷处理的判据。对于任意的尝试离焦量  $\Delta f_{\text{trial}}$  按照式(3.57)可以得到相应的尝试赝结构因子套  $F'_{\text{trial}}(\mathbf{H})$ , 若该  $\Delta f_{\text{trial}}$  等于真实离焦量, 则其换算的归一化结构因子  $F_{\text{trial}}(\mathbf{H})$  满足 Sayre 等式:

$$F_{\text{trial}}(\mathbf{H}) = \frac{\theta}{\Omega} \sum_{\mathbf{H}'} F(\mathbf{H}') F(\mathbf{H} - \mathbf{H}'), \quad (3.59)$$

其中  $\theta$  是原子形状因子,  $\Omega$  是单胞体积。  $F_{\text{trial}}(\mathbf{H})$  对 Sayre 等式的满足程度可用品质因子  $S$  衡量

$$S = \frac{\left( \sum_{\mathbf{H}} E^*(\mathbf{H}) \sum_{\mathbf{H}'} E(\mathbf{H} - \mathbf{H}') \right)^2}{\left( \sum_{\mathbf{H}} |E(\mathbf{H})|^2 \right) \left( \sum_{\mathbf{H}} \left| \sum_{\mathbf{H}'} E(\mathbf{H}') E(\mathbf{H} - \mathbf{H}') \right|^2 \right)} \quad (3.60)$$

式中  $E(\mathbf{H})$  为归一化结构因子:

$$E(\mathbf{H}) = F(\mathbf{H}) / \left( \sum_j f_j^2 \right)^{\frac{1}{2}} \quad (3.61)$$

上式中的  $f_j(\mathbf{H})$  为单胞中第  $j$  个原子的散射因子。对于一系列的尝试结构因子套可以得到一系列的品质因子, 当  $\Delta f_{\text{trial}}$  接近真实离焦量时, 品质因子值最大。

## (2) 最大熵法<sup>[73]</sup>

仍按上节的做法, 得出多套尝试结构因子套  $F'_{\text{trial}}(\mathbf{H})$  之后, 分别对每一套作傅里叶反变换得到多幅尝试投影势分布图  $\phi'_{\text{trial}}(\mathbf{r})$ 。若投影势分布图由  $N$  个像素构成, 记第  $i$  个像素的投影势的值为  $\phi_i$ , 则定义其熵值为:

$$S_{\text{Entr}} = - \sum_{i=1}^N P_i \ln P_i, \quad (3.62)$$

$$P_i = \frac{\phi_i}{\sum_{i=1}^N \phi_i}。 \quad (3.63)$$

熵值最大时的  $\Delta f_{\text{trial}}$  为真实离焦量。

借助直接法和最大熵方法作像解卷时, 常发现多解, 即有两个或多个尝试离焦量同时对应于品质因子或熵的极大值, 正确的离焦量还可能对应于品质因子或熵的次极大。晶体结构越简单, 晶胞越小, 越易出现多解。黄达祥、何万中、李方华以  $\text{NdPd}_3$  和  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  晶体为例, 分析了最大熵方法解卷的多解问题<sup>[74]</sup>。他们发现, 当有多幅解卷像对应于同一幅原始像时, 在诸解卷像中, 只有一个真解, 真解与伪解之间的联系很有规律。针对原晶体而言, 伪解或为真晶体的负结构, 或反映虚构同晶型晶体的结构, 或反映虚构同晶型晶体的负结构。只要了解

晶胞中的原子数、原子重量、原子半径和其他晶体化学资料，即可从诸解卷像中挑出正确反映晶体结构的像。

进行解卷处理时输入的电子加速电压、物镜球差系数和离焦扩展量等电子光学参数值总有误差。文献[75]以氯代酞箐铜晶体的模拟像为例，详细研究了这些参数的误差对解卷的影响。发现在有误差的情形下，最大熵对应的离焦量往往偏离其真值，以保证解卷像最接近被测晶体的电势投影。这说明通过测定离焦量使解卷参量的误差得到补偿。同时，只要晶体的厚度在临界值之下，由于测得的离焦值偏离其真值，使晶体厚度效应得到校正。

### (3) Thon衍射图 (Thon diffractogram) 法

若在样品拍摄区域的附近有较大的非晶区，可以利用该非晶区的高分辨像测定离焦量。对式(3.55)作傅里叶变换，得

$$i(\mathbf{H}) = \delta(\mathbf{H}) + 2\sigma Q(\mathbf{H})T(\mathbf{H}), \quad (3.64)$$

$\delta(\mathbf{H})$ 代表位于倒易空间原点的透射束， $i(\mathbf{H})$ 是显微像的衍射图，其衍射斑点或圆环位置与衍射花样一致，但强度不同。对于薄晶体试样， $Q(\mathbf{H})$ 等同于结构因子 $F(\mathbf{H})$ 或赝结构因子。

非晶试样显微像的衍射图亦符合公式(3.64)，正比于  $Q(\mathbf{H})$ 与衬度传递函数 $T(\mathbf{H})$ 的乘积。非晶试样的电子衍射花样呈一系列弥散的同心圆环， $Q(\mathbf{H})$ 亦然。可是，当非晶试样很薄时，如薄至 2~3 nm，由于试样的投影电势值很小， $Q(\mathbf{H})$ 的弥散环强度微不足道，在像的衍射图上将突出衬度传递函数  $T(\mathbf{H})$ 的虚部  $\sin \chi_1(\mathbf{H})$ ，这种衍射图又称 Thon 衍射图<sup>[76]</sup>。Thon 衍射图正片的中心是一个白圆盘，盘外呈黑白相间的同心圆环，黑圆环代表衬度传递函数零值和零值附近，白圆环和圆盘代表其值为正或负的区域。在 Scherzer 聚焦条件下的白圆盘最大，与之相邻的黑环对应于显微镜的分辨本领。

从显微像上被测缺陷区的附近选取一块非晶薄区连同小部分晶体区的像，作傅里叶变换，得 Thon 衍射图。图上叠有晶体的衍射，用于衍射空间长度的标定。假定除离焦量外，其它成像电子光学参量均已知。用不同的离焦量计算一系列衬度传递函数曲线，以拟合 Thon 衍射图，从而得出近似离焦量。

一般对于场发射电镜获得的 Thon 衍射图其衬度比 LaB<sub>6</sub>灯丝电镜明锐得多，误差也相对小得多。图 3.9 所示为摄自 JEM-2010F 电镜的 Si<sub>0.76</sub>Ge<sub>0.24</sub> 高分辨像非

晶区边缘的 Thon 衍射图, 图中亮、暗环非常明显, 其中标出的衍射斑为  $\text{Si}_{0.76}\text{Ge}_{0.24}$  的  $\bar{2}20$  和 004 衍射。右下角插入了与亮、暗环匹配得最好的 CTF 曲线, 求得近似的离焦量为  $-39 \text{ nm}^{[55]}$ 。由于研究的缺陷或界面不一定在边缘非晶区附近, 样品厚度的变化, 导致研究区域的离焦量与边缘非晶区的离焦量有一定偏离。需要在匹配 Thon 衍射图获得的近似离焦量附近设置若干尝试离焦量分别解卷处理以修正离焦量值。

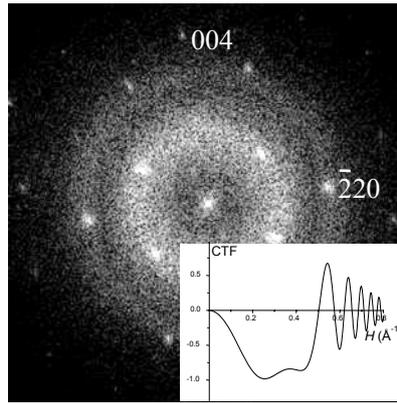


图 3.9  $\text{Si}_{0.76}\text{Ge}_{0.24}[110]$  的 Thon 衍射图与 CTF 曲线的匹配<sup>[1]</sup>。

#### (4) 尝试解卷法

在实验过程中, 一般需要拍摄一系列不同离焦量的高分辨像 (设为  $n$  幅), 实验中选定晶体试样边缘非晶区衬度最低时的一幅像为正焦像 ( $\Delta f = 0$ ) 作为参考, 大致估计这  $n$  幅实验像的离焦量 ( $\Delta f_1 \dots \Delta f_n$ ), 然后对上述  $n$  幅实验像的每一幅像以  $0.5 \text{ nm}$  为步长 (在设置尝试离焦量的间隔时, 以相邻二幅尝试解卷像的衬度无突变, 但又能分辨出差异为准。) 设置一系列尝试离焦量 (第 1 幅像的值在  $\Delta f_1 + 40$  与  $\Delta f_1 - 40 \text{ nm}$  之间, 其余类推) 进行解卷处理, 得到  $n$  组系列尝试离焦量的解卷像, 从中挑出一幅最佳的解卷像, 此像的完整区中全部原子均显示为黑点, 并且较为清楚地分辨出晶体的投影结构 (如 Si 中的“哑铃”对结构), 界面区衬度最好, 该离焦量即为最终的解卷离焦量。

尝试解卷过程中测定的离焦量可能偏离成像的真实离焦量。文献[77]讨论了对  $\Delta f = -35 \text{ nm}$ , 层厚为  $3.84 \text{ nm}$  的  $\text{Si}[110]$  的模拟像 (模拟条件:  $U = 200 \text{ kV}$ ,  $C_s = 0.5 \text{ mm}$ ,  $D = 3.8 \text{ nm}$ ) 在不同的离焦量下 ( $-33.9 \sim -37 \text{ nm}$ ) 的解卷结果, 以此说明在尝试解卷过程中离焦量允许与真实离焦量有一定偏差, 得到如下结论:

(a) 当 4 个主要衍射 (111、220、113、004) 相位被正确恢复且它们的振幅改变不大时, 则这些离焦量处均可恢复出投影结构;

(b) 去掉禁阻衍射可明显改善解卷像的质量;

(c) 能成功解卷的离焦量范围与高分辨像成像时的离焦值有关 (最大可达 6 nm 左右, 最小不足 1 nm)。对 Si, 该文献中离焦量范围为 -34.8~-36.5 nm。

文献还讨论了某个衍射束落在 CTF 曲线零截点附近的情形<sup>[68]</sup>。用稍微偏离真实值的离焦量进行解卷处理, 再辅以衍射振幅校正, 可对被削弱的衍射强度进行一定的修补, 得到真实反映晶体结构的原子像。

### 3.3.3 解卷处理中的一些具体问题

#### I. 拍摄高质量的高分辨像

一般地, 图像处理对高分辨像有严格的要求, 拍摄高质量的高分辨像, 是进行解卷处理的前提。在拍摄高分辨像时应充分注意以下条件<sup>[61]</sup>:

(a) 选择合适的样品拍摄区域和拍摄倍率。选择成像的样品要尽量薄, 过厚的样品中存在较强的动力学散射效应, 不易恢复出可解释的高分辨结构像。对于离子减薄样品, 要选择边缘平滑的薄区拍照。注意避免减薄时离子辐照损伤过大 (除离子减薄参数的合理选择和充分发挥减薄设备本身的技术水平外, 还要重视样品在离子减薄前的机械预减薄<sup>[78]</sup>)、试样弯曲之处; 对于粉末样品, 要耐心寻找薄试样。为了尽可能多地获得大范围的结构信息, 应使用必要的、但尽可能低的倍率摄像。拍摄时的曝光时间应尽可能控制在 3 秒以内。

(b) 电镜的照明系统和成像系统的合轴调整。入射电子束与电镜光轴不重合, 会严重恶化高分辨像的对称性。

(c) 像散补偿和电压中心调整。电镜的像散将导致透镜焦距随方位而异, 在成像之前要尽量将像散消除到最小。在样品移动或倾转之后, 像散条件也会变, 所以调整好晶体的晶轴取向之后, 需要再次进行消像散。另外, 物镜光阑的选择也会影响像散, 如果希望高分辨像能包含电镜点分辨本领至信息极限之间的信息时, 最好不要加物镜光阑。如果有像散, 非晶的无序的点状像向某个方向拉长。电压中心的调节应与消像散同时交互进行。在中、低倍数下 (<100 K) 使用需进行电流中心调整, 在高放大倍数下使用只进行电压中心调整。需要在什么放大倍

数下拍照，就在该放大倍数下进行电压中心调整。

(d) 晶体晶轴取向的调整。晶轴的取向尽可能调整到准确地沿电子束方向，如果晶轴的取向不够正，必然影响到电子衍射强度的分布。样品很薄时，晶轴倾斜角度较小对高分辨像的影响不大；样品越厚，晶轴倾斜对成像的影响越明显。实验中尽可能选择最小的选区光阑，对衍射条件进行精确调整。

(e) 样品漂移的检查。样品装入电镜之后，需要一段时间漂移才能停止。另外，样品经过移动和倾转之后，漂移停止也需要一定时间。因此要经常注意样品停止漂移所需的时间，尤其是在拍摄高倍像时。

(f) 非球差校正电镜下离焦量的选择。用于图像处理的高分辨像一般选欠焦像，因欠焦时 CTF 通常有较宽的通道，有利于各衍射束通过成像。

(g) 保证拍照时周围环境的稳定和安静。在进行高分辨像拍摄时，周围环境的轻微的振动，如触碰电镜、说话等都会引起像的抖动。

## II. 挑选合格的高分辨像

需要拍摄一系列不同离焦量的实验像，从中挑选一幅合格的像进行解卷处理。合格是指在像的衍射图中所有必需的衍射斑都清晰可见，这说明全部衍射都没有落在 CTF 零截点附近，以免造成结构信息的缺失。适当的样品厚度是另一个重要条件。符合赝弱相位物体近似的最大晶体厚度称为临界厚度。只有当样品厚度小于临界厚度的像才适合进行解卷处理。晶体的临界厚度依赖于电镜的电子波长和组成原子（尤其是重原子）的原子序数。对中等电压电镜和中等原子序数的原子，晶体的临界厚度约为几个纳米；Si 的临界厚度可以达到 10 nm 左右<sup>[79]</sup>。实际工作中并无需确切了解临界厚度值，只要在 Scherzer 聚焦条件附近能拍摄到重原子显示为黑的显微像，则晶体厚度必然小于临界值。

## III. 高分辨像的数字化

数字化高分辨像时应注意选择合适的取样密度，保证不丢失有效分辨率。从正空间看，取样密度越大，取样间隔就越小，这样分辨率损失越小。一般要求取样密度大于高分辨像信息极限的 3 倍。如信息极限为 1.3 Å，则取样间隔  $P$  小于  $(1.3/3)\text{Å}/\text{像素}$ 。对于  $1024 \times 1024$  的情况，则图像宽度  $L$  应小于  $443.7 \text{ Å}$  ( $L = 1024P \text{ Å}$ )。但在倒空间，对于同样大小的 FT，如  $1024 \times 1024$ ，正空间的取样间隔  $P$  越小，则图像宽度  $L$  越小，而此时倒空间的取样间隔  $\Delta H$  ( $\Delta H = 1/L \text{ Å}^{-1}/\text{像素}$ ) 则

越大, 显然  $\Delta H$  越大, 倒空间的信息损失越大。因此需要选取最佳的取样间隔  $P$  以保证正空间和倒空间的有效分辨率。图像解卷要求在倒空间中相邻两像素的间隔所对应的 CTF 相位变化小于  $\pi/2$ 。若以  $\pi/2$  为最大允许取样间隔, 则由公式(3.27)可导出

$$\Delta\chi_1 = \left. \frac{d\chi_1}{dH} \right|_{H=1/\rho_{\text{limit}}} \cdot \Delta H = 2\pi(\Delta f\lambda H + C_s\lambda^3 H^3)\Delta H < \pi/2 \quad (3.65)$$

若离焦量  $\Delta f = -400 \text{ \AA}$ , 信息极限  $\rho_{\text{limit}} = 1.3 \text{ \AA}^{-1}$ , 球差系数  $C_s = 0.5 \text{ mm}$ ,  $\lambda = 0.02508 \text{ \AA}$  (加速电压  $200 \text{ kV}$ ), 则有  $\Delta H < 1/113 \text{ \AA}^{-1}$ , 即图像宽度  $L > 113 \text{ \AA}$ 。

#### IV. 滤波器的选择

像中的噪音和非弹性散射等引起的背底, 可以通过傅里叶滤波进行扣除。完整晶体的衍射图中, 衍射斑强度基本集中于一点, 以衍射斑中振幅最高的像素点为中心, 对以若干个像素为半径的圆内所有像素的振幅进行积分。令衍射中心的振幅等于积分振幅的平方根, 相位保持不变, 其余像素的振幅均设为零<sup>[56]</sup>。缺陷晶体的衍射图中, 衍射斑强度不再集中于一点, 如晶体含有位错等线缺陷时, 衍射斑弥散为一个小圆盘。一般按缺陷等非周期结构的特征可设计相应的最佳滤波器<sup>[80]</sup>。

失配较大的异质外延薄膜界面上存在有失配位错或层错等面缺陷或两者同时存在 (如  $3C\text{-SiC/Si}$  界面), 使得像的衍射图上表现出复杂的衍射点形状。首先由于失配较大, 存在两套衍射斑点, 分别对应界面两侧薄膜与衬底的衍射, 衍射斑也会在垂直于外延界面方向成线条状拉长 (或在附近增加另一斑点), 其次含有位错等线缺陷时, 衍射斑弥散为一个小圆盘, 含有层错等面缺陷时衍射斑在密排层的法线方向成线状拉长。因此, 在扣除背底噪音的基础上, 为了保留尽可能多的外延界面及缺陷结构信息, 需要选择合适的傅里叶滤波窗口。

对于位错引起的弥散衍射斑常用圆形窗口<sup>[41]</sup>, 对于面缺陷及外延界面引起的线状拉长的衍射斑用椭圆形窗口, 椭圆的长轴在衍射斑拉长方向<sup>[79]</sup>。定义衍射图上每个衍射斑中振幅值最高的像素点为衍射中心, 滤波窗口以此为圆心, 采用窗口边缘进行了平滑化处理 (为减小滤波窗口边缘的阶跃而引入振荡的点扩展函数) 的 Cosine 滤波函数  $W(\mathbf{H})$  写作:

$$W(\mathbf{H}) = \begin{cases} 1, & |\mathbf{H}| \leq w_0 \\ \frac{1}{2} \left[ \cos\left(\pi \frac{|\mathbf{H}| - w_0}{w - w_0}\right) + 1 \right], & w_0 < |\mathbf{H}| \leq w \\ 0, & |\mathbf{H}| > w \end{cases} \quad (3.66)$$

其中,  $w$  为滤波窗口大小,  $w_0$  为开始做平滑化的距离。同时, 在滤波窗口外再设置一个稍大的同心窗口, 用于扣除滤波窗口内的各像素点的散射背底。具体做法是将两个窗口之间环形带内各像素点的振幅值求和, 取其平均值作为背底振幅, 滤波窗口内每一个像素点的振幅值减去背底振幅, 相位保持不变。此外应避免包括由于二次衍射导致出现的某些禁阻衍射(如具有金刚石结构的 Si, 其(002)和(222)衍射是禁阻衍射, 但通常在衍射图中因二次衍射而出现), 同时避免相邻窗口的重叠。

#### V. 解卷时 CTF 值很小(接近零点)的处理

若晶体是完整的(周期性的), 则在像的衍射图上结构信息集中于几个明锐的衍射点, 挑选合格的高分辨像即可避免衍射落在 CTF 零截点附近。而对于缺陷晶体, 如上节所述, 结构信息的分布是弥散的, 从而式(3.57)中分母上的衬度传递函数  $T(H)$  可能在某些  $H$  值处接近零值, 对此必须做合理的处理<sup>[1, 79]</sup>。首先, 因为当  $T(H)$  趋近于零时,  $F'(\mathbf{H})$  的值为无限大, 这显然是不合理的, 因此设定一个阈值  $|T(H)|_{\text{threshold}}$  (如取为 0.02), 当  $|T(H)| < |T(H)|_{\text{threshold}}$  时, 令  $F'(\mathbf{H}) = 0$ 。这样做固然会导致一些缺陷结构信息的丢失, 但当相应完整晶体的衍射不落在 CTF 零截点附近时, 缺陷结构信息的缺失, 不会对解卷有明显的影晌<sup>[81]</sup>。其次, 当  $T(H)$  值较小时, 解卷在放大衍射信息的同时也放大了背底噪音, 为避免由此引起的失真, 因此设定了一个最小值  $|T(H)|_{\text{min}}$  (如取 0.2), 当  $|T(H)|_{\text{threshold}} < |T(H)| < |T(H)|_{\text{min}}$  时, 令它等于最小值, 符号不变。综上所述, 式(3.57)改写成为

$$F'(\mathbf{H}) = \begin{cases} \frac{i(\mathbf{H})}{2\sigma T(H)}, & |T(H)| > |T(H)|_{\text{min}} \\ \frac{i(\mathbf{H})}{2\sigma \text{sign}[T(H)] |T(H)|_{\text{min}}}, & |T(H)|_{\text{threshold}} < |T(H)| < |T(H)|_{\text{min}} \\ 0, & |T(H)| < |T(H)|_{\text{threshold}} \end{cases} \quad (3.67)$$

其中符号函数

$$\text{sign}[T(H)] = \begin{cases} 1, & T(H) > 0 \\ -1, & T(H) < 0 \end{cases} \quad (3.68)$$

## VI. 离位和截断效应<sup>[1]</sup>

高分辨像的结构信息可发生离位 (delocalization) 现象<sup>[82, 83]</sup>。“离位”是指结构信息 (如点阵条纹等) 离开其应在的位置。离位的程度与  $C_s$ 、 $\Delta f$  及空间频率  $H$  有关, 对线性与非线性信息也不同。在 Scherzer 聚焦条件下, 若只考虑电镜点分辨本领以内的结构信息, 则离位程度微不足道, 但对于点分辨本领以外者, 则不容忽略<sup>[84]</sup>。例如, 电子加速电压为 300 kV,  $C_s = 1.35 \text{ mm}$  时, Scherzer 聚焦条件下对于空间频率为  $10 \text{ nm}^{-1}$  的结构信息, 离位尺寸可达 10 nm。因此, 为了恢复场发射电子显微像信息极限以内的结构信息, 必须考虑离位现象的影响。此外, 文献[85]对球差校正电镜的离位现象也进行了专门的研究。

如图 3.10 所示, 参照 A. Thust 等<sup>[86]</sup>报道, 若计划得到的解卷像呈边长为  $D$  的正方形, 设把全部衍射波均考虑在内时的最大离位尺寸为  $R_{\max}$ , 则建议所选取初始像的面积不小于  $(D+2R_{\max})^2$ 。当初始像是模拟像时, 通常把计算所用的结构模型当作周期物体的一个大晶胞, 此时在距离像边缘为  $R_{\max}$  的像区内, 衬度会受到对边的影响。于是, 他们建议模拟像的面积为  $(D+4R_{\max})^2$ , 以避免离位效应的影响。

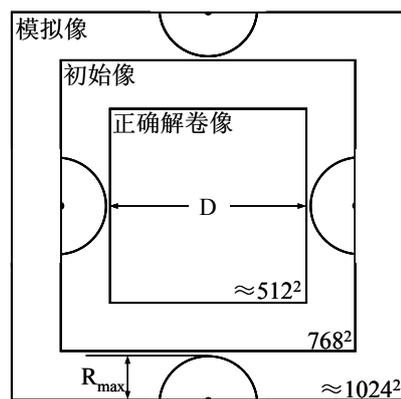


图 3.10 为避免离位效应而用于像模拟和像解卷的选区大小示意图

按上述讨论, 在进行解卷处理时可用以下办法避免离位效应对解卷像的影响。选边长为  $D$  的正方形初始像, 置之于一个大正方形的中心, 后者边长不小于  $(D+4R_{\max})$ 。在初始像与大正方形之间填充其平均密度, 构成一幅新的显微像。

对此显微像作解卷处理，只取用解卷像的中心部分。这样，无论初始像为实验像或模拟像，均能奏效。

为避免做傅里叶变换时，由初始像边缘引起的截断效应（series termination effect<sup>[87]</sup>），应令像边缘的密度缓慢下降。为此可从显微像上选取一个圆形区域，将圆形像置于一个大正方形中心，在正方形边缘与圆形像之间填充平均密度，然后对此正方形作傅里叶变换。显然，若参考上一段关于避免离位效应的方法选取大正方形的尺寸，则可同时解决离位和截断效应的问题。

### 3.3.4 缺陷晶体的衍射振幅校正方法<sup>[88]</sup>

样品越厚，电子衍射的动力学散射效应越强，具体表现为强衍射斑强度变弱，弱衍射斑强度变强，经过解卷处理后得到的解卷像可能会偏离真实的投影势分布。在含有线缺陷晶体的衍射图中，缺陷的强度信息分布在衍射中心周围，形成一定的肩峰。随着样品厚度增加，虽然各衍射的振幅强度发生变化，但是衍射中心和肩峰的位置保持不变，肩峰与衍射中心强度的比值也保持不变<sup>[88]</sup>。校正衍射振幅的目的是减弱动力学衍射效应，改善解卷像质量，使解卷处理技术能应用于厚度稍大的晶体试样。方法的核心是令衍射图的**积分振幅**等于完整晶体相应衍射的**结构因子**振幅。衍射振幅校正技术只校正振幅，相位保持不变，因此缺陷的相位信息没有任何改变。该方法可以应用于半导体材料缺陷核心结构的测定或完整晶体解卷像质量的改善。

经傅里叶滤波和解卷后的衍射图中，每个衍射斑的滤波窗口（这里也称积分窗口）内第  $i$  个像素的振幅表示为  $F'_{Hi}$ ，将积分窗口内所有像素点的振幅值求和，得该衍射斑的积分振幅  $F'_H$  (同式 3.57)

$$F'_H = \sum_i F'_{Hi} \quad (3.69)$$

将此衍射对应的完整晶体结构因子  $F_H$ （由完整晶体结构模型计算出）与该衍射积分振幅的模之比作为修正因子  $K_H$

$$K_H = \frac{|F_H|}{|F'_H|} \quad (3.70)$$

$K_H$  的值对同一个衍射斑的积分窗口内各像素点相同，随不同衍射斑而异。经过修正后第  $i$  个像素点的振幅值变为

$$F'_{Hi}{}^{\text{corr}} = K_H F'_{Hi} \quad (3.71)$$

从式(3.69)~(3.71)知,校正后每一个衍射斑的积分振幅被强制等于相应完整晶体的结构因子。每个衍射斑积分窗口内像素点的相位不变,并且个像素点之间的振幅相对值保持不变,因此衍射斑中缺陷信息的分布不变。对经过衍射振幅校正后的解卷衍射图  $F'_{H}{}^{\text{corr}}$  做傅里叶反变换,即可得到校正的电势投影图。

必须指出的是,衍射振幅校正是一种经验方法,可以在一定程度上减小但不能完全消除电子的动力学散射效应。当样品过厚时,动力学散射效应过强,此时即使对衍射振幅进行校正,也很难得到理想的解卷像。由于外延界面上存在两类晶体的衍射,所以目前还不能应用在界面上。在界面解卷过程中,曾尝试进行衍射振幅校正,一种想法是考虑到界面的形成可以用近重位点阵模型(第四章将介绍)解释,例如对 3C-SiC 其晶格常数  $a_{\text{SiC}} = 0.436 \text{ nm}$ ,对 Si 其晶格常数  $a_{\text{Si}} = 0.543 \text{ nm}$ ,  $a_{\text{SiC}}/a_{\text{Si}} \approx n:m$ ,则在 3C-SiC/Si(001)界面上每  $m$  个 SiC 晶面与  $n$  个 Si 晶面匹配。由于两者晶体结构相同,在 DEC 程序输入晶体参数和模型设定时<sup>[89]</sup>,模型设定不变,将晶胞参数设置为新的晶胞参数  $a'$ ,  $a' = ma_{\text{SiC}}$  或  $na_{\text{Si}}$  (式中  $ma_{\text{SiC}}$  应尽量接近  $na_{\text{Si}}$ ,且  $m$  和  $n$  皆为奇数以免改变衍射束的奇偶性),在像的衍射图上标定衍射点时,对应地将 SiC 和 Si 的衍射点  $(h,k,l)$  分别变为  $(mh,mk,ml)$  和  $(nh,nk,nl)$ 。这样经衍射振幅校正后得到的解卷像在完整区都恢复得较好,界面区却出现了一些伪点。

---

## 第四章 AlSb/GaAs 界面失配位错核心的原子结构测定

### 4.1 引言

InAs、GaSb 和 AlSb 三种半导体材料晶格常数都在  $6.1 \text{ \AA}$  附近，这三种二元化合物以及由它们组成的多元化合物组成了  $6.1 \text{ \AA}$  半导体家族。 $6.1 \text{ \AA}$  半导体家族可以组成灵活多变的能带结构，所以在设计新型的半导体电子和光电子器件上有着广阔的应用前景<sup>[90]</sup>。在 GaAs 衬底上分子束外延 (MBE) 生长上述三种二元化合物薄膜时，由于失配度约为 8%，以 AlSb 薄层作为最初的成核层可以提高薄膜的质量<sup>[90-92]</sup>。一般，对较大晶格失配的面心立方异质结构，界面上单一的  $90^\circ$  失配位错阵列是释放应力和降低穿透位错的最有效方式<sup>[93, 94]</sup>。然而，由于  $\{111\}$  密排面为易滑移面， $60^\circ$  位错和不全位错伴随层错也常常存在于界面上<sup>[92, 95]</sup>。为了优化作为最初的生长层以及应变释放区的 AlSb 成核层，研究生长的 AlSb/GaAs 界面（包括失配位错）的原子结构很必要。这对于研究材料生长过程中应变的弛豫和失配位错对材料性能的影响也有重要的意义。

AlSb 和 GaAs 皆为闪锌矿结构，晶格常数分别为  $0.613 \text{ nm}$  和  $0.565 \text{ nm}$ ，在  $[011]$  投影结构中的“哑铃”状原子对的原子间距分别为  $0.153 \text{ nm}$  和  $0.141 \text{ nm}$ 。对于非球差校正的中等电压高分辨透射电镜，其点分辨本领都不足以分辨这样小的间距。因此，通过直接高分辨成像研究其界面的原子结构非常困难。在现有的电镜条件下，通过对高分辨像做事后的图像处理有可能克服这一困难。前人通过图像处理曾尝试着研究了其它一些半导体界面原子结构，如对于在磷掺杂的 Si(001) 衬底上沉积金属 Ni 并在  $\text{N}_2$  气氛中等温退火生长的  $\text{NiSi}_2$  薄膜，利用最大熵线性像恢复结合衍射强度数据得到了其失配度为 0.4% 的  $\text{NiSi}_2/\text{Si}$  界面的原子结构<sup>[96]</sup>，其中  $\text{NiSi}_2$  为萤石 ( $\text{CaF}_2$ ) 结构，Si 为金刚石结构，两者结构上存在较大的差异，界面清晰 (sharp interface)。然而，对于在 Si(001) 衬底上 MBE 生长的失配度为 4% 的 Ge/(001)Si 界面，由于 Ge 和 Si 都为金刚石结构，界面不清晰，因而没能很好地恢复出界面的原子结构<sup>[97]</sup>。

高分辨像的解卷处理<sup>[38, 73]</sup>最初发展和应用在晶体结构的确定上,目的是去除CTF造成的高分辨像的畸变,使解卷处理后的像(称为解卷像)直接反映所研究晶体的投影结构,并可以将像的分辨率提高至电镜的信息极限。解卷处理方法已经成功应用到半导体晶体缺陷核心结构的研究,起初通过对200 kV场发射电镜高分辨实验像的处理得到了SiGe薄膜中的60°位错及其复合位错<sup>[41, 56]</sup>、Lomer位错核心结构<sup>[55]</sup>,此外对场发射高分辨像模拟表明,借助解卷处理可以区分Si中shuffle和glide型的60°位错<sup>[54]</sup>以及孪晶界<sup>[79]</sup>。后来,发展至对200 kV的LaB<sub>6</sub>灯丝高分辨像的处理,观察到了GaN晶体中I<sub>2</sub>内禀层错的核心结构<sup>[98]</sup>,并尝试研究3C-SiC薄膜中的30°不全位错和微孪晶,成功地判断30°不全位错的半原子插入面终止于C原子而非Si原子,两个孪晶界面为180°旋转对称<sup>[72]</sup>。

解卷处理方法作为一种电子晶体学图像处理法已成功应用于从头测定一系列晶体结构和完整结构已知的晶体缺陷<sup>[52, 99, 100]</sup>。基于解卷处理方法在高分辨显微研究中的优势(如3.3节所述),本章借鉴它成功应用于半导体缺陷结构的经验,工作的主要内容为将它应用到失配较大的外延界面原子结构的研究中。通过对高分辨像的解卷处理,测定AlSb/GaAs界面失配位错核心的原子结构。

#### 4.2 样品生长条件与获取解卷像的步骤

实验样品由物理所陈弘研究员提供,是在半绝缘的GaAs(100)衬底上,采用VG V80H型MBE系统生长的<sup>[101]</sup>。MBE系统采用了阀控As裂解炉以及传统的Sb束源炉,提供As<sub>2</sub>和Sb<sub>4</sub>。材料生长前,GaAs(100)衬底先在As保护气氛下升温至580°C脱氧化膜,然后降至570°C生长300 nm纯GaAs,以获得一个较为平整的GaAs表面。完成该同质外延后,衬底的温度在As保护气氛下降至510°C,关闭As源2秒后,即开始生长一层30 nm的AlSb成核层,然后生长1.1 μm的GaSb层作为随后生长InAs/AlSb超晶格的缓冲层。生长过程中,较高的生长温度与适当的V/III比可以保证薄膜有较好的化学计量比。

[011]截面样品用机械研磨、抛光和离子束减薄方法制备。高分辨像用JEM-2010 LaB<sub>6</sub>灯丝透射电镜在40万倍下拍摄,其电子光学参数为:加速电压200 kV,球差系数0.5 mm,点分辨本领约为0.194 nm,理论信息极限约为0.154 nm。高分辨像的数字化用底片透射扫描仪Epson 4870获得。为了获得解卷像,从数字

化高分辨像中选择像区直径约为40 nm的圆形区域，并将研究的界面置于中心。为避免作傅里叶变换时的断尾效应<sup>[87]</sup>，用圆形区域全部像素灰度值的平均值填充圆形以外的区域形成一个2048×2048像素的区域，然后对此正方形作傅里叶变换。对傅里叶变换获得的衍射图进行傅里叶滤波和扣除CTF的调制后，通过反傅里叶变换即获得解卷像（由于研究的图4.1中D区AlSb/GaAs界面较宽，所以将界面分成两段，分别将其中一段界面置于中心选取如上述大小的圆形区域进行解卷处理，然后将各自得到的一段界面解卷像组合即为D区界面最终的解卷像）。

### 4.3 高分辨像及 Al、Sb 原子的判别

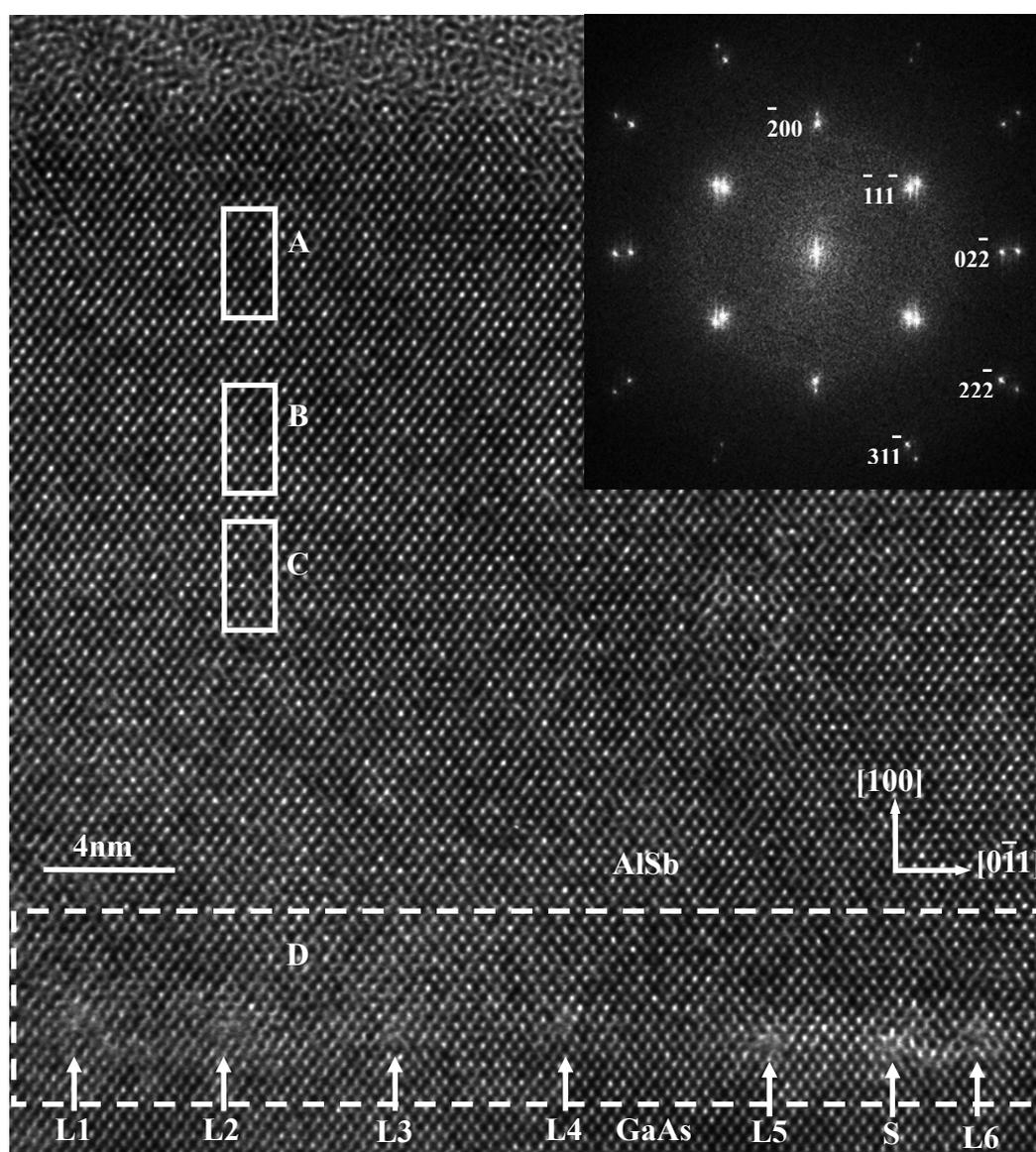


图 4.1 AlSb/GaAs [011]高分辨像。上部晶格完整区选取三个矩形框 A、B 和 C 区域，下部选取矩形框 D 区域包含 7 个位错，分别标记为 L1~L6 和 S。右上角插入界面区域的像的衍射图。

图 4.1 是生长在 GaAs 衬底上的 AlSb[011]高分辨像，上部是 AlSb 完整晶体的像区，下端是 GaAs 衬底。右上角插入了界面附近像区的衍射图。由于 GaAs 与 AlSb 同属闪锌矿结构且它们之间失配度约为 8%，衍射图含两套面心立方[011]衍射斑点，位于信息极限内的 111, 200, 022, 311, 222 衍射束清晰可见，而且像的信息足够高，说明衍射束不靠近 CTF 零截点位置，从而该像适合做解卷处理。

由于 AlSb 中两种原子的原子序数相差大，可以利用赝弱相位物体近似下的像衬规律确定两种原子在“哑铃”对中的相对位置。赝弱相位物体近似下的像衬规律（见 3.2.3 节）指出当晶体厚度小于临界厚度时，随着厚度增加，结构像上重原子的衬度相对于轻原子逐渐降低，直至轻原子的衬度高于重原子。该像衬变化规律与若干晶体内原子的像衬随样品厚度的变化相一致<sup>[71,97]</sup>。文献[72]利用该像衬规律将 3C-SiC 中投影间距为 0.109 nm 的 Si 和 C 原子区分开。

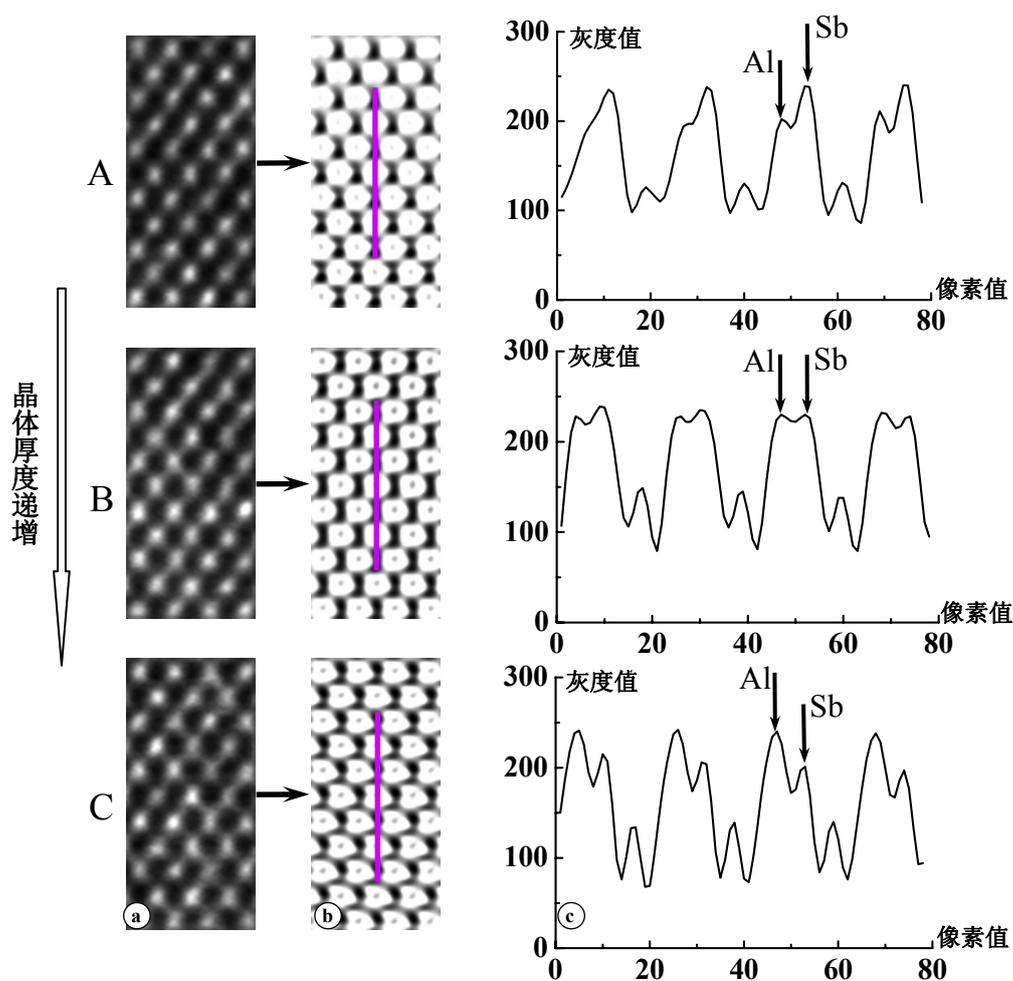


图 4.2 (a)对应于图 4.1 中矩形框 A、B、C 区域的放大像；(b)对应于(a)的解卷像， $\Delta f = -17$  nm；(c)对应于(b)中三条线段上原子衬度的灰度值曲线图。

与文献[72]中判别 SiC 中 Si 和 C 原子位置的步骤类似, 从图 4.1 中 AlSb 像区选择三个完整区域, 分别标记为 A、B 和 C, 根据非晶边缘判断晶体厚度从上到下逐渐增加。三个区域的放大像如图 4.2(a)所示。分别对三个像区结合衍射振幅校正进行解卷处理, 采用 3.3.2 节所述的尝试法测得最佳离焦量为-17 nm, 解卷像示于图 4.2(b)。像中较清楚地显示出闪锌矿类型[110]投影的哑铃结构。为了判别 Al 和 Sb 原子在“哑铃”对中的相对位置, 在 4.2(b)中由上至下沿三条标记线段测量 Al-Sb 原子对的灰度值, 得到了相应的灰度值曲线, 示于图 4.2(c)。灰度值越高, 像衬度越黑; 灰度值为零则像衬度呈现为白色。根据 Al、Sb 原子衬度的灰度值变化曲线, 依照赝弱相位物体近似给出的像衬规律, 可判断出解卷像中“哑铃”对的上部为 Al 原子, 下部为 Sb 原子。因为图 4.1 中未见 AlSb 像区有水平面缺陷, 故可认定, 上述 Al 和 Sb 原子的相对位置应一直延伸到像下端的界面上。

根据阴阳离子间的成键关系, 确定出 GaAs 衬底的 Ga 和 As 原子应分别位于“哑铃”对的上部和下部。只是在 AlSb/GaAs 界面上, 由于终止的原子面可以不同, MBE 生长可能形成两种不同的界面类型。一种为 GaSb 型界面, 即 GaAs 衬底以 Ga 面为终止, 然后与 AlSb 层的 Sb 面结合开始生长。另一种是 AlAs 型界面, 相应的界面上为 AlSb 层的 Al 原子与 GaAs 衬底的 As 原子键合。生长的界面类型的判断将在 4.5 节讨论。

#### 4.4 界面像的解卷处理和失配位错核心结构像

从图4.1中选择了包含 AlSb/GaAs 界面的区域标记为 D, 放大示于图 4.3(a)。根据衍射点的分布, 按 3.3.3 节所述选用椭圆形和圆形窗口, 并借用对完整 AlSb 薄膜晶体用尝试法测得的离焦量-17 nm 作为初步离焦量, 进行傅里叶滤波和解卷处理。初步解卷像的衍射图如图 4.3(b)所示。为进一步修正界面 D 区的离焦量, 在-10 nm~ -25 nm 之间, 以 0.5 nm 的步长选取一系列的尝试离焦量, 逐一对待界面像区作解卷处理, 得到一系列尝试解卷像。从尝试解卷像中挑选出一张质量最佳的像, 作为正确的解卷像示于图 4.3(d), 对应的离焦量为  $\Delta f = -18 \text{ nm}$ 。

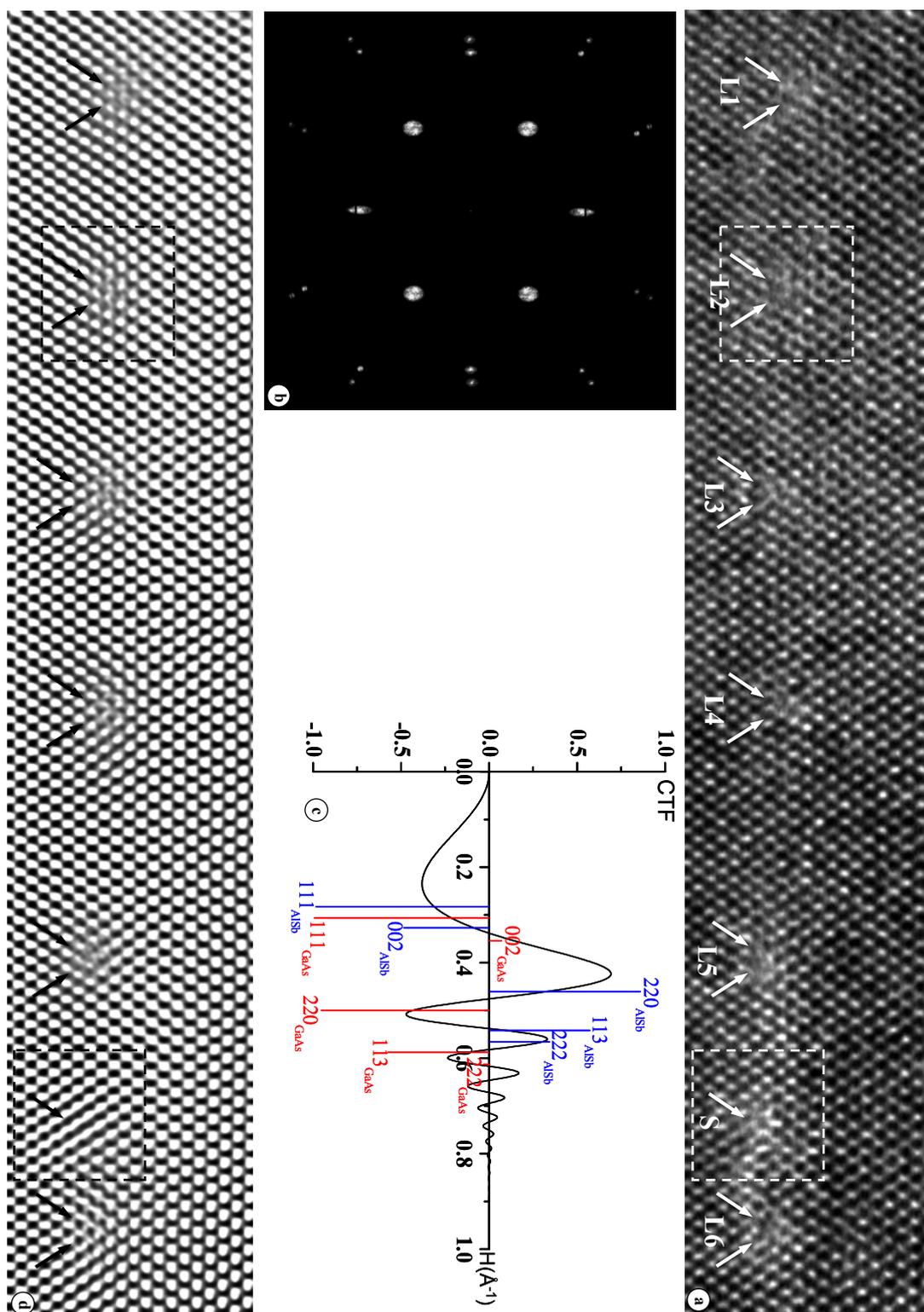


图 4.3 (a)对应图 4.1 中标记为 D 的界面区放大像，包含的 7 个位错分别标记为 L1~L6 和 S，并用矩形框标记两类位错核心作结构分析；(b)傅里叶滤波和扣除 CTF 调制后的衍射图，衍射斑周围的白色阴影显示出滤波窗口；(c)离焦量为 -18 nm 时的 CTF 曲线，铅垂线段表示独立衍射束位置；(d)对应于(a)的解卷像， $\Delta f = -18$  nm。

图 4.3(c)给出了离焦量  $\Delta f = -18 \text{ nm}$  时对应的 CTF 曲线, 计算的参数为  $U = 200 \text{ kV}$ ,  $C_s = 0.5 \text{ mm}$ ,  $D = 6 \text{ nm}$ 。分别用线段标出解卷选用的 AlSb 和 GaAs 各自的 111, 200, 022, 311, 222 衍射束的位置, 线段的长度表示该衍射相对于  $111_{\text{GaAs}}$  衍射结构因子振幅大小。各衍射点均未落在 CTF 曲线零截点上或附近。图 4.3(d)解卷像中拉长的黑柱代表一个 AlSb 或 GaAs 原子对, 由于界面不能进行衍射振幅校正, 界面解卷像上的完整区域的 AlSb 没有图 4.2(b)中区分得好。图 4.3(d)解卷像上显示界面存在七个失配位错, 标记为 L1—L6 及 S。通过伯格斯回路确定其中一个为  $60^\circ$  位错, 标记为 S, 伯格斯矢量为  $\mathbf{b}_{60^\circ} = 1/2[\bar{1}\bar{1}0]$  or  $1/2[101]$ , 其余 6 个为  $90^\circ$  位错, 伯格斯矢量为  $\mathbf{b}_{90^\circ} = 1/2[0\bar{1}1]$ , 额外的  $\{111\}$  半原子面用箭头标示。更大范围的界面观察表明, 在约  $90 \text{ nm}$  长的 AlSb/GaAs 界面上存在 3 个  $60^\circ$  位错和 16 个  $90^\circ$  位错, 可见界面上的失配位错以  $90^\circ$  位错为主。图 4.4(a)与(b)分别为界面 D 区 L2 和 S 区 (一个  $90^\circ$  和一个  $60^\circ$  位错) 的放大像, 像的衬度虽不清晰, 但仍隐约可见箭头指向的额外的半原子面, 经解卷处理后, 原子显示为黑[图 4.4(c)与(d)], 且衬度明显改善。图 4.4(c)中两个箭头分别标示出两个额外半原子面。图 4.4(d)中只有一个额外半原子面。

为了搭建以上两个位错核心结构的模型, 需要确定 AlSb 外延膜与 GaAs 衬底的界面。可是 AlSb 与 GaAs 的晶格失配不很大, 从解卷像上不易准确判断出 AlSb 与 GaAs 的界面。下一节将结合前人对类似晶体结构中  $90^\circ$  和  $60^\circ$  位错核心结构模型的讨论, 以确定本工作中的模型, 此处先示于图 4.4(e)与(f)。

#### 4.5 $90^\circ$ 和 $60^\circ$ 位错核心结构模型

Hornstra 曾在理论上提出了金刚石结构的晶体材料中  $90^\circ$  位错核心的结构模型<sup>[102]</sup>, 随后 Bourret 根据对 Ge 和 Si 材料的高分辨电镜研究提出了新的模型<sup>[103]</sup>, Vila 等进一步在分析了上述两人提出的  $90^\circ$  位错模型基础上, 研究了 GaAs/(001)Si 界面存在的  $90^\circ$  位错核心结构, 表明界面上  $90^\circ$  位错结构与 Hornstra 提出的模型相符合, 但不同于 Hornstra 模型完全的左右对称结构, 而是向左或向右偏<sup>[104]</sup>。

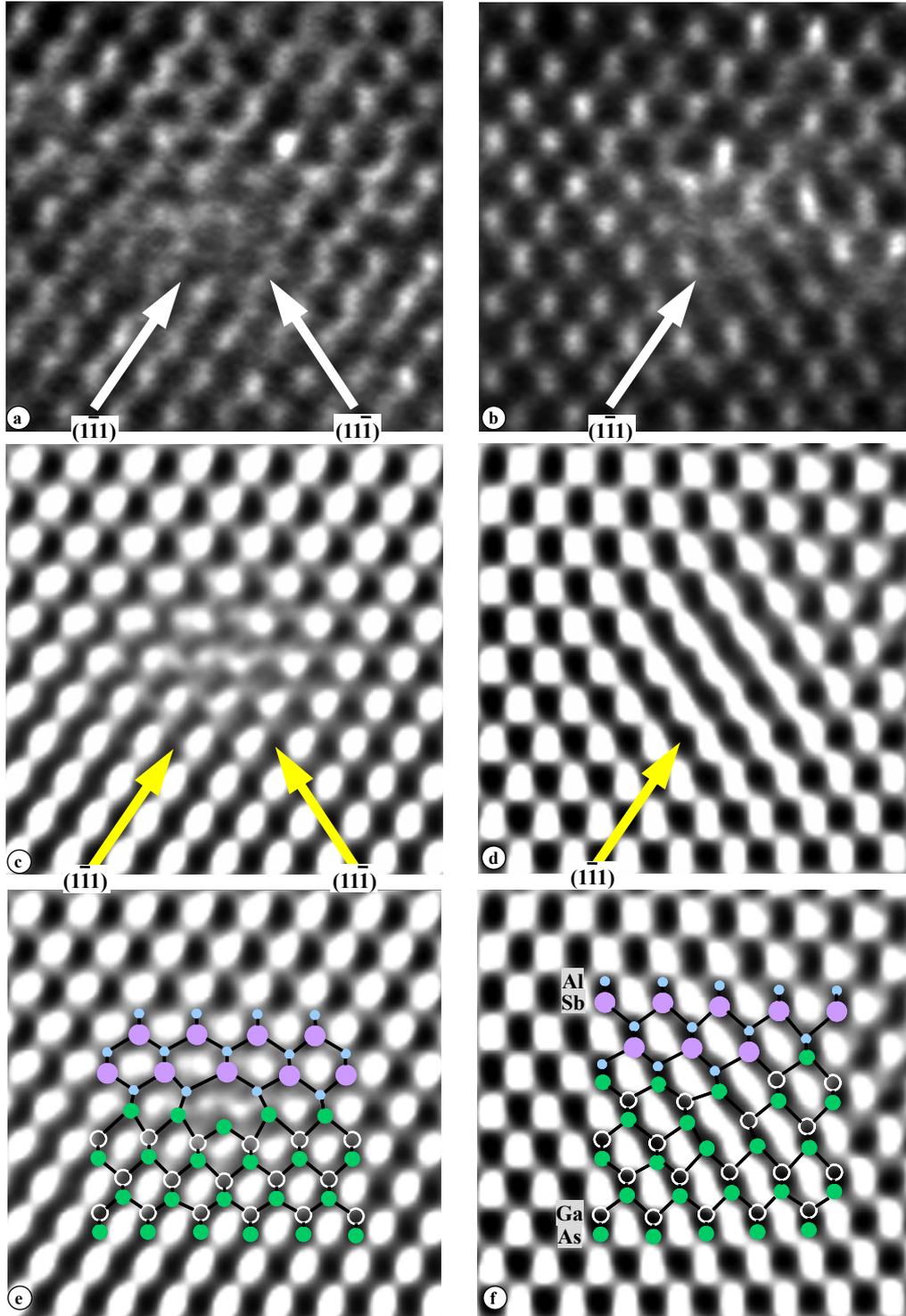


图 4.4 (a)和(b)分别为对应于图 4.3(a)中的  $90^\circ$  位错(L2)和  $60^\circ$  位错(S)的放大像；(c)和(d)对应离焦量-18 nm 时的解卷像；(e)和(f)分别为叠加于解卷像上的结构模型。

另一方面，晶格失配较大的异质外延界面上  $90^\circ$  位错结构的形成可以用近重位点阵模型解释<sup>[94, 105, 106]</sup>。它指出当异质结的两种晶体的某一晶面实现完全的重位时，获得的位错结构具有最低的界面能。在薄膜晶格  $a_f$  与衬底晶格  $a_s$  之间满足

$$\frac{a_f}{a_s} = \frac{m}{n}, \quad (4.1)$$

( $m$ 和 $n$ 皆为正整数)，且 $m = n + 1$  ( $a_f > a_s$ )，则可形成完全重位的晶面，此时衬底出现一个额外的晶面，从而产生一个 $90^\circ$ 失配位错。Jallipalli等利用近重位点阵模型给出了GaSb/GaAs界面上 $90^\circ$ 位错核心的原子组态<sup>[94]</sup>。对于类似的AlSb/GaAs界面，近重位点阵模型同样应该适用。在AlSb/GaAs界面上，根据(4.1)式确定为 $m = 13$ ， $n = 12$ ，即每第12个AlSb晶面与每第13个GaAs晶面实现重位(12:13的近重位点阵)，形成了类似公度结构(长周期)的重复区。

如4.3节所述，AlSb/GaAs界面可能存在两种键合类型：GaSb型和AlAs型，取决于薄膜起始生长的原子层和衬底表面的终止的原子层。对于这两种可能的界面键合类型，在 $[011]$ 投影方向，利用12:13的近重位点阵分析AlSb/GaAs界面 $90^\circ$ 失配位错的形成， $90^\circ$ 失配位错核心也相应地有两种不同结构，如图4.5所示(当沿 $[\bar{0}11]$ 方向投影时，不同界面键合类型其 $90^\circ$ 位错结构模型刚好互换)，与文献[94, 104]得到的模型一致(可认为是Hornstra模型，只是未考虑向左或向右的偏离)。在GaSb型界面中， $90^\circ$ 位错核心由一个5原子环和一个7原子环构成(简称为5-7环结构)，如图4.5(a)所示。在AlAs型界面中， $90^\circ$ 位错核心由一个6原子环和一个8原子环构成(简称为6-8环结构)。5-7环结构和6-8环结构又分别称作重构和非重构的 $90^\circ$ 位错核心结构，因为一个As原子串存在于 $90^\circ$ 位错核心的中心，如图4.5(b)所示。中心的As原子串也可能失去，使得6-8环结构重构为5-7环结构，但这种重构转换需要足够高的温度通过空位或间隙原子的扩散完成<sup>[102]</sup>，所以不易发生。在GaAs/Si异质结界面同样观察到两类 $90^\circ$ 位错核心结构(非重构与重构结构)的存在<sup>[104, 107]</sup>，且以6-8环的非重构结构占绝大多数<sup>[104]</sup>。在图4.4(c)的解卷像上可见，界面 $90^\circ$ 位错的核心结构符合图4.5(b)所示的结构模型，为6-8环结构，则可确定在界面D区，AlSb/GaAs界面的键合类型为AlAs型。

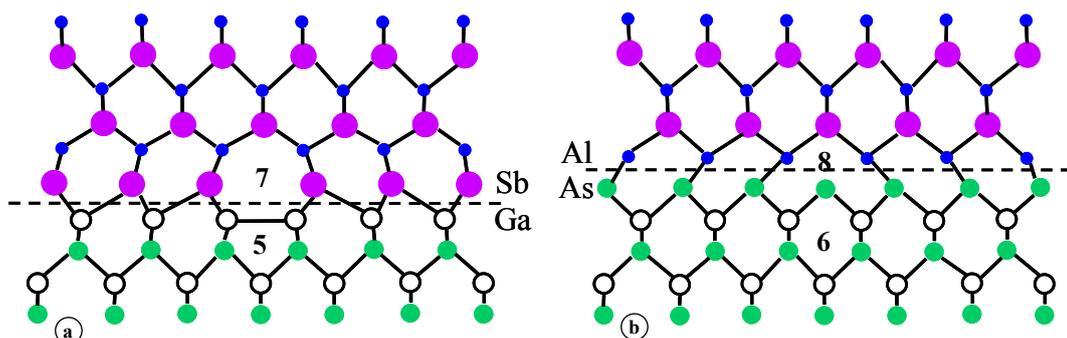


图 4.5 对应于 AlSb/GaAs 界面两类键合方式的  $90^\circ$  失配位错核心结构模型，(a)GaSb 型键合显示 5-7 环结构；(b)AlAs 型键合显示 6-8 环结构。

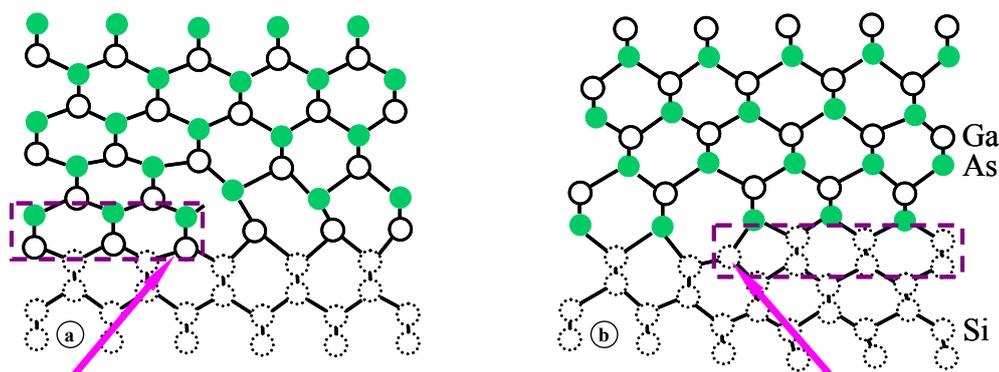


图 4.6 GaAs/Si 界面的两类  $60^\circ$  位错核心结构模型<sup>[108,109]</sup>，(a)shuffle 型；(b)glide 型。

在闪锌矿结构中  $60^\circ$  位错有两种不同的类型，shuffle 型和 glide 型，前者为额外的半原子面终止于一对原子，后者终止于一个原子<sup>[59]</sup>。图 4.6 给出了 GaAs/Si 界面的两类  $60^\circ$  位错核心结构模型<sup>[107, 108]</sup>。两类位错具有相似的结构特征，若在高分辨像上直接区分半原子面终端的原子特征（原子对或单个原子），需要较高的分辨率<sup>[54]</sup>。文献[109]在研究 GaAs/Si 界面上  $60^\circ$  位错核心时指出，在 GaAs/Si 界面上，glide 型  $60^\circ$  位错的存在伴随有 Si 衬底表面的台阶[见图 4.6(b)]，而 shuffle 型位错则没有[见图 4.6(a)]。对于晶体结构类型相同且同为压应变的 AlSb/GaAs 界面，可以借用上述特征，即是否存在额外的 GaAs(200)半原子面台阶以判断  $60^\circ$  位错的类型，以弥补解卷像分辨率的不足。对  $60^\circ$  位错的解卷像图 4.4(d)进行分析，对比图 4.6 根据界面上  $60^\circ$  位错两侧  $90^\circ$  位错核心（L5 和 L6）的位置，根据 AlSb 和 GaAs（或 AlAs）之间  $\{220\}$  面间距的差异以及 AlAs 型界面键合特点，确定出解卷像上  $60^\circ$  位错位置存在额外的 GaAs(200)半原子面台阶，从而判断  $60^\circ$  位错为 glide 型。

在仔细分析了 L2 区  $90^\circ$  位错和 S 区  $60^\circ$  位错的基础上，可确定图 4.3(d)解卷像 AlSb/GaAs 界面上 7 个失配位错的核心结构，即所有  $90^\circ$  位错核心为 6-8 环结构，界

面为AlAs型。60°位错核心为glide型，同时注意到这些90°位错核心不在同一个水平面上，表明生长的AlSb/GaAs界面为粗糙型界面。由于失配位错核心可以反映界面边界的位置，对于晶格失配较大（约为8%）的AlSb/GaAs界面，根据AlSb和GaAs（或AlAs）之间{220}面间距的差异，确定出D区AlSb/GaAs界面大致的原子结构模型，如图4.7(a)所示，该模型能反映出界面的结构特征。

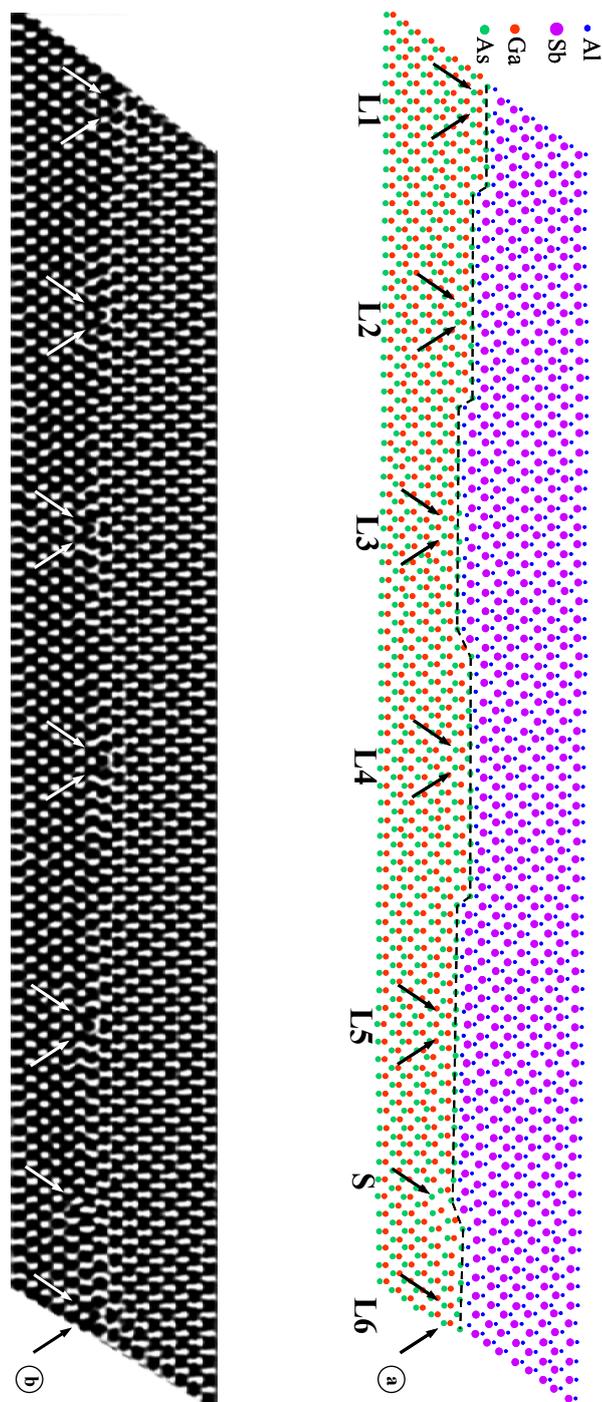


图 4.7 (a)根据解卷像 4.3(b)所搭建的 AlSb/GaAs 界面结构模型; (b)根据模型得到的模拟像。

为了进一步验证所搭建模型的正确性，根据结构模型利用多片法<sup>[17]</sup>计算高分

辨像。由于 AlSb、GaAs 沿着电子束入射方向的重复周期为各自的晶胞参数  $a$  的  $1/\sqrt{2}$ ，两者不一致。本工作像模拟中令每片的厚度等于  $a_{\text{GaAs}}/\sqrt{2}$ ，即为 0.4 nm。将 AlSb 一个重复周期内的全部原子压缩在此薄片，考虑  $a_{\text{GaAs}}/a_{\text{AlSb}} = 92.1\%$ ，将 AlSb 的占位率降低至 92.1%，图 4.7(b) 中所示为离焦量 -18 nm、样品厚度 4.4 nm 的模拟像，模拟像与实验像符合较好。

本工作中生长形成的 AlSb/GaAs 界面键合类型只观察到 AlAs 型，这可能由以下原因造成。首先，在生长 AlSb 薄膜前，As 源中断的时间极短（只有 2 秒），GaAs(100) 衬底最外层附着的 As 来不及脱附，而且生长室内的残余 As 使得 GaAs 表面富 As。后者将导致 AlAs 型界面比 GaSb 型界面更容易出现。其次，文献[110] 通过热力学分析发现，对于  $\text{Sb}_2/\text{GaAs}$  系统（ $\text{Sb}_4$  分解产生  $\text{Sb}_2$ ），由于反应为正熵反应，Sb 在 GaAs 衬底表面很难发生反应而形成 GaSb 层。

#### 4.6 本章小结

本章将高分辨像的解卷处理方法应用到较大失配的外延界面结构的研究中。利用 200 kV LaB<sub>6</sub> 灯丝高分辨透射电镜，研究了失配度约为 8% 的 AlSb/(001)GaAs 粗糙界面原子结构。解卷方法在使得非 Scherzer 聚焦的 [011] 高分辨像反映真实结构的同时，将像的分辨率提高至电镜的信息极限。通过对 AlSb 薄膜完整区解卷像的像衬分析，辨认出 Al 和 Sb 原子相对位置，确定出 AlSb 薄膜的上部为 Al 原子下部为 Sb 原子。进一步通过对 [011] 界面解卷像的分析确定出了 AlSb/GaAs 粗糙界面的两类失配位错核心结构，其中 90° 位错为 6-8 环结构，60° 位错为 glide 型。在此基础上，给出了较大失配的 AlSb/GaAs 界面的原子结构模型，通过计算得到的模拟像与实验像相符合。

---

## 第五章 AlSb/GaAs 界面应变的几何相位分析\*

Hýtch 等人<sup>[111]</sup>发展的几何相位分析(Geometric Phase Analysis, 简称为 GPA) 技术可以利用高分辨像测量应变。通过高分辨透射电镜拍摄包含局部应变区域和未应变的完整晶体区域, 以完整区域(通常选取未应变的衬底)作为参考, 确定样品中晶面间距以及晶向的局部变化导致的晶格条纹的位移。通过对这些晶格条纹扭曲的像的傅里叶分析得到反映振幅和相位的图, 在相位图中相位的位移正比于局部原子列的位移。相位图可进一步转化为相对于参考的完整区的应变的空间分布图。几何相位分析技术已经应用于外延薄膜的应变研究<sup>[112, 113]</sup>。本章将利用几何相位分析方法研究 AlSb/GaAs 界面和位错核心的应变分布。

### 5.1 几何相位分析方法概述<sup>[111, 114]</sup>

理想晶体的高分辨像可以看成是不同的空间频率的傅里叶叠加。每一点的像的强度可表示为

$$I(\mathbf{r}) = \sum_H A_H(\mathbf{r}) \exp[iP_H(\mathbf{r}) + 2\pi i\mathbf{H}\cdot\mathbf{r}], \quad (5.1)$$

其中 $A_H(\mathbf{r})$ 给出了晶格条纹的振幅, 几何相位 $P_H(\mathbf{r})$ 给出了条纹的位置。相位与位移场 $\mathbf{u}(\mathbf{r})$ 有如下关系

$$P_H(\mathbf{r}) = -2\pi\mathbf{H}\cdot\mathbf{u}(\mathbf{r}), \quad (5.2)$$

当像区中的某些倒易空间矢量与参考的完整区域的不同时 $\mathbf{H}\rightarrow\mathbf{H}+\Delta\mathbf{H}$ , 此时, 相位变化为

$$P_H(\mathbf{r}) = 2\pi\Delta\mathbf{H}\cdot\mathbf{r} \quad (5.3)$$

通过测量点分辨率以内包含的两个衍射束的几何相位图 $P_{H_1}(\mathbf{r})$ 和 $P_{H_2}(\mathbf{r})$ , 可以得到二维的投影位移场 $\mathbf{u}(\mathbf{r})$ 为

$$\mathbf{u}(\mathbf{r}) = -\frac{1}{2\pi}[P_{H_1}(\mathbf{r})\mathbf{a}_1 + P_{H_2}(\mathbf{r})\mathbf{a}_2], \quad (5.4)$$

其中 $\mathbf{a}_1$ 和 $\mathbf{a}_2$ 为对应于倒空间基矢 $\mathbf{H}_1$ 和 $\mathbf{H}_2$ (彼此非线性)的正空间的基矢(即 $\mathbf{a}_i\cdot\mathbf{H}_j$

---

\* 合作者: 贺小庆同学、段晓峰研究员, 中科院物理研究所

$= \delta_{ij}$ )。进一步得到平面应变为

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1}{2} \left( \frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right)。 \quad (5.5)$$

## 5.2 AlSb/GaAs 界面的应变分布

当薄膜较薄时,假设衬底没有发生变形<sup>[115]</sup>,利用AlSb/GaAs界面区域的选区电子衍射图中GaAs衍射点作为参考点,两套衍射点中相应衍射点的距离以确定实际AlSb薄膜的晶格常数。由于 $a_{\text{GaAs}} = 0.565 \text{ nm}$ ,从而可确定AlSb薄膜的晶格常数为 $a_{\text{film}} = 0.609 \text{ nm}$ ,它与AlSb完整晶体的晶格常数 $0.613 \text{ nm}$ 接近,这表明AlSb薄膜已经完全弛豫。薄膜与衬底之间的晶格失配计算为 $(0.609-0.565)/0.565 \approx 7.79\%$ 。图5.1(a)和(b)是利用GPA方法测量图4.1界面D区另一张实验高分辨像(离焦量约为 $-32 \text{ nm}$ )得到的应变图,像的傅里叶变换所得的衍射图中选择 $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ 和 $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ 束作为 $\mathbf{H}_1$ 和 $\mathbf{H}_2$ 。根据文献[116]报道GPA方法测量应变时为减小球差引起的误差,需要满足(a)对于选取的特定的 $\mathbf{H}$ ,  $\nabla\chi(\mathbf{H}) = 0$ 时 $[\chi$ 的表达式为(3.27)],获得适合应变测量的高分辨像的最佳离焦量 $\Delta f_{\text{optimal}} = -C_s\lambda^2 H^2$ (本工作中在AlSb/GaAs界面,对于200 kV电镜,  $C_s = 0.5 \text{ mm}$ 条件下,如选GaAs的 $\{111\}$ 衍射束测量相位的变化,则该最佳离焦量为 $-29.5 \text{ nm}$ );(b)离位效应尽量小;(c)足够的相位衬度。图5.1(c)和(d)为图(a)和(b)中垂直于界面方向的线应变值,参考文献[113]的做法避开了位错核心的大应变区,同时满足衬底GaAs参考区的应变近似为零。对图5.1分析可以得到如下一些结论:(i)界面为非平滑的粗糙界面,由前面章节可知界面上存在 $90^\circ$ 和 $60^\circ$ 位错,应变图上大应变区域的应变分布与位错核心结构存在一定的对应关系。例如因为一个 $90^\circ$ 位错可以看作由两个不同方向的 $\{111\}$ 面上的 $60^\circ$ 位错合并而成,从而 $90^\circ$ 位错核心大应变区域的应变分布在图5.1(a)中表现为两个红色点区(如L4),而 $60^\circ$ 位错核心则表现为一个红色点区(如S),下节将对位错核心的应变分布做进一步的研究;(ii)AlSb层在远离界面数纳米的区域才完全弛豫,沿生长方向( $\varepsilon_{yy}$ )和与生长方向垂直的方向( $\varepsilon_{xx}$ )具有相同的失配度值,表明AlSb薄膜已经完全弛豫,通过GPA方法测得的晶格失配度在8%附近变化,如图5.1(c)和(d)所示;(iii)在界面附近完全弛豫的AlSb薄膜与未应变的衬底之间的过渡层的厚度,根据图5.1(c)和(d)测得约为 $4.2 \text{ nm}$ ,在过

渡层内AlSb晶格排列并不完整。由于在界面上只存在较为简单的 $90^\circ$ 全位错（占大多数）和 $60^\circ$ 全位错的缺陷形式，因此，该界面过渡层厚度远小于畸变相对严重的界面（存在多种位错形式和层错），如在GaAs/(001)InP中为10 nm，但又大于只存在 $90^\circ$ 单一失配位错阵列的界面，如在GaSb/GaAs(001)中仅为1.5 nm<sup>[112]</sup>。

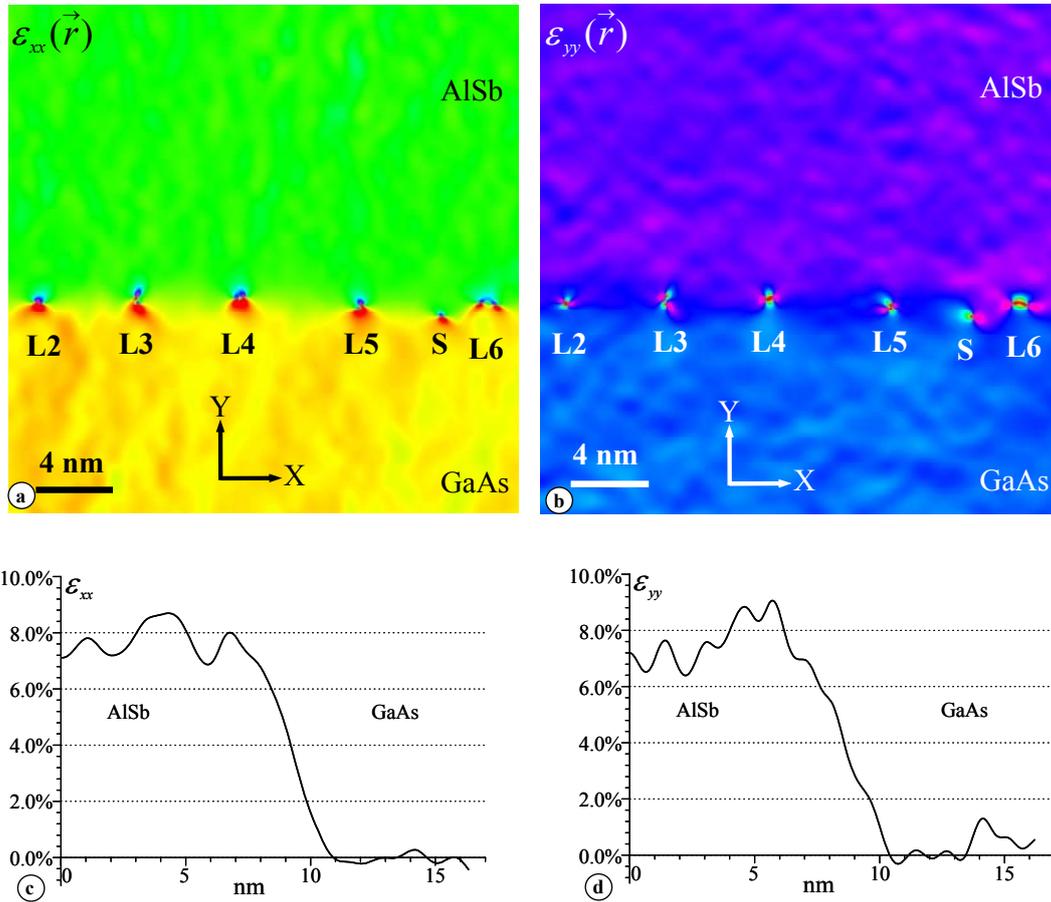


图 5.1 (a)和(b)分别对应沿生长方向和垂直于生长方向测量的界面D区高分辨像的应变图；(c)和(d)分别对应图(a)和(b)中垂直于界面方向的线应变值。

### 5.3 失配位错核心的应变分布

在应变图 5.1(a)中大应变区域（红色点区）应变分布与失配位错核心结构存在一定的对应关系， $90^\circ$ 位错和  $60^\circ$ 位错的应变分布不同，但即使同为  $90^\circ$ 位错其应变分布仍然存在较大差异。这种差异在一些文献中也观察到，但都没有深入地予以研究，只是给出了若干可能的原因<sup>[117-119]</sup>。分析它们给出的原因并参考文献 [120, 121]中给出的影响 GPA 方法测量精度的因素，本节通过模拟像研究大应变区域的应变分布与位错核心结构的对应关系以及有可能影响该应变分布的因素。

## 5.3.1 模型的搭建

设计的模型为 AlSb/(100)GaAs 界面存在六个失配位错,其中四个为  $90^\circ$  位错,分别标记为 a、b、c 和 d, 一个  $60^\circ$  位错对[ $60^\circ$  dislocation pair, 为两个邻近的独立的  $60^\circ$  位错(满足图 2.6 中的位错结构特点)构成]标记为 e。四个  $90^\circ$  位错核心分别具有四种局部结构特点,其中以 a 作为参照,它为 Hornstra 构型<sup>[102]</sup>(理想对称), b 为 Vila 构型<sup>[104]</sup>(模型中为向左偏), c 为向下偏, d 为结构上同 Hornstra 构型,但是化学成分与 a 不同<sup>[117, 119]</sup>。这四种构型只有 c 在查阅的文献中还未见报道。 $60^\circ$  位错对在文献中也有报道<sup>[65, 122]</sup>。进一步根据位错结构的分析,  $60^\circ$  位错对可能存在图 5.2 所示的三种构型(都满足前面提到的为邻近的独立的两个  $60^\circ$  位错构成)。

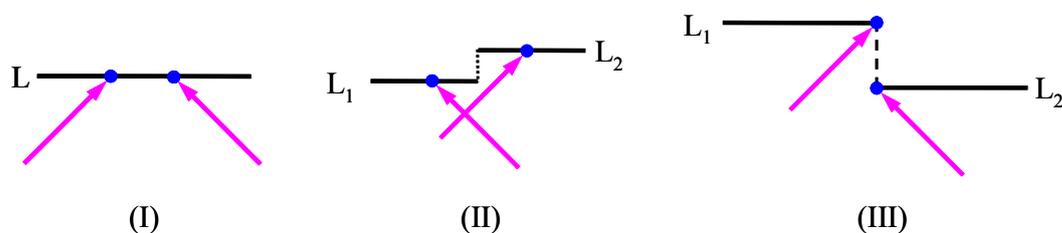


图 5.2  $60^\circ$  位错对可能存在的三种构型。水平线段表示一个水平原子面(标记为 L), 圆点表示额外的  $\{111\}$  半原子面终端的一个原子或一对原子, 箭头表示额外的  $\{111\}$  半原子面, 点线表示近邻但相隔  $m$  个水平原子面 ( $m \geq 0$ ), 虚线表示近邻但相隔  $n$  个水平原子面 ( $n \geq 1$ )。

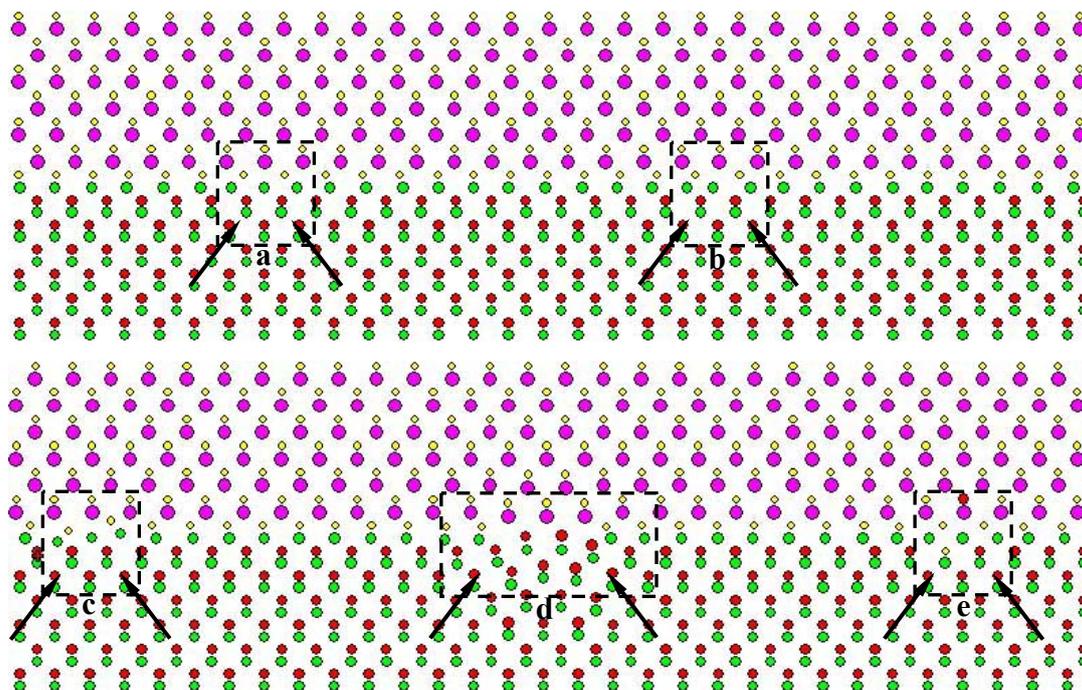
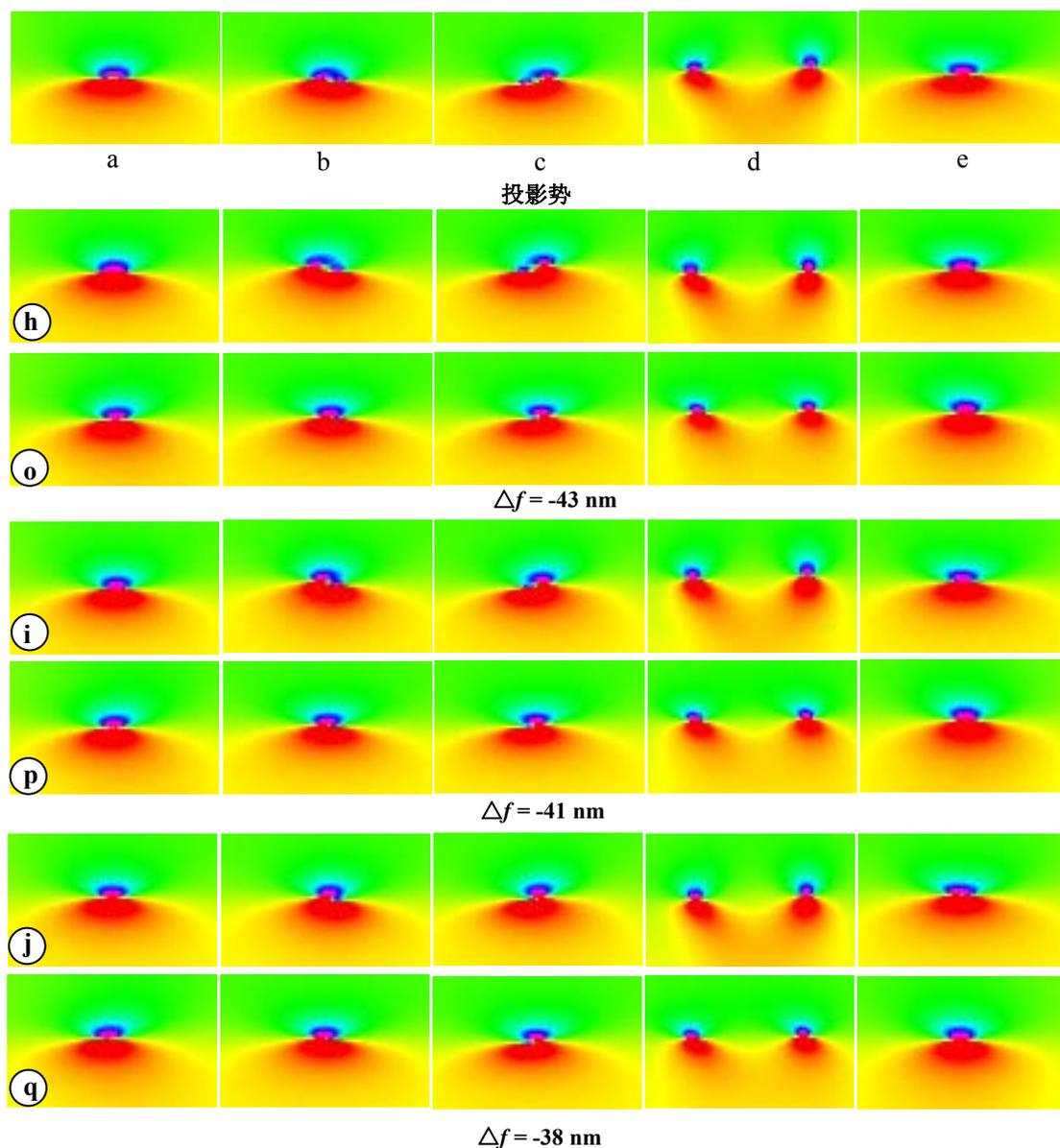


图 5.3 搭建的 AlSb/GaAs 界面模型示意图。位错核心由虚线框标记, 额外的  $\{111\}$  半原子面用箭头标示。

搭建的模型中  $60^\circ$  位错对选用了构型 I，因为它最可能与  $90^\circ$  位错混淆。完整的 AlSb/GaAs 界面搭建模型示于图 5.3。像模拟的参数为： $U = 200$  kV， $C_s = 0.5$  nm， $D = 6$  nm，每片厚度  $4 \text{ \AA}$ 。 $\Delta f_{\text{Sch}} = -41$  nm。

### 5.3.2 离焦量对应变分布的影响

为了研究高分辨像的离焦量对位错核心应变分布的影响，计算了不同离焦量下的界面模拟像，同时对模拟像进行解卷处理获得相应的解卷像，通过 GPA 方法测量了模拟像和解卷像的应变，获得的图 5.3 中位错核心区域 (a、b、c、d、e) 的应变图  $\epsilon_{xx}$  (样品厚度为  $0.4$  nm)，如图 5.4 所示。图 5.4 的最上端同时给出了投影势的应变图  $\epsilon_{xx}$



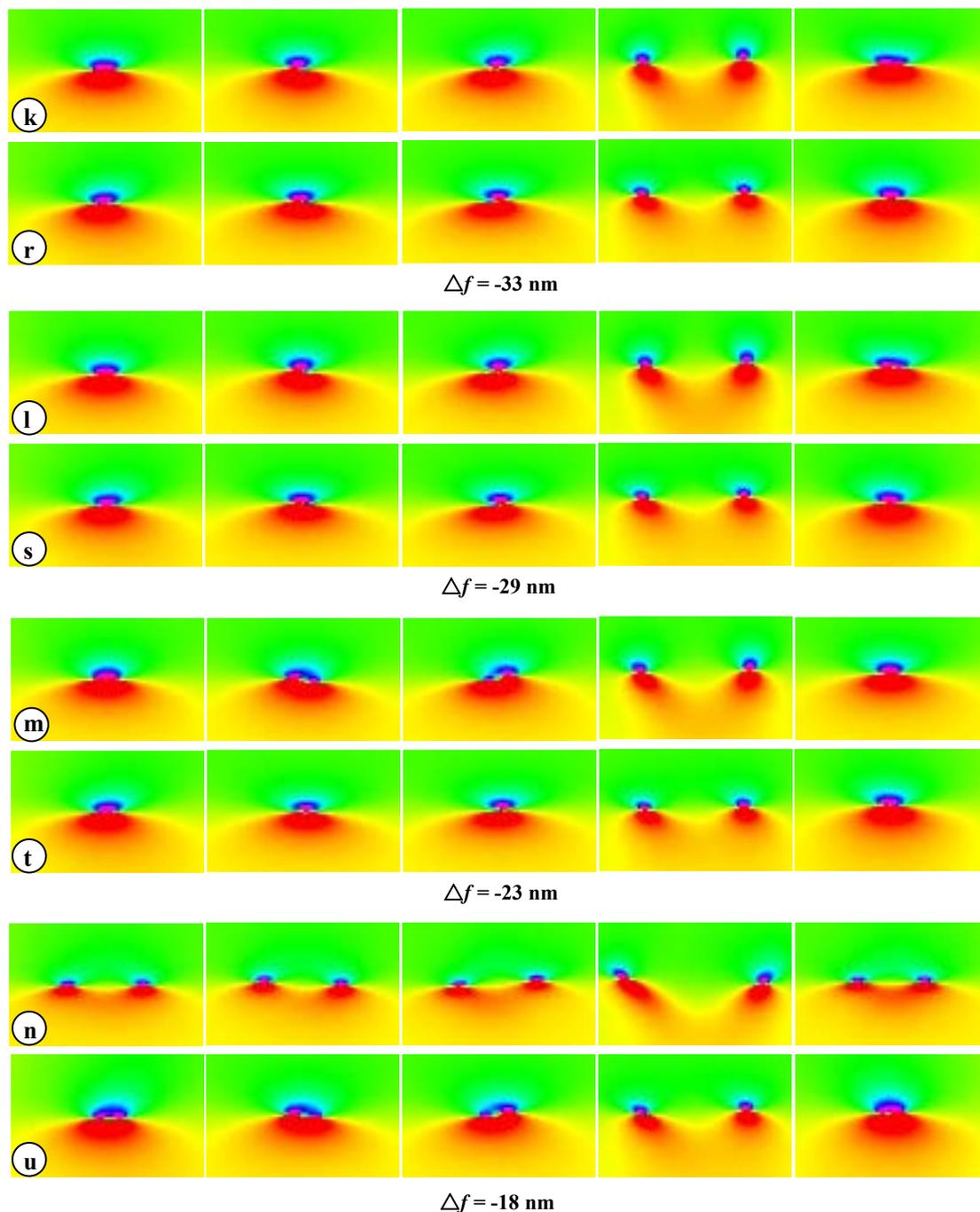


图 5.4 五个位错核心区域不同离焦量下的[(h)~(n)]模拟像和[(o)~(u)]解卷像测得的应变图 $\epsilon_{xx}$ 。

### 5.3.3 样品厚度对应变分布的影响

为了研究样品厚度对位错核心应变分布的影响，计算了不同样品厚度下离焦量分别为-41 nm 和-29 nm 的界面模拟像，同时对样品厚度为 2 nm 时的模拟像进行解卷处理获得相应的解卷像，如图 5.5 所示，通过 GPA 方法测量了模拟像和

解卷像的应变，获得的图 5.3 中位错核心区域 (a、b、c、d、e) 的应变图  $\epsilon_{xx}$ ，如图 5.6 所示。图 5.5 的最上端同时给出了该区域的投影势。

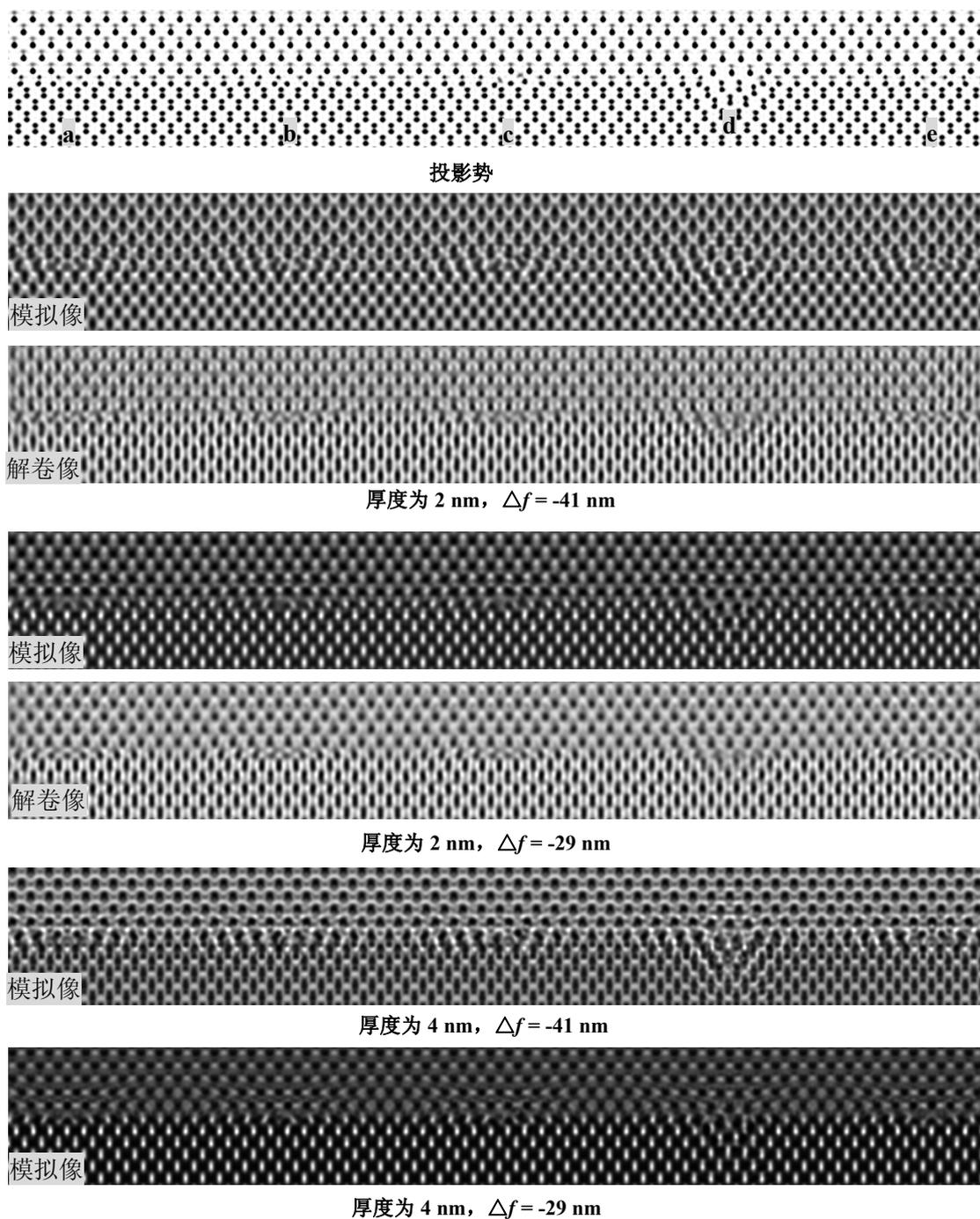


图 5.5 不同厚度和离焦量下的模拟像和与之应的解卷像。最上端给出了相应的投影势图。

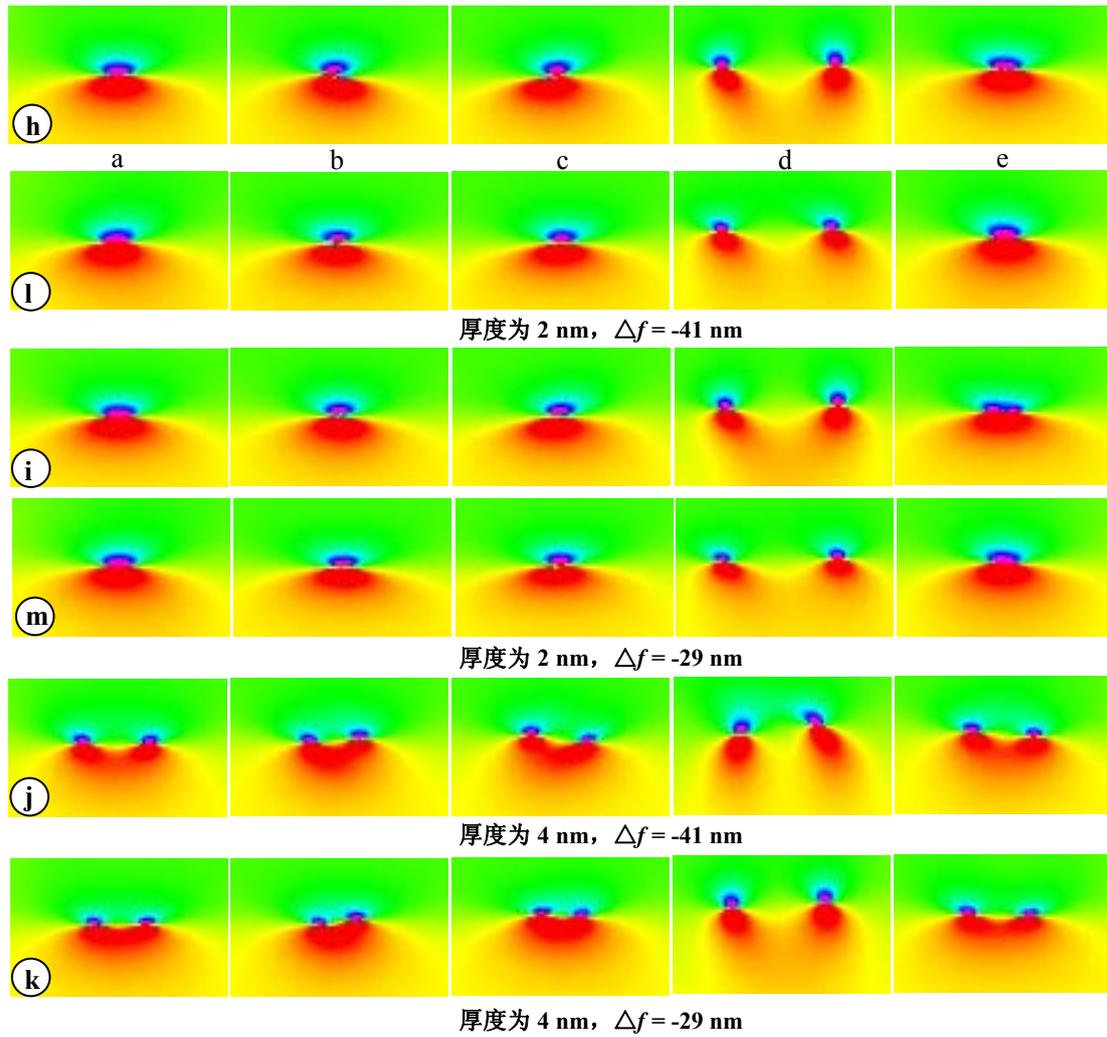
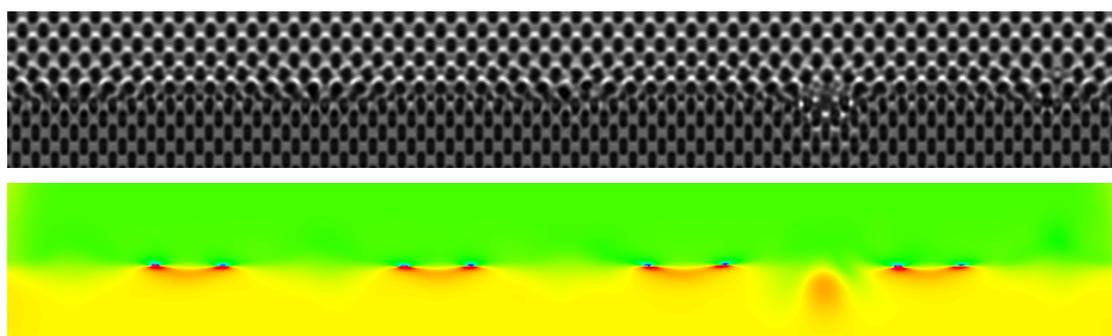


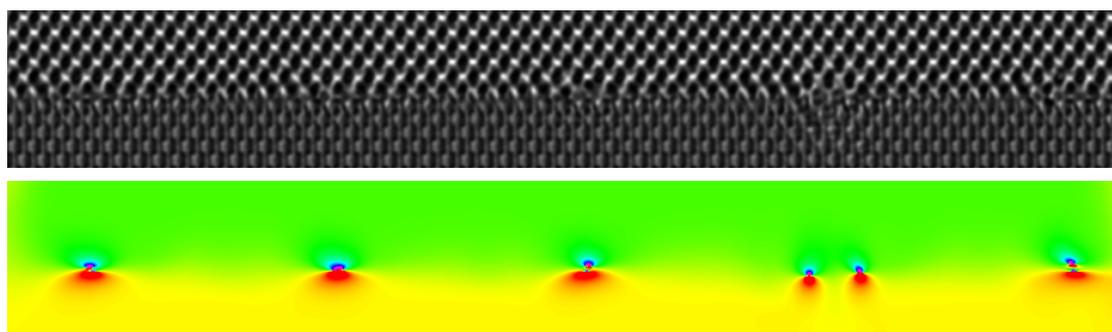
图 5.6 五个位错核心区域不同样品厚度和离焦量下的[(h)~(k)]模拟像和[(l)、(m)]解卷像测得的应变图 $\epsilon_{xx}$ 。

### 5.3.4 样品倾斜对应变分布的影响

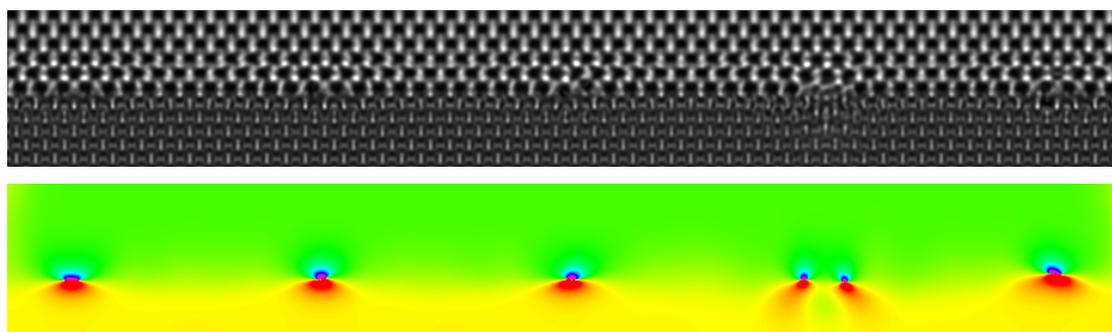
为了研究样品倾斜对位错核心应变分布的影响,计算了当样品厚度为 8 nm, 样品倾斜 9.5 mrad 时,离焦量分别为-38 nm、-29 nm 和-23 nm 的界面模拟像。通过 GPA 方法测量了模拟像的应变,获得的图 5.3 中位错核心区域(a、b、c、d、e)的应变图 $\epsilon_{xx}$ ,如图 5.7 所示。



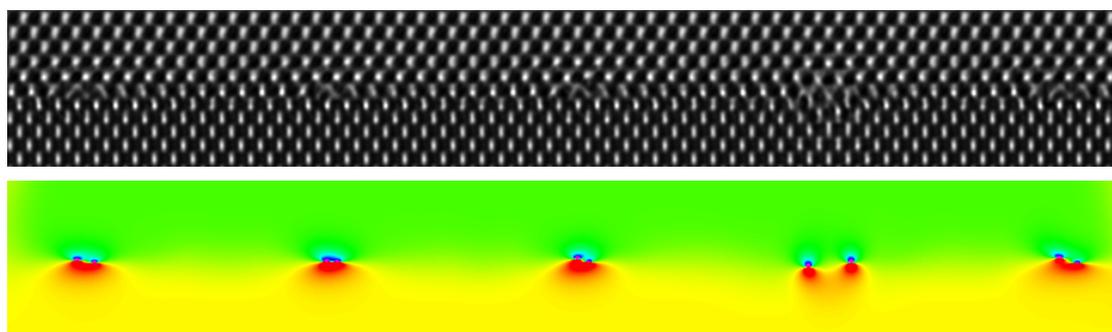
(h) 未倾斜



(k) 倾斜后  
 $\Delta f = -38 \text{ nm}$



(i) 未倾斜



(l) 倾斜后  
 $\Delta f = -29 \text{ nm}$

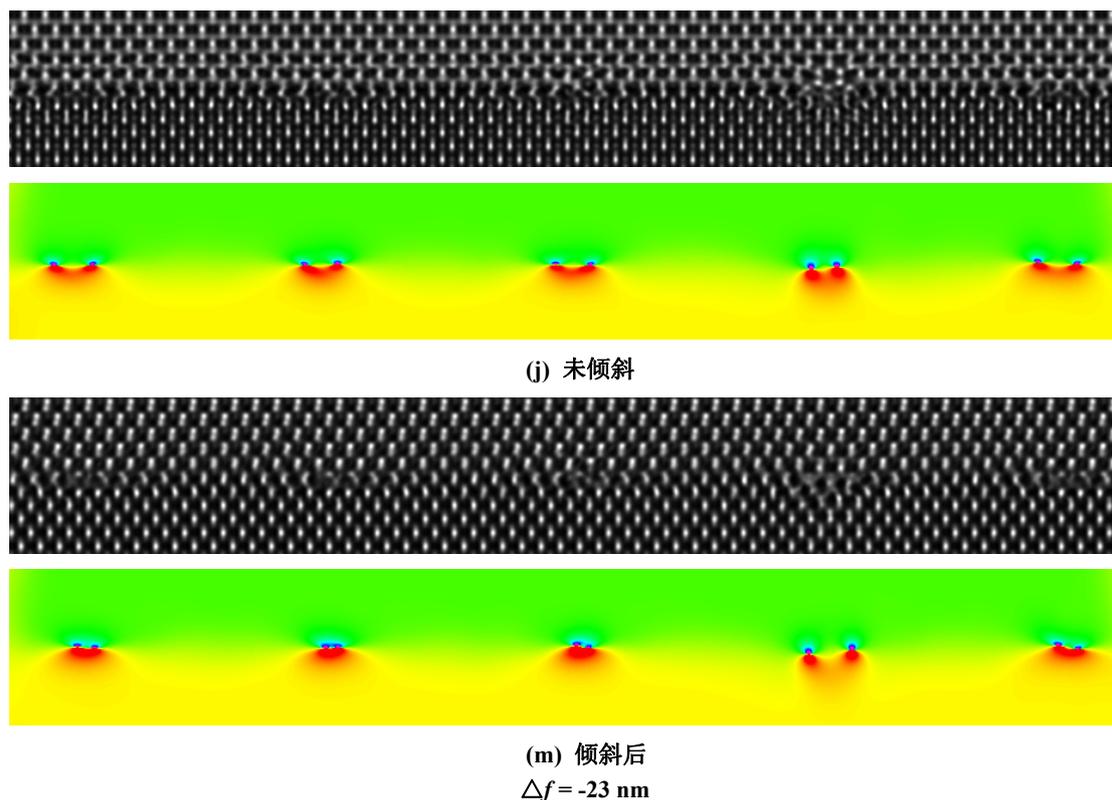


图 5.7 五个位错核心区域当样品未倾斜时不同离焦量的模拟像和测得的应变图  $\epsilon_{xx}$  [(h)~(j)] 以及样品倾斜 9.5 mrad 后不同离焦量的模拟像和测得的应变图  $\epsilon_{xx}$  [(k)~(m)]。

综合对图 5.4-5.7 的分析，得到如下一些结论：(a) GPA 方法测量的应变图上位错核心区域的应变分布在一定条件下反映了位错核心的结构。图 5.4 中投影势的应变图即反映了失配位错核心 (a、b、c 和 d) 结构的差异。这些位错核心结构的差异将导致晶格条纹的位移，从图 5.3 模型中的 a、b、c 和 d 看出，从而在应变图上予以反映。而对于化学成分的差异 (位错核心 e)，由于模型中没有考虑化学成分变化将可能导致的晶格位移，所以在应变图上未反映出差异 (与参照的位错核心 a 相比)。但是，原则上如果化学成分的变化导致了较大的晶格条纹的位移，应变图上就应该表现出不同；(b) 尽管某些离焦量下模拟像不直接对应位错结构，但只要晶格条纹未发生位移，则应变图上位错核心区域的应变分布仍反映了位错核心的结构。但当离焦量的变化 (或者样品倾斜) 导致晶格条纹发生位移时则应变图不再反映位错核心的结构，所以直接用高分辨实验像作 GPA 测量时，要获得能反映位错核心结构的应变图，应选择 Scherzer 欠焦附近所成像测量应变，以保证高分辨像反映晶体结构，以便判断晶格条纹的位移情况。这与如前所述文献[116, 119]提到的适合应变测量的高分辨像的最佳离焦量  $\Delta f_{\text{optimal}}$  相

区别，它针对的是整个界面上的应变分布（未考虑位错核心区域）。此外，当厚度不大时，两个离焦量下应变测量的精度相近<sup>[119]</sup>。解卷处理的作用是使得任意离焦量下的单张高分辨像反映晶体结构，尽管解卷处理过程中晶格条纹可能会引入很小的位移，但解卷像应比高分辨像更适合于 GPA 测量应变。当样品厚度的增加使得动力学散射效应过强时，将导致大多数离焦量下晶格条纹发生位移（除图 5.6 给出的情况外，还测量了模拟条件为样品厚度 6 nm， $\Delta f = -29$  和  $-41$  nm，以及样品厚度 8 nm， $\Delta f = -18$ 、 $-23$ 、 $-29$ 、 $-33$ 、 $-38$ 、 $-41$  和  $-43$  nm 时位错核心区域的应变图，只有样品厚度为 8 nm， $\Delta f = -29$  nm 时的应变图反映位错核心结构），从而获得的应变图不再反映位错核心的结构，经验发现该厚度与赝弱相位物体近似的临界厚度大致相同。

#### 5.4 本章小结

通过 GPA 方法对 AlSb/GaAs 界面区域的应变场分析发现，AlSb 层在远离界面数个纳米的区域才完全弛豫，通过 GPA 方法测得的晶格失配度在 8% 附近变化，在界面附近完全弛豫的 AlSb 薄膜与未应变的衬底之间的过渡层的厚度约为 4.2 nm。通过模拟像的 GPA 分析研究了影响失配位错核心应变分布的因素。位错核心区域的应变分布在一定条件下反映了位错核心的结构，当离焦量的变化、样品倾斜以及样品厚度的增大导致晶格条纹发生位移时则应变分布图不再反映位错核心的结构。

---

## 第六章 大失配 3C-SiC/Si 界面缺陷结构及应变弛豫机制的探讨

### 6.1 引言

在成熟的衬底材料Si上外延生长的3C-SiC薄膜，弥补了3C-SiC单晶体生长的困难<sup>[123, 124]</sup>。3C-SiC薄膜具有优良的电学、热学和机械性能，在高温、高频、大功率光电器件和微/纳米机电系统(M/NEMS)方面具有优越的应用前景<sup>[125, 126]</sup>。此外，它可用作立方相III-V族氮化物外延较好的衬底材料<sup>[127]</sup>。但由于3C-SiC与Si之间存在严重的晶格失配（~20%），以及较大的热力学膨胀系数（8%），3C-SiC/Si界面附近存在大量的缺陷，如失配位错、堆垛层错（stacking faults，简称为SFs）和微孪晶等。这些缺陷对基于3C-SiC的器件性能产生严重的不利影响<sup>[128]</sup>。如果直接在Si衬底上生长3C-SiC薄膜，两者较大的失配会恶化外延关系。因此，人们不断研究技术上易行的生长方法。Nishino等人在生长3C-SiC薄膜之前只引入C源，先将Si衬底碳化形成一层3C-SiC缓冲层，然后同时通入Si源和C源生长3C-SiC薄膜以减少失配产生的缺陷<sup>[129]</sup>。此后，外延生长较厚的3C-SiC薄膜常采用此两步法生长在碳化的Si衬底上（采用的源和碳化方法可不同）进行化学气相沉积（CVD）。

“<110> shrinkage model”曾用以解释MBE生长的3C-SiC/Si(001)界面的形成机制<sup>[130, 131]</sup>。它主要解释了薄膜生长前Si(001)表面预碳化过程中界面的形成。此外，该模型中的碳化过程被简单地认为是在Si(001)表面形成了一层按照5:4的SiC与Si的晶格比（~20%的晶格失配）匹配的3C-SiC外延层（而非缓冲层）<sup>[130]</sup>。然而，碳化过程一般不是简单的外延，它通过Si和C原子的相互扩散，在几个原子层的深度发生强化学反应而形成粗糙的3C-SiC/Si界面<sup>[132, 133]</sup>。因此，该模型不能用于解释在碳化的Si衬底上外延较厚的3C-SiC薄膜的实际界面结构。之后，对3C-SiC/Si(001)界面的理论计算结果认为，最有效的应变弛豫方式为通过刃型失配位错阵列钉扎于界面予以实现；其次，根据计算的结构能，C欠化学计量比的90°位错重构结构可能是最稳定的位错结构<sup>[106, 134]</sup>。然而，该90°位错核心结构模型与之前对3C-SiC/Si(001)界面（超音速喷射外延形成）通过扫描透射电镜

(STEM) 实验观察得到的符合化学计量比的结构模型不同<sup>[135]</sup>。对此90°位错核心结构的进一步讨论将在本章的6.4.2节中展开。此外, 3C-SiC晶体属于闪锌矿结构, 通常, 为了降低位错能, 闪锌矿结构中可能存在的60°glide型位错会进一步分解为一个30°不全位错和一个90°不全位错, 两个不全位错之间夹着堆垛层错。由于3C-SiC中形成层错的能量很低(如本征层错的形成能为-3.4 mJ/m<sup>2</sup>)<sup>[136]</sup>, 而堆垛层错常常产生于大失配界面, 因此, 3C-SiC/Si中60°失配位错的分解应更易于发生。所以, 对3C-SiC/Si界面应变弛豫机制进一步的研究中应讨论层错终端的不全位错的影响<sup>[137, 138]</sup>。

为使位错形成成为可能, 由几何组态和材料参数所表示的最基本条件必须被该材料系统满足。一旦系统的参数超过满足这些基本条件的最小值, 位错就开始形成, 扩展并交互作用, 所有这些行为通常被称为应变弛豫<sup>[139]</sup>。从而, 位错性质的掌握对于阐明应变弛豫机制非常关键<sup>[140]</sup>。高分辨透射电镜是研究界面上各种缺陷结构性质的有力工具, 因为它能直接观察到界面上或经过界面的晶面的位移或原子的局域结构。在本章中利用200 kV高分辨透射电镜并结合高分辨像的解卷处理对在Si(001)衬底上生长的3C-SiC薄膜界面结构特别是界面上的缺陷进行了研究。在原子水平恢复出界面上不同位错等的核心结构。进而利用界面缺陷结构的研究结果从微观结构层面(相对于微观拉曼光谱法<sup>[141]</sup>)探讨了3C-SiC/Si(001)界面的应变弛豫机制。其结果对研究其它具有较大晶格失配的半导体异质外延结构也具有参考价值。

## 6.2 实验

3C-SiC薄膜样品采用大气压化学气相沉积(APCVD)法经两步生长而成。硅烷(SiH<sub>4</sub>)和丙烷(C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>)分别为提供Si和C的原料。先将Si(001)衬底在1300°C下置于丙烷中保持一段时间进行碳化形成一薄层3C-SiC缓冲层, 然后在此缓冲层上开始外延生长3C-SiC薄膜。生长得到的3C-SiC薄膜约4.5 μm厚。测得的薄膜外延关系为(001)<sub>SiC</sub> // (001)<sub>Si</sub> 和 [111]<sub>SiC</sub> // [111]<sub>Si</sub><sup>[142]</sup>。用于高分辨电镜观察的<110>截面样品是经传统的机械研磨、抛光, 使用离子减薄仪减薄制备而成。高分辨像用JEM-2010 LaB<sub>6</sub>高分辨透射电镜拍摄, 其电子光学参数为: 加速电压200 kV, 球差系数0.5 mm, 点分辨本领约为0.194 nm。

## 6.3 3C-SiC/Si 界面高分辨像

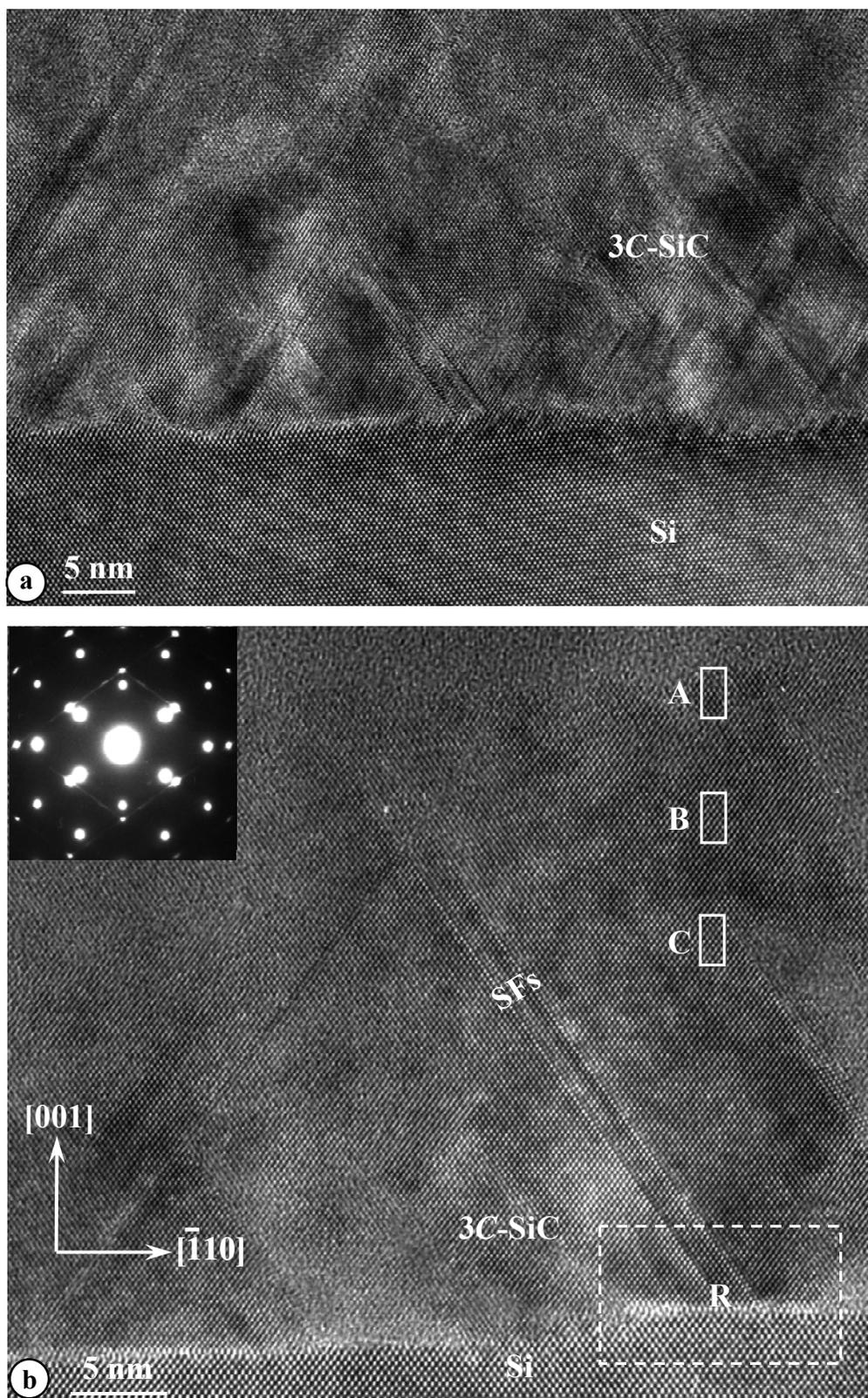


图 6.1 生长在 Si 衬底上的 3C-SiC[110]高分辨像。(a)显示出 3C-SiC 薄膜特别是界面附近存在大量的面缺陷,在(b)的上部晶格完整区选取三个矩形框 A、B 和 C 区域,下部选取矩形框 R 区域包含界面和堆垛层错,插入的是对应于界面区域的选区电子衍射图。

图 6.1 是生长在 Si 衬底上的 3C-SiC[110] 高分辨像。图 6.1(a) 中清晰的显示出 3C-SiC 薄膜特别是界面附近存在大量的面缺陷，突变型 (abrupt) 的 3C-SiC/Si 界面伴随着不规则的原子面台阶。大量 {111} 面上的堆垛层错或微孪晶产生于界面。图 6.1(b) 是另一张  $\langle 110 \rangle$  实验高分辨像。上部是晶格完整区，下部是 3C-SiC/Si 界面，界面上观察发现存在失配位错。左上角插入的是对应于 3C-SiC/Si 界面区域的选区电子衍射图，它由两套 [011] 衍射点构成。同样当薄膜较薄时，假设衬底没有发生变形<sup>[115]</sup>，利用衬底 Si 的衍射点作为参考点，两套衍射点中相应衍射点的距离以确定实际 3C-SiC 薄膜的晶格常数。由于  $a_{\text{Si}} = 0.543 \text{ nm}$ ，从而确定出 3C-SiC 薄膜的晶格常数为  $0.439 \text{ nm}$ 。它与 3C-SiC 完整晶体的晶格常数  $0.436 \text{ nm}$  基本一致，表明 3C-SiC 薄膜已经完全弛豫。矩形框 A、B、C 标出图 6.1(b) 中高分辨像的三个晶格完整区，厚度从顶端边缘薄区向下端逐渐增加。矩形框 R 包含 3C-SiC 薄膜与 Si 衬底的界面和一部分堆垛层错。如第三章所述，图 6.1 由于受 CTF 的调制并不直接反映结构，此外由于电镜点分辨本领的不足，无法直接从图 6.1 确定界面缺陷的核心结构，因此将对图 6.1 高分辨像进行解卷处理。

## 6.4 确定失配位错核心结构

### 6.4.1 界面结构和缺陷

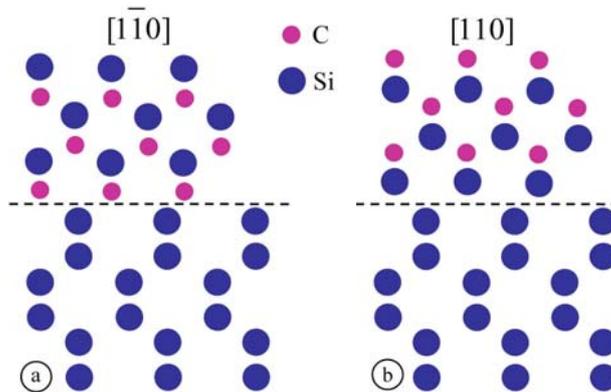


图 6.2 3C-SiC/Si 界面(a)沿  $[1\bar{1}0]$  和(b)沿  $[110]$  方向的投影结构模型。

沿  $\langle 110 \rangle$  晶向观察时，3C-SiC/Si(001) 界面，由于闪锌矿结构具有非中心对称性，互相垂直的两个方向  $[1\bar{1}0]$ 、 $[110]$  并不等价，表现为两种不同的界面结构<sup>[134]</sup>，如图 6.2 所示。沿  $[1\bar{1}0]$  方向投影时，记作界面 A，SiC 中的 C 原子位于“哑铃”对

的下部, 如图 6.2(a)所示; 相同界面结构沿[110]方向投影时, 记作界面 B, SiC 中的 C 原子位于“哑铃”对的上部, 如图 6.2(b)所示。为了研究失配位错核心结构, 首先需要确定 3C-SiC/Si 界面结构。尽管对于闪锌矿结构晶体界面结构的判断提出了多种方法<sup>[104, 143-145]</sup>, 但由于 3C-SiC/Si 界面附近高密度的缺陷<sup>[144]</sup>或者方法本身的局限性<sup>[146]</sup>限制了这些方法的应用。如第三章所述, 根据赝弱相位物体近似的像衬理论, 当样品厚度在临界厚度以下时, 解卷像的像衬度直接反应赝投影势的大小。随着样品厚度增加, 较轻的碳原子柱像衬度上升速度比较重的硅原子柱快, 最终碳原子柱衬度可能大于硅原子柱衬度<sup>[72]</sup>。

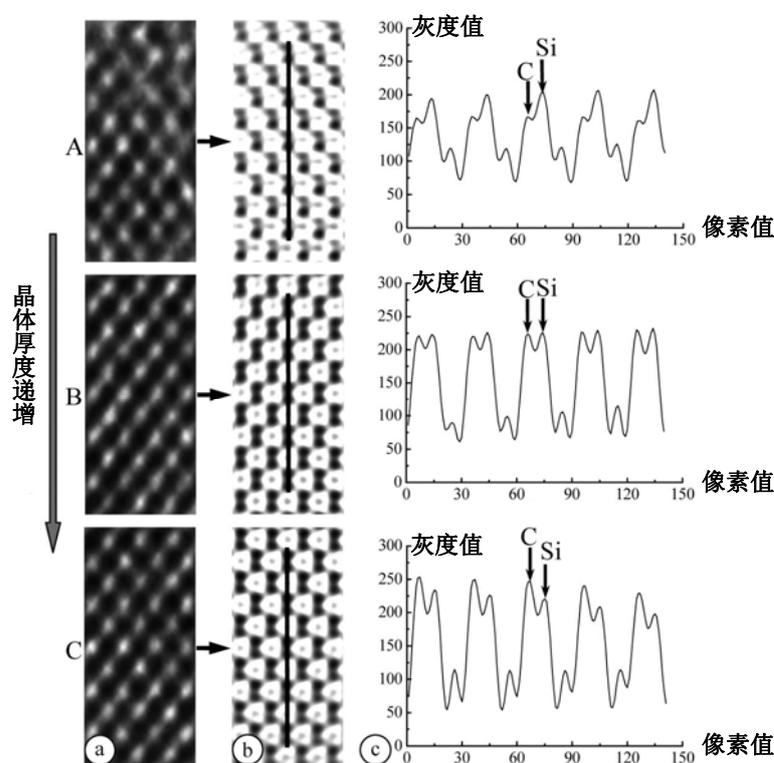


图 6.3 (a)对应于图 6.1(b)中矩形框 A、B、C 区域的放大像; (b)对应于(a)的解卷像; (c)对应于(b)中三条线段上原子衬度的灰度值曲线图。

在图 6.1(b)中晶格完整区选取的晶体厚度递增的三个矩形框 A、B、C 区域, 其放大像如图 6.3(a)所示。其对应的衍射振幅校正后的解卷像, 如图 6.3(b)所示。其中 SiC 原子对的衬度明显提高, 呈现出清晰的“哑铃”状。为了区分这两种原子, 测量了图 6.3(b)中三条线段上“哑铃”状原子对的灰度值, 测得的灰度值曲线分别示于图 6.3(c)中。根据“哑铃”状原子对中 C 和 Si 原子的衬度随晶体厚度的变化, 可以判断解卷像中“哑铃”对的上部为 C 原子, 下部为 Si 原子。据此判断

3C-SiC/Si(001)界面结构类型应为沿[110]方向投影的界面 B。此外根据 002 暗场像<sup>[131]</sup>排除了矩形框 R 所含界面与矩形框 C 之间存在反相畴界，所以该界面附近的 C 和 Si 原子在“哑铃”对中的相对位置应与上述晶格完整区相同。

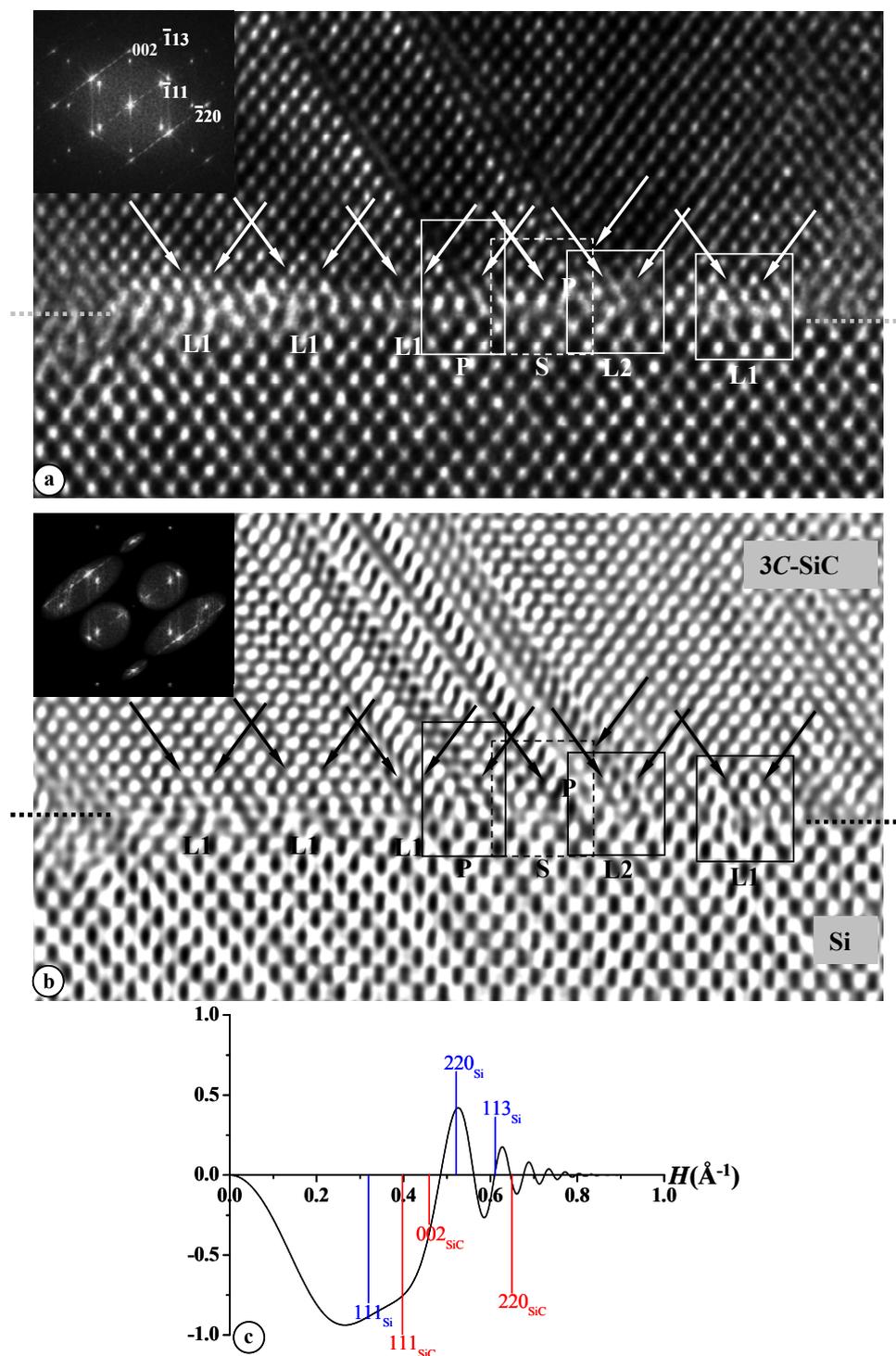
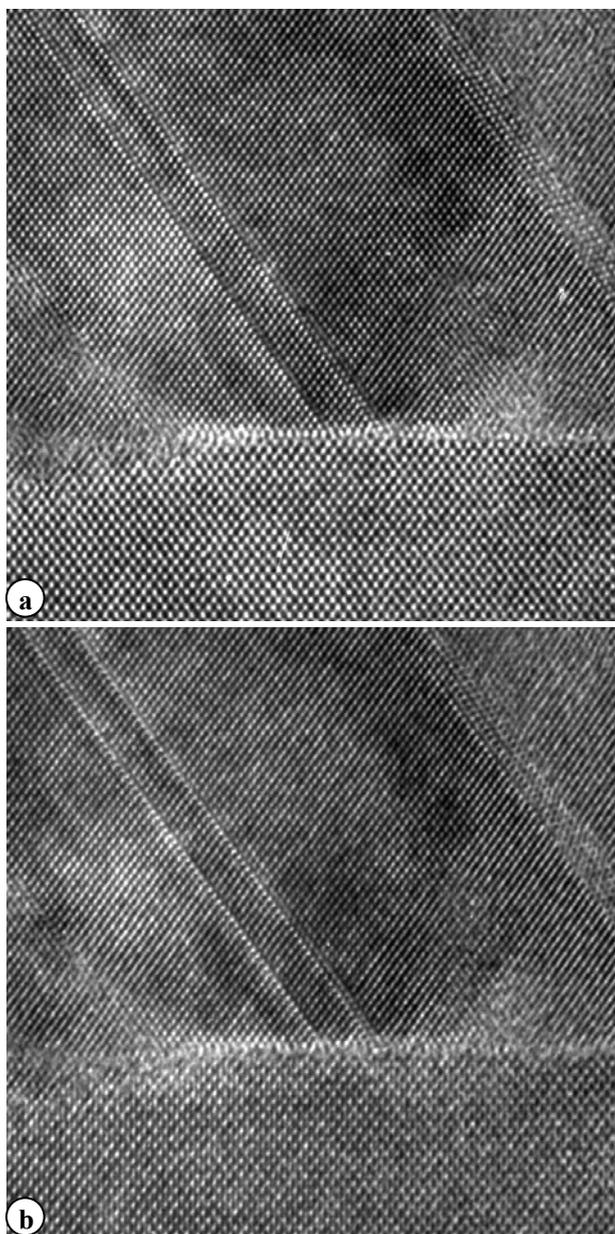


图 6.4 (a) 图 6.1(b)中矩形框 R 区域的放大像，位错分别标记为 L1、L2、S 和 P，并用矩形框标记四类位错核心作结构分析。左上角插入像的衍射图；(b)对应于(a)的解卷像，左上角插入傅里叶滤波和扣除 CTF 调制后的衍射图，衍射斑周围的白色阴影显示出滤波窗口；(c) 离焦量为-37 nm 时的 CTF 曲线，铅垂线段表示独立衍射束位置。

图 6.4(a)为图 6.1(b)中矩形框 R 区域的放大像，左上角插入像的衍射图，衍射图中信息极限内 SiC 和 Si 的衍射束清晰可见，这说明不存在由于衍射束落在 CTF 曲线零截点附近造成的信息丢失，高分辨像适合解卷处理。此外，衍射图中可以观察到失配位错造成的衍射斑成圆盘状弥散，堆垛层错和失配界面造成的衍射斑成线条状拉长。选择图 6.1(b)中对应像区直径约为 23 nm 的圆形区域，将 R 区包含的界面缺陷置于区域的中心。通过傅里叶滤波和扣除 CTF 的调制后得到解卷衍射图如图 6.4(b)中的插图所示，其中，滤波窗口依据衍射点的形状选用了三个不同大小的椭圆窗口和一个圆形窗口，既考虑了包含全部的衍射信息，又避免了相邻窗口的重叠。通过对解卷衍射图的反傅里叶变换即获得相应的解卷像，离焦量为-37 nm，如图 6.4(b)所示。离焦量值通过第三章所述的尝试法获得。



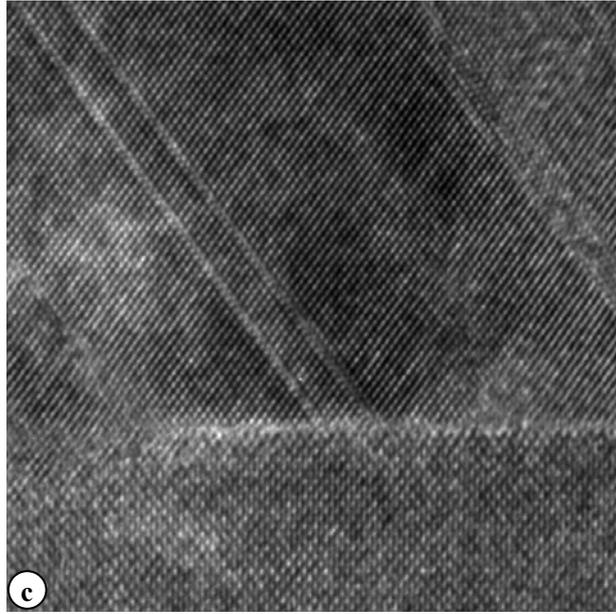


图 6.5 系列离焦高分辨实验像，从(a)到(c)离焦量向欠焦一侧逐渐增大。

首先，从拍摄的一系列实验像中选出 3 幅，如图 6.5 所示。以晶体试样边缘非晶区衬度最低时的像作为参考，估计这 3 幅实验像的离焦量  $\Delta f_1$ 、 $\Delta f_2$ 、 $\Delta f_3$  依次为 -45 nm、-95 nm 和 -145 nm，然后对每幅像以 0.5 nm 为步长设置一系列尝试离焦量（第 1 幅像的值在  $\Delta f_1 \pm 40$  nm 之间，即 -5 nm ~ -85 nm，其余类推）进行解卷处理，得到 3 组系列尝试离焦量的解卷像，从中挑出一幅最佳的解卷像（离焦量为 -37 nm），此像的完整区中全部原子均显示为黑点，并且较为清楚地分辨出“哑铃”结构。SiC 和 Si 的原子没有分开，拉长的黑柱代表一个 SiC 或 Si 原子对，由于界面不能进行衍射振幅校正，解卷像上晶格完整区的 SiC 没有图 6.3(b) 中区分得好。图 6.4(b) 解卷像中界面上清楚观察到多个失配位错。额外的  $(\bar{1}11)$  和  $(1\bar{1}1)$  半原子面用箭头标示。界面边界由两条点线段标出。图 6.4(c) 给出了离焦量  $\Delta f = -37$  nm 时对应的 CTF 曲线，计算的参数为  $U = 200$  kV,  $C_s = 0.5$  mm,  $D = 6$  nm。用线段分别标出解卷包含的 SiC 和 Si 的  $111_{\text{SiC}}$ 、 $111_{\text{Si}}$ 、 $002_{\text{SiC}}$ 、 $220_{\text{SiC}}$ 、 $220_{\text{Si}}$ 、 $113_{\text{Si}}$  独立衍射束的位置，线段长度表示各衍射束相对  $111_{\text{SiC}}$  衍射结构因子振幅大小。各衍射束均未落在 CTF 曲线零截点附近。

通过对解卷像上失配位错的分析，确定在界面上存在四类位错。通过 Burger 回路确定出标记为 L1 和 L2 的位错为  $90^\circ$  位错，S 为  $60^\circ$  位错，P 为  $90^\circ$  不全位错<sup>[65]</sup>。它们符合闪锌矿结构晶体中该位错类型具有的结构特点<sup>[147]</sup>，如表 6.1 所示。

同时，堆垛层错确定为本征层错（从完整堆垛顺序中抽去了一 SiC 双层），终端为界面上的  $90^\circ$  不全位错。尽管任意温度下  $5a_{\text{SiC}} > 4a_{\text{Si}}$ ，除碳化温度低于  $1050^\circ\text{C}$  时<sup>[148]</sup>，在 Si(001) 衬底上 CVD 方法生长的 3C-SiC 薄膜一般受到张应变（tensile strain）。本工作中生长的碳化温度为  $1300^\circ\text{C}$ ，所以 3C-SiC 薄膜样品应受到张应变。根据文献[149]报道，对于生长在 Si(001) 衬底上的 3C-SiC 张应变型薄膜层， $90^\circ$  不全位错趋向于靠近界面， $30^\circ$  不全位错趋向于位于远离界面的薄膜中。本工作结果与此符合，此外，3C-SiC 薄膜中的  $30^\circ$  不全位错已在文献[72]中予以证实。

表 6.1. 闪锌矿结构晶体中位错具有的基本结构特点<sup>[147]</sup>

位错类型	额外插入的晶面
$90^\circ$ Lomer 位错	一对平行 $\{110\}$ ，一对非平行 $\{111\}$
$60^\circ$ 全位错	$\{110\}$ ， $\{111\}$ ， $\{001\}$
$90^\circ$ 不全位错	$\{001\}$
$30^\circ$ 不全位错	$\{111\}$

#### 6.4.2 $90^\circ$ Lomer 位错类型和位错核心结构

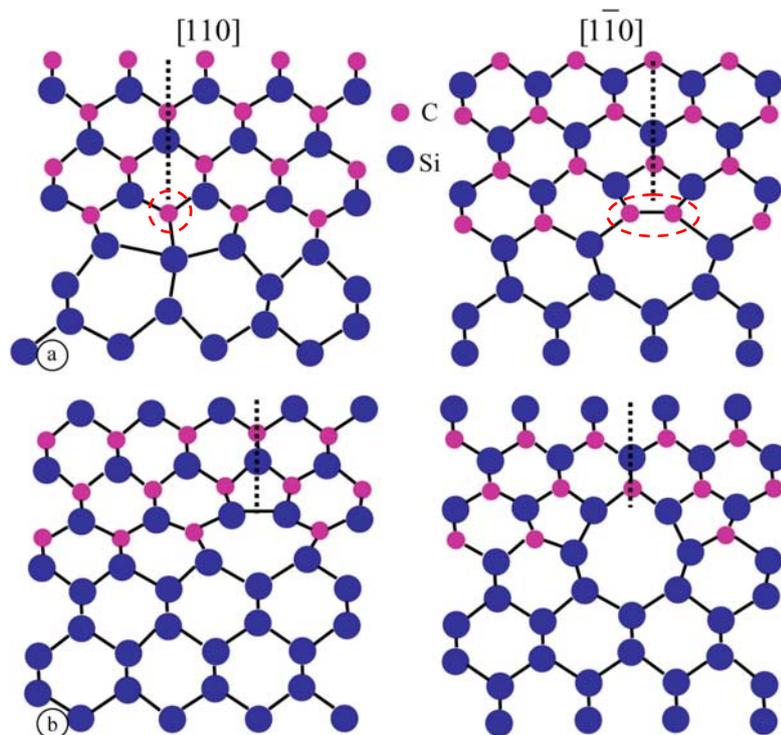


图 6.6 3C-SiC/Si (001) 界面可能存在的两种 Lomer 位错沿  $[110]$  方向（左侧）和  $[\bar{1}\bar{1}0]$  方向（右侧）的投影结构模型(a)S1a 结构，(b)CSS 结构<sup>[134]</sup>。

Pizzagalli 等对 3C-SiC/Si (001) 界面位错的理论计算结果表明<sup>[134]</sup>, 界面只存在两种稳定的 Lomer 位错结构模型, 分别被命名为 S1a 和 CSS, 如图 6.6 所示, 且如 6.4.1 节所叙沿 $[110]$ 和 $[\bar{1}\bar{1}0]$ 投影具有不同的结构特点。S1a 型 Lomer 位错结构符合化学计量比, 而 CSS 型 Lomer 位错结构为 C 欠化学计量比。他们进一步计算后发现由于 CSS 结构中不含有悬挂键, 且绝大多数原子实现了完全配位, CSS 结构的 Lomer 位错具有更低的能量, 从而认为在 3C-SiC/Si (001)界面上, Lomer 位错最可能以 CSS 结构存在。然而, C. Long 等通过对 3C-SiC/Si (001)界面的 STEM 实验观察提出的 Lomer 位错模型却与 S1a 结构符合<sup>[135]</sup>。因此, 对图 6.1 中 3C-SiC/Si (001) 界面的 Lomer 位错核心结构, 还需要进一步论证。

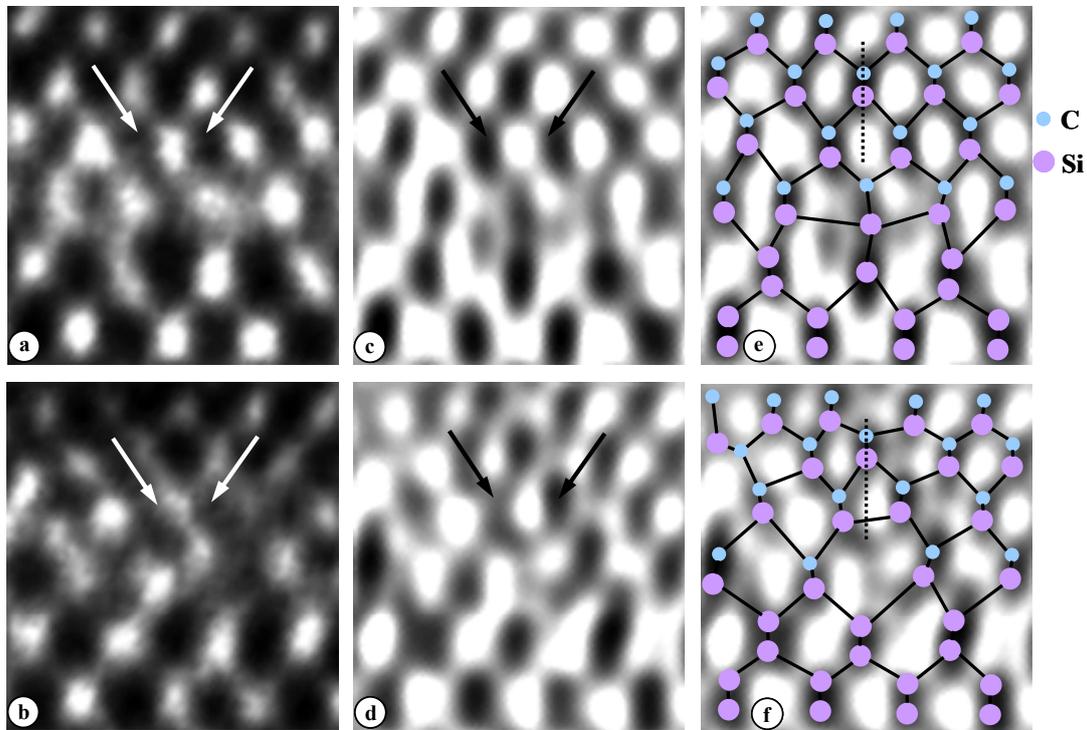


图 6.7 (a)和(b)分别为图 6.4(a)中 L1 和 L2 区域的放大像; (c)和(d)分别为对应的解卷像; (e)和(f)对应的结构模型叠加于解卷像上。

由于 3C-SiC 与 Si 之间存在约 20%的晶格失配, 在图 6.4(b)中 3C-SiC 原子柱之间的水平距离与 Si 的显著不同, 于是, 在解卷像图 6.4(b)中分别测量界面附近原子柱之间的距离可确定 3C-SiC/Si (001)界面边界的位置, 用两条点线段标示。结合上节已确定 SiC 中的 C 原子位于“哑铃”对的上部 (界面 B), 确定解卷像上存在两种不同类型的 Lomer 位错结构, 分别为图 6.4 中标示的 L1 和 L2。图

6.7(a)和(b)为图 6.4(a)中分别包含 Lomer 位错 L1 和 L2 区域的放大像。对应的解卷像分别示于图 6.7(c)和(d)。把根据解卷像搭建的位错核心结构模型叠加于解卷像上,如图 6.7(e)和(f)所示。两类位错结构模型分别与沿[110]方向投影的 S1a 和 CSS 结构相符。综上所述,本文中 APCVD 法外延的 3C-SiC/Si(001)界面上存在的 Lomer 失配位错核心具有两种结构类型,分别为 S1a 和 CSS 结构。

尽管在[110]投影结构中 Lomer 位错核心的重构结构(CSS 结构,见图 6.6(b)左)可以通过符合化学计量比的未重构结构(S1a 结构,见图 6.6(a)左),移去位错核心的一个 C 原子串(在圆内),或在 $[\bar{1}\bar{1}0]$ 投影结构中,去掉位错核心的一对 C 原子串(在椭圆内)获得<sup>[134]</sup>,这两种结构间的转变在类金刚石结构中并不容易发生<sup>[102, 107, 150]</sup>。

### 6.4.3 60°位错类型和位错核心

闪锌矿结构的晶体中 60°位错可以按滑移面的不同分为两种,这两种 60°位错的半原子面分别终止于单个原子和原子对,前者称为 glide 型 60°位错,后者称为 shuffle 型 60°位错。此外,glide 型 60°位错较易分解为不全位错,而 shuffle 型 60°位错由于分解需要较高的能量一般不易分解<sup>[59]</sup>。在化合物 3C-SiC 中,glide 型 60°位错的核心又可能有两种情况,额外的{111}半原子面终止于 C 原子或 Si 原子,这两类 glide 型 60°位错在材料中具有显著不同的性质<sup>[151, 152]</sup>。

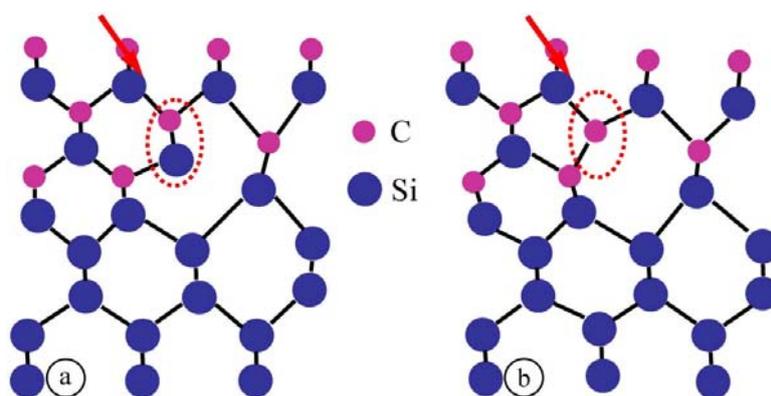


图 6.8 60°位错的[110]投影结构模型, (a)shuffle 型和(b)额外半原子面终止于 C 原子的 glide 型。

图 6.8 所示分别为 shuffle 型 60°位错和 glide 型 60°位错(额外的半原子面终端为 C 原子)的[110]投影结构模型<sup>[64]</sup>,其中半原子面终端的一对 C-Si 原子或一

个 C 原子在椭圆内。当不存在反相畴时在[110]投影方向不存在 glide 型  $60^\circ$  位错额外的半原子面终端为 Si 原子的结构。图 6.9(a)所示为图 6.4(a)中包含  $60^\circ$  位错的标记为 S 的区域的放大像。图 6.9(b)所示为对应的解卷像，额外的半原子面终端包含两个紧密连接的黑点（用椭圆标示）。通过与相邻的 SiC 和 Si 的“哑铃”对衬度比较，该  $60^\circ$  全位错的额外半原子面的终端可能为一个 C-Si 原子对。图 6.9(c)是根据解卷像搭建的位错核心的原子结构模型并叠加于解卷像上。尽管不能通过解卷像确定  $60^\circ$  位错的类型（glide 或 shuffle 型），但基于先前的讨论，即 shuffle 型  $60^\circ$  位错不易分解，该  $60^\circ$  位错很可能是 shuffle 型。

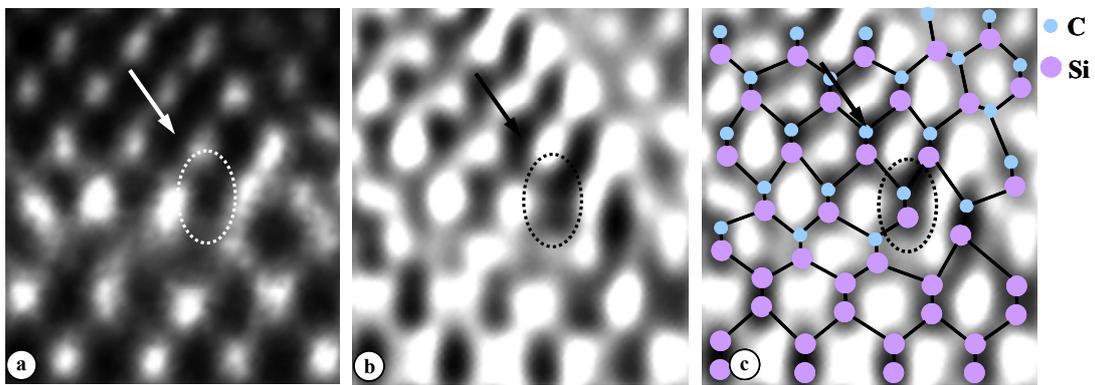


图 6.9 (a)图 6.4(a)中标记为 S 包含  $60^\circ$  位错区域的放大像；(b)对应的解卷像；(c)对应的结构模型叠加于解卷像上。额外的半原子面终端用椭圆标示。

#### 6.4.4 $90^\circ$ 不全位错类型和位错核心结构

如 6.4.1 节所述，对于在 Si(001)衬底上的 3C-SiC 张应变薄膜，glide 型  $60^\circ$  位错可以分解为两个不全位错，其中， $90^\circ$  不全位错趋向于靠近应变界面， $30^\circ$  不全位错趋向于位于薄膜中<sup>[149]</sup>。文献[72]已借助解卷像证实了 glide 型  $30^\circ$  不全位错位于 3C-SiC 薄膜中，则 3C-SiC/Si 界面上存在的  $90^\circ$  不全位错应为 glide 型。6.1 式列举  $60^\circ$  位错的分解形式<sup>[64]</sup>：

$$\begin{aligned}
 \text{glide} &\rightarrow \text{glide } A + \text{glide } B, \\
 \text{glide} &\rightarrow \text{shuffle } A + \text{shuffle } B, \\
 \text{shuffle} &\rightarrow \text{glide } A + \text{shuffle } B, \\
 \text{shuffle} &\rightarrow \text{shuffle } A + \text{glide } B.
 \end{aligned} \tag{6.1}$$

式中，箭头左边为  $60^\circ$  位错的类型，右边 A 和 B 代表不全位错。glide 型  $90^\circ$  不全

位错有两种结构<sup>[153]</sup>，即单周期（single-period, SP）和双周期（double-period, DP）重构结构。此外，其位错核心也可能终止于 Si 或 C 原子。图 6.10 给出了 3C-SiC/Si 界面 glide 型  $90^\circ$  不全位错可能的四种组合。对比图 6.10 椭圆标示的两种重构结构的核心区推断，DP 结构核心在高分辨像上应具有更大的宽度。图 6.11 所示为文献[154]报道的 Si 中 SP 和 DP 结构的 Scherzer 聚焦条件的模拟像（样品厚度 6.14 nm，加速电压 400 kV，球差系数 1.0 mm，点分辨本领约为 0.167 nm）。对比图 6.11 中两张像可以看出 DP 结构核心存在一个水平的额外“哑铃”状黑色原子柱，如图 6.11(b)中箭头所指，据此可以区分 SP 和 DP 核心结构。

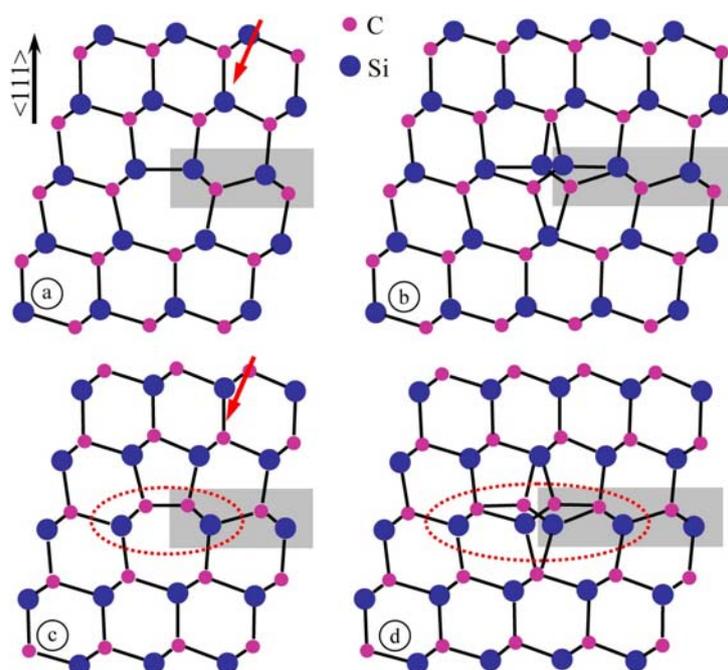


图 6.10 3C-SiC/Si 界面 glide 型  $90^\circ$  不全位错可能的四种组合<sup>[153]</sup>，(a)和(c)为 SP 结构位错核心分别终止于 Si 和 C 原子；(b)和(d)为 DP 结构位错核心分别终止于 Si 和 C 原子。矩形阴影表示伴随的本征层错。

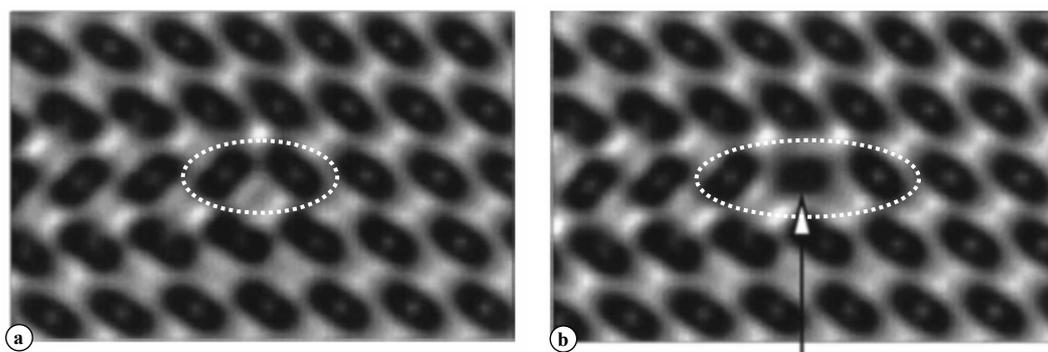


图 6.11 Si 中(a)SP 和(b)DP 重构结构的高分辨模拟像<sup>[154]</sup>。箭头所指为 DP 结构核心存在的一个额外“哑铃”状原子柱。

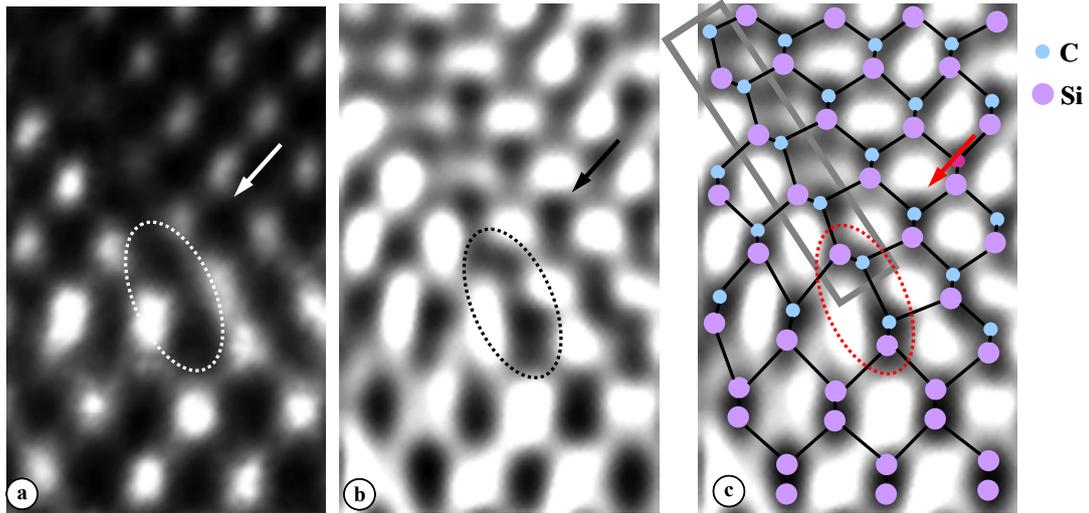


图 6.12 (a)与(b)分别为图 6.4(a)中标记为 P 的  $90^\circ$  不全位错的放大像和相应的解卷像；(c)为对应的结构模型叠加于解卷像上。矩形阴影框表示伴随的本征层错。

图 6.12(a)与(b)分别为图 6.4(a)中标记为 P 的  $90^\circ$  不全位错的放大像和相应的解卷像。由于图 6.1(b)中 R 区比晶格完整区 C 更远离样品非晶边缘，因此其厚度应该大于或至少与 C 区相近。按照赝弱相位物体近似像衬理论，“哑铃”对中 Si 原子的衬度应低于 C 原子的衬度，相应的它们的灰度值应如图 6.3(c)的最底部曲线所示。因此，图 6.12(b)中“哑铃”对衬度较弱一端为 Si 原子，较强的一端为 C 原子。进一步基于前面的分析，则可确定  $90^\circ$  不全位错核心以及它所伴随的本征层错的原子结构，根据解卷像搭建的相应的结构模型并叠加于解卷像上如图 6.12(c)所示。从而，确定了图 6.4(a)中标记为 P 的  $90^\circ$  不全位错核心结构为终止于 C 原子的 SP 结构。Ning 等人的研究表明<sup>[152]</sup>，在 3C-SiC 中如果  $60^\circ$  全位错分解为一个  $30^\circ$  不全位错和一个  $90^\circ$  不全位错，两个不全位错核心应终止于相同元素的原子，即它们全部终止于 Si 或 C 原子。结合文献[72]与本工作的结果均符合这一结论，即  $30^\circ$  和  $90^\circ$  不全位错都终止于 C 原子。

## 6.5 应变弛豫机制

6.4.2 节提到，Pizzagalli 等对 3C-SiC/Si(001)界面的理论研究表明 Lomer 失配位错（最可能为 CSS 结构）阵列钉扎在应变界面上是应变弛豫的最有效机制。在本工作中，基于界面缺陷核心结构的高分辨像研究，搭建了 3C-SiC/Si 界面结构的原子模型，如图 6.13(a)所示。并用模拟像（图 6.13(b)）验证结构模型的正确性。为此首先在图 6.4(a)被研究界面缺陷区的附近分别挑选一块 3C-SiC 和 Si

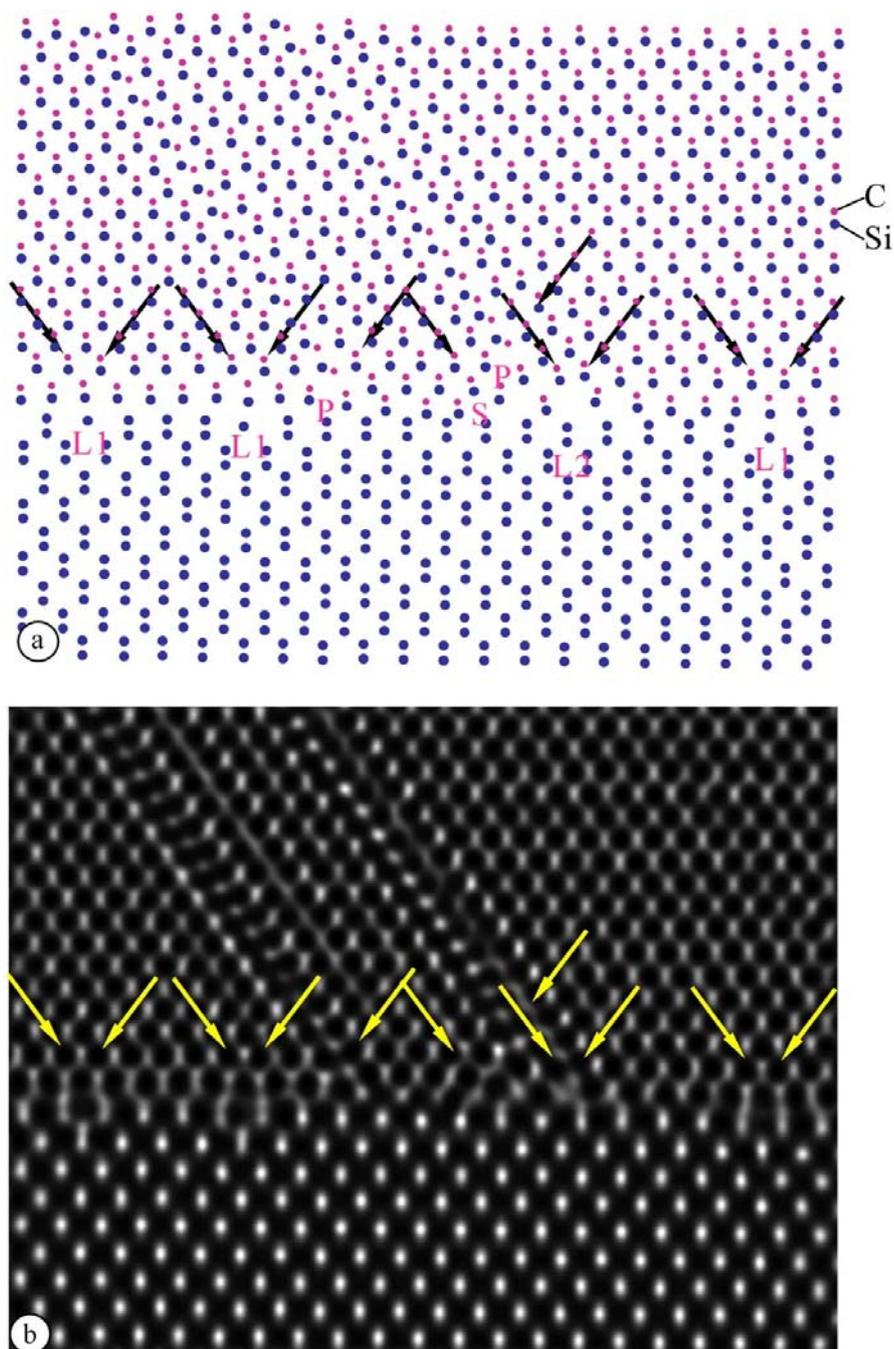


图 6.13 (a)3C-SiC/Si 界面结构的原子模型；(b)模拟像，离焦量-37 nm，厚度 5.54 nm。

的完整区，用多片法<sup>[17]</sup>（每片厚度为 0.308 nm）计算了不同  $t$  值（10~30 层，间隔 2 层）和不同  $\Delta f$ （-27~-167 nm，步长 5 nm）的系列像，与前面 6.4.1 节三幅不同  $\Delta f$  的实验像进行匹配。 $t$  值为 18 层时的离焦系列模拟像中有三幅分别与这三幅实验像符合。于是确定该  $t$  值为完整区的厚度，也是附近缺陷区厚度的近似值。再在该  $t$  值附近（15~23 层，间隔 1 层）计算缺陷区的模拟像与实验像相

匹配。图 6.14 给出了选择的完整区三幅不同离焦量的实验像分别匹配  $t$  值为 18 层时的三幅模拟像。图 6.13(b) 中所示为离焦量 -37 nm、样品厚度约为 5.54 nm 时的模拟像，模拟像与图 6.4(a) 的实验像相符。证明了所搭建模型的正确和合理性。通过该模型可以清楚地看到 3C-SiC/Si(001) 界面的应变为通过生长的非滑移型全位错（包括  $90^\circ$  Lomer 位错和 shuffle 型  $60^\circ$  全位错）和  $90^\circ$  不全位错（伴随堆垛层错）弛豫。理论上一个 Lomer 位错可以通过两个  $60^\circ$  位错在不同的  $\{111\}$  面上滑移至同一条位错线上相遇而成，但这样的过程是困难的<sup>[155, 156]</sup>。

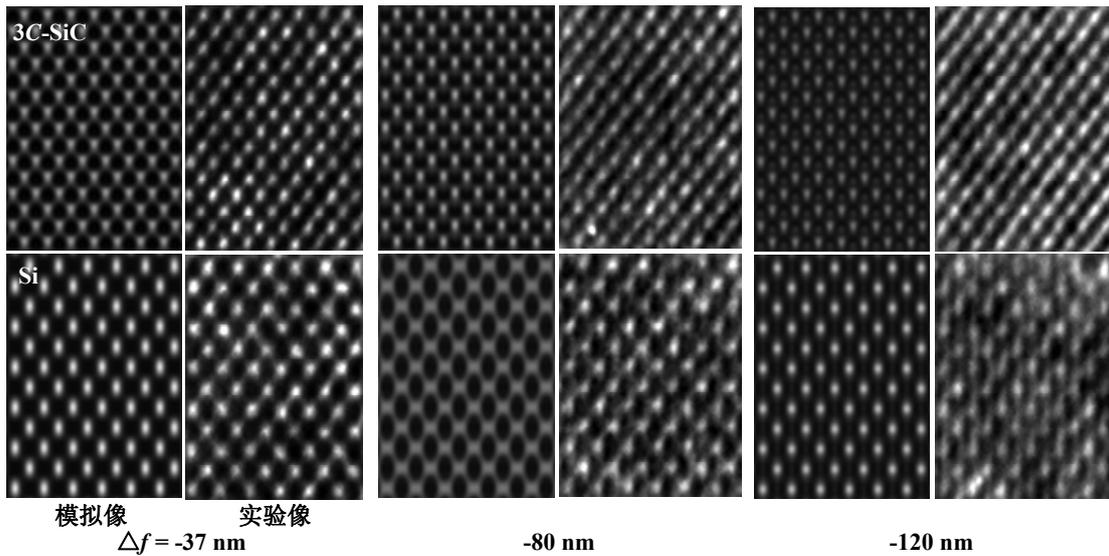


图6.14 三幅不同离焦量的实验像分别匹配 $t$ 值为18层时的三幅模拟像。

由于失配位错使应变弛豫的能力只取决于伯格矢量在界面上的刃分量<sup>[144]</sup>，具有相同伯格矢量的S1a和CSS结构Lomer位错（ $90^\circ$  Lomer位错伯格矢量与界面平行）应变弛豫的能力是相等的。基于相同的原因，由于 $60^\circ$ 全位错伯格矢量与界面成 $45^\circ$ 角， $60^\circ$ 全位错只有Lomer位错一半的刃分量（ $90^\circ$ 不全位错为Lomer位错的 $1/3$ ， $30^\circ$ 不全位错为Lomer位错的 $1/6$ ），从而， $60^\circ$ 全位错与 $90^\circ$  Lomer位错相比只能释放一半的失配应变。由于所有全位错的位错能是相等的（具有相同的伯格矢量 $\mathbf{b} = \mathbf{a}/2\langle 110 \rangle$ ），从而在3C-SiC/Si(001)界面 $60^\circ$ 全位错的产生不是降低界面总能量的有效方式。

本章的高分辨研究没有观察到glide型 $60^\circ$ 全位错的存在。而 $90^\circ$ 不全位错（伴随堆垛层错）在本工作中予以确定。其原因有两种可能的解释：（1）glide型 $60^\circ$ 全位错首先在3C-SiC/Si界面形成。由于堆垛层错能为负值，当glide型 $60^\circ$ 全位错形成后即分解为不全位错。 $90^\circ$ 不全位错位于界面上是由于3C-SiC薄膜受到张应

变且衬底的法线方向为 $[001]$ <sup>[157, 158]</sup>；(2)  $90^\circ$ 不全位错直接在界面上形成。因为所有不全位错必然伴随堆垛层错，所以界面附近出现高密度的堆垛层错。尽管 $90^\circ$ 不全位错只能释放相对Lomer位错的1/3的失配应变，但是由于 (a)  $90^\circ$ 不全位错的位错能显著低于全位错（位错能正比于伯格斯矢量的平方）；(b) 3C-SiC中本征层错的能量为负值，表明形成 $90^\circ$ 不全位错伴随堆垛层错可以有效的降低整个系统能量。

## 6.6 本章小结

利用 200 kV 高分辨透射电镜对在 Si(001)衬底上采用大气压化学气相沉积法生长的 3C-SiC 薄膜界面结构特别是界面处缺陷进行了研究。3C-SiC/Si(001)界面并不平整，存在台阶。通过解卷处理将单张 $[110]$ 高分辨实验像转化为反映晶体结构的解卷像。根据解卷像中原子衬度随晶体厚度的变化规律，辨认出解卷像中 Si 和 C 原子的相对位置，由此确定了 3C-SiC/Si(001)界面的基本结构类型。对解卷像分析发现，界面处存在  $90^\circ$ Lomer 位错、 $60^\circ$ 全位错和  $90^\circ$ 不全位错。进一步在原子分辨率水平确定了 Lomer 位错核心同时存在两类不同结构，验证了理论计算的结构模型； $60^\circ$ 全位错核心的结构为 shuffle 型； $90^\circ$ 不全位错确定为终止于 C 原子的单周期重构结构。基于以上界面缺陷的研究结果，提出了 3C-SiC/Si(001)界面的原子结构模型，探讨了界面的应变弛豫机制，认为 3C-SiC/Si(001)界面的应变为通过生长的非滑移型全位错（包括  $90^\circ$ Lomer 位错和 shuffle 型  $60^\circ$ 全位错）和  $90^\circ$ 不全位错（伴随堆垛层错）弛豫。

---

## 第七章 3C-SiC/Si 界面 shuffle 和 glide 型 60°位错

### 7.1 引言

由于{111}密排面为易滑移面以及生长条件精确控制的困难,常有 60°位错在较大晶格失配的闪锌矿或金刚石结构异质结界面上<sup>[92, 95]</sup>。如本论文第四章研究的 AlSb/GaAs 界面和第六章研究的 3C-SiC/Si 界面上都存在有 60°位错。60°位错有 shuffle 和 glide 型, 这两类 60°位错的额外{111}半原子面终端分别为一对原子和一个原子。由于两类 60°位错具有不同的分解方式与性质<sup>[59, 159]</sup>, 60°位错类型对阐明界面的应变弛豫机制具有重要作用(如第六章所述), 引起一些学者的研究兴趣, 如研究在 CdTe/GaAs<sup>[160]</sup>和 GaAs/Si<sup>[107, 109]</sup>界面上的 60°位错类型。然而, 在第四和第六两章没能通过高分辨实验像的解卷处理确定 60°位错结构类型(shuffle 型或 glide 型)。当像分辨率不足时, shuffle 型 60°位错的额外{111}半原子面终端无法区分开, “哑铃”状原子对结构在解卷像上表现为一个大黑点, 同时 glide 型 60°位错的额外{111}半原子面终端的一个原子在解卷像中也表现为一个大黑点, 因而无法区分两类 60°位错。

GaAs 和 3C-SiC <110>投影结构的“哑铃”状原子对间距分别为 0.141 nm 和 0.109 nm, 等于 004 衍射的晶面间距。对符合赝弱相位物体近似的晶体样品, 为在 Scherzer 聚焦条件附近拍摄结构像以区分开“哑铃”对中的原子, 需要超高压电镜(通过降低波长)或球差校正场发射电镜(通过减小球差系数)使其点分辨本领达到上述要求(0.141 和 0.109 nm)。对于球差校正场发射电镜, 理论上通过调节球差系数至一个最佳值, 点分辨本领可达到电镜的信息极限, 但在非 Scherzer 聚焦条件时, 晶体各衍射的相位仍受 CTF 的调制, 任意离焦量下得到的高分辨像一般不能直接对应晶体结构。解卷处理方法同样适用于球差校正场发射高分辨像的图像处理<sup>[161]</sup>, 解卷像的分辨率可以提高至电镜的信息极限。因此, 当电镜的信息极限达到上述要求时, 原则上也可以通过高分辨像的解卷处理区分开“哑铃”对中的原子。此外, 根据经验, 对于金刚石结构或闪锌矿结构的半导体晶体,

当高分辨像包含有较强的 113 衍射束信息时，用解卷处理方法可以恢复出(110)面上的“哑铃”状原子对结构，只是由于像中不包含 004 衍射束信息，“哑铃”状原子对中两个原子的间距会稍偏离其真实值。

文献[54]的研究中，在 200 kV 场发射电镜（理论信息极限 0.122 nm）的条件下，模拟了 Si 中 shuffle 和 glide 型 60°位错的高分辨像，并对像做了解卷处理和衍射振幅校正。衍射振幅校正的目的是减弱动力学衍射效应，改善解卷像质量，使解卷处理技术能应用于厚度稍大的晶体试样。在解卷像中，全部 Si 原子单个地分开（“哑铃”对中两个 Si 原子的间距为 0.136 nm），60°位错的两种类型能够清晰地区分。然而，界面上的 60°位错解卷处理时，目前还无法结合衍射振幅校正技术。

本章首先模拟了 200 kV 不同类型电镜下 3C-SiC/Si 界面 shuffle 和 glide 型 60°位错的高分辨像，通过解卷处理得到接近信息极限的解卷像以总结区分两类 60°位错的成像条件。然后，在此基础上，对一张 3C-SiC/Si 界面的球差校正场发射电镜实验像进行解卷处理，以判断界面上 60°位错的类型，从实验上加以验证。

## 7.2 两类 60°位错的 200 kV 不同类型电镜模拟像的解卷处理

### 7.2.1 搭建的 3C-SiC/Si 界面 60°位错结构模型

参考第六章的实验像和用于像模拟的[110]投影结构模型，搭建了 3C-SiC/Si 界面含 shuffle 型 60°位错的模型[图 7.1(a)]。模型的大小为 15.4×15.8 nm<sup>2</sup>，薄膜的上部与衬底的下部完整区未予显示。同时使完整区“哑铃”对[包括额外( $\bar{1}11$ )半原子面终端的一对 C-Si 原子]原子间距符合对 3C-SiC 为 0.109 nm，Si 为 0.136 nm。图 7.1(b)为根据上述模型获得的对应图 7.1(a)中虚线框区 shuffle 型 60°位错的投影势。glide 型 60°位错只将额外{111}半原子面的一对原子替换为一个原子（对 3C-SiC/Si 该半原子面终端为一个 C 原子），其它原子位置不变。因为本章是考虑电镜分辨本领的影响，所以这一处理是合理的。图 7.1(c)所示为将图 7.1(a)中虚线框区的额外( $\bar{1}11$ )半原子面终端的一对 C-Si 原子替换为一个 C 原子后的 glide 型 60°位错的投影势图。额外的( $\bar{1}11$ )半原子面用箭头标示，其终端的一对 C-Si 原子（shuffle 型）和一个 C 原子（glide 型）分别用椭圆标记。用多片法对

上述搭建的模型分别计算了 200kV LaB<sub>6</sub>灯丝电镜、200 kV 普通场发射电镜和 200 kV 球差校正场发射电镜下的高分辨模拟像，模拟像为 1024×1024 像素。

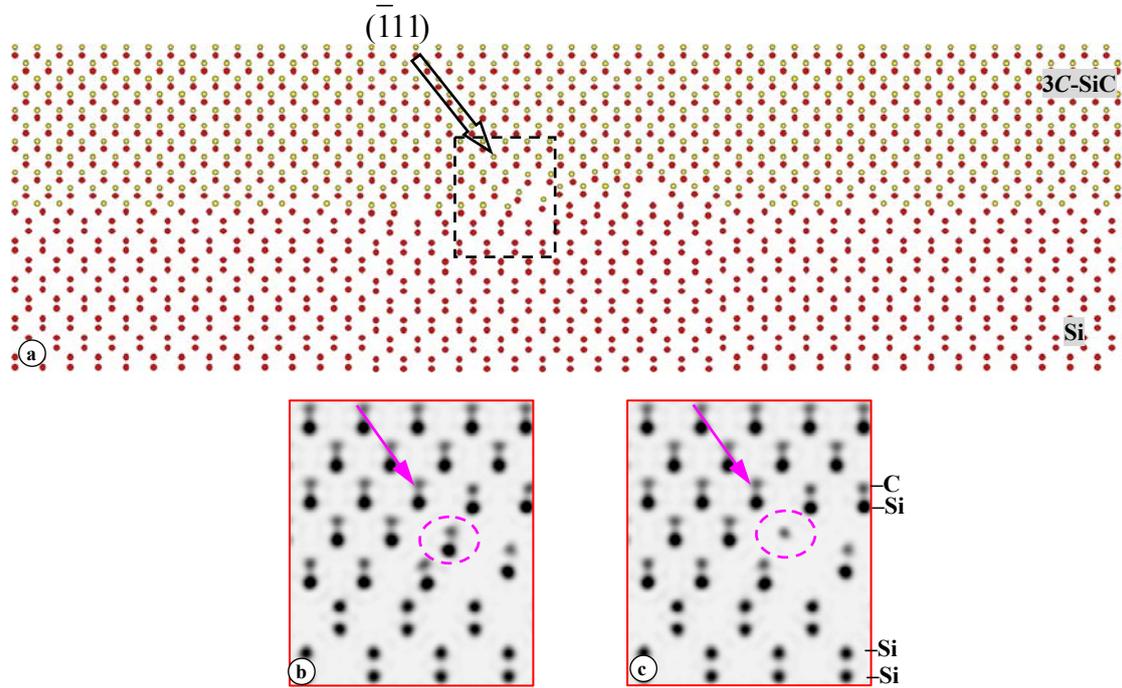


图 7.1 (a)3C-SiC/Si 界面含 shuffle 型 60°位错的[110]投影结构模型, (b)是(a)中虚线框标记区域对应的投影势, (c)是(b)中虚线框替换为 glide 型 60°位错时的投影势。额外的{111}半原子面用箭头标示, 其终端的一对 C-Si 原子 (shuffle 型) 和一个 C 原子 (glide 型) 分别用椭圆标记。

### 7.2.2 200 kV LaB<sub>6</sub>灯丝电镜

电镜参数为  $C_s = 0.5 \text{ mm}$ ,  $D = 6 \text{ nm}$ 。根据公式(3.52-3.54)计算的点分辨本领  $\rho_s = 0.194 \text{ nm}$ , Scherzer 聚焦  $\Delta f_{\text{Sch}} = -41 \text{ nm}$ , 信息极限  $\rho_{\text{limit}} = 0.153 \text{ nm}$ 。在空间频率等于  $0.65 \text{ \AA}^{-1}$  [即  $(0.153 \text{ nm})^{-1}$ ] 以内, SiC 的独立衍射束有 111、002、220; Si 有 111、220、113。根据文献[1]的讨论, 计算模拟像时, 为了使计算结果能包括各衍射波之间的相互作用, 晶面间距倒数的最大值  $d^*_{\text{max}}$  应大于计算模拟像时所设置的物镜光阑半径, 小于  $d^*_{\text{max}}$  的衍射束均纳入物体出射波函数的计算中。本工作中  $d^*_{\text{max}}$  设置为  $1.3 \text{ \AA}^{-1}$ , 约为电镜信息极限倒数的 2 倍, 使计算出射波函数的衍射束数目等于参与成像的衍射束数目的 2 倍左右。模拟像的离焦量分别为 -37 nm 和 -107 nm。图 7.2 为与之对应的衬度传递函数 (CTF) 曲线, 图中分别用线段标出上述独立衍射的位置, 线段的长度代表该衍射相对于  $111_{\text{SiC}}$  衍射的结构因子振幅大

小。从图可见，各衍射均不落在 CTF 曲线的零截点附近，因此这些离焦量下得到的高分辨像适于做解卷处理。

根据文献[1]的说明，只要在 Scherzer 聚焦条件附近能拍摄到重原子显示为黑的显微像则晶体厚度必然小于临界值。图 7.3(a)为晶体厚度  $t = 6.16 \text{ nm}$ ，Scherzer 聚焦条件下的模拟像。如上所述，在正球差 Scherzer 聚焦条件下，样品中的原子串均应显示为黑点。由于电镜点分辨本领的不足，在 Scherzer 聚焦条件的模拟像中，Si-Si 和 Si-C 原子对分辨不开。图 7.3(a)中代表 SiC 原子串的大黑点中心出现了弱白点，说明该厚度位于临界厚度附近。图 7.3(b)为晶体厚度  $t = 0.308 \text{ nm}$ ，离焦量  $\Delta f = -37 \text{ nm}$  时模拟像的衍射图。空间频率等于  $0.65 \text{ \AA}^{-1}$  以内的 SiC 和 Si 的独立衍射束在图中分别用小三角标出。图 7.3(c)为经过傅里叶滤波和扣除 CTF 调制后的衍射图。根据衍射束的形状选用了滤波窗口，如 3.3.3 节所述，在扣除背底噪音的基础上，保留尽可能多的外延界面及缺陷结构信息，外延界面引起的线状拉长的衍射斑用椭圆形窗口，椭圆的长轴在衍射斑拉长方向；避免相邻窗口的重叠。

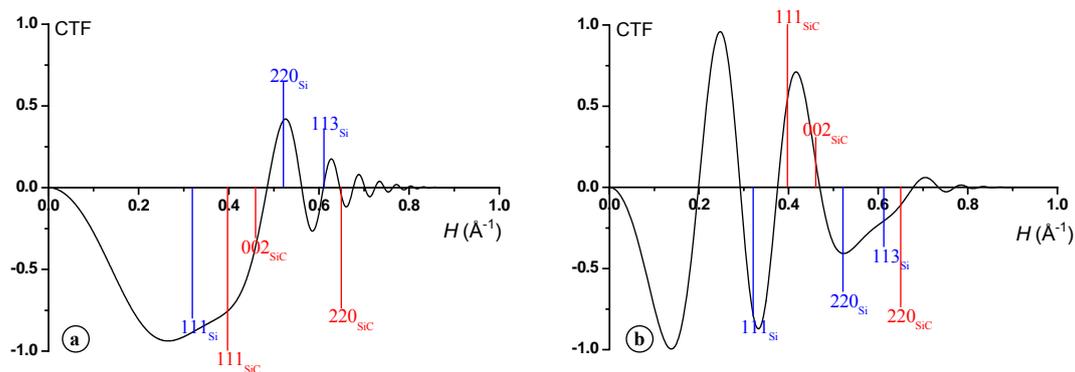


图 7.2 (a)和(b)离焦量分别为-37 nm 和-107 nm 的 CTF 曲线。

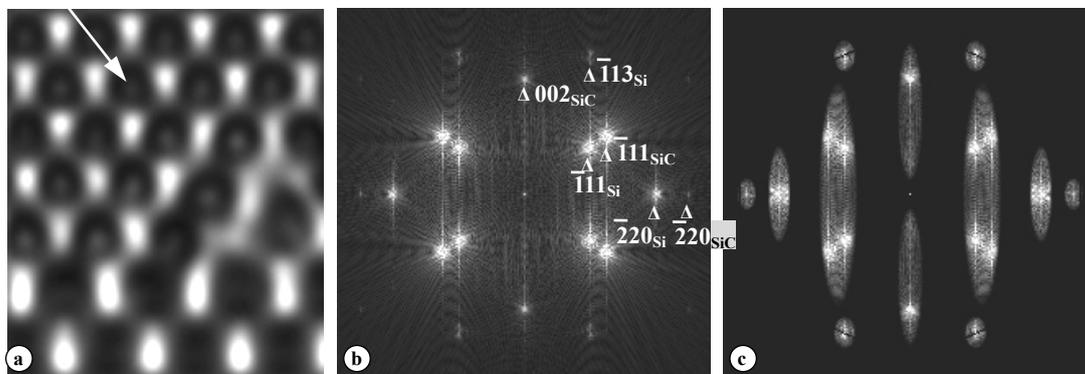


图 7.3 (a)200 kV LaB6 灯丝电镜在晶体厚度  $t = 6.16 \text{ nm}$ ，Scherzer 聚焦条件下 shuffle 型 60°位错的模拟像，(b) $t = 0.308 \text{ nm}$ ， $\Delta f = -37 \text{ nm}$  时模拟像的衍射图，(c)经过傅里叶滤波和扣除 CTF 调制后的衍射图，衍射斑周围的白色阴影显示出滤波窗口。

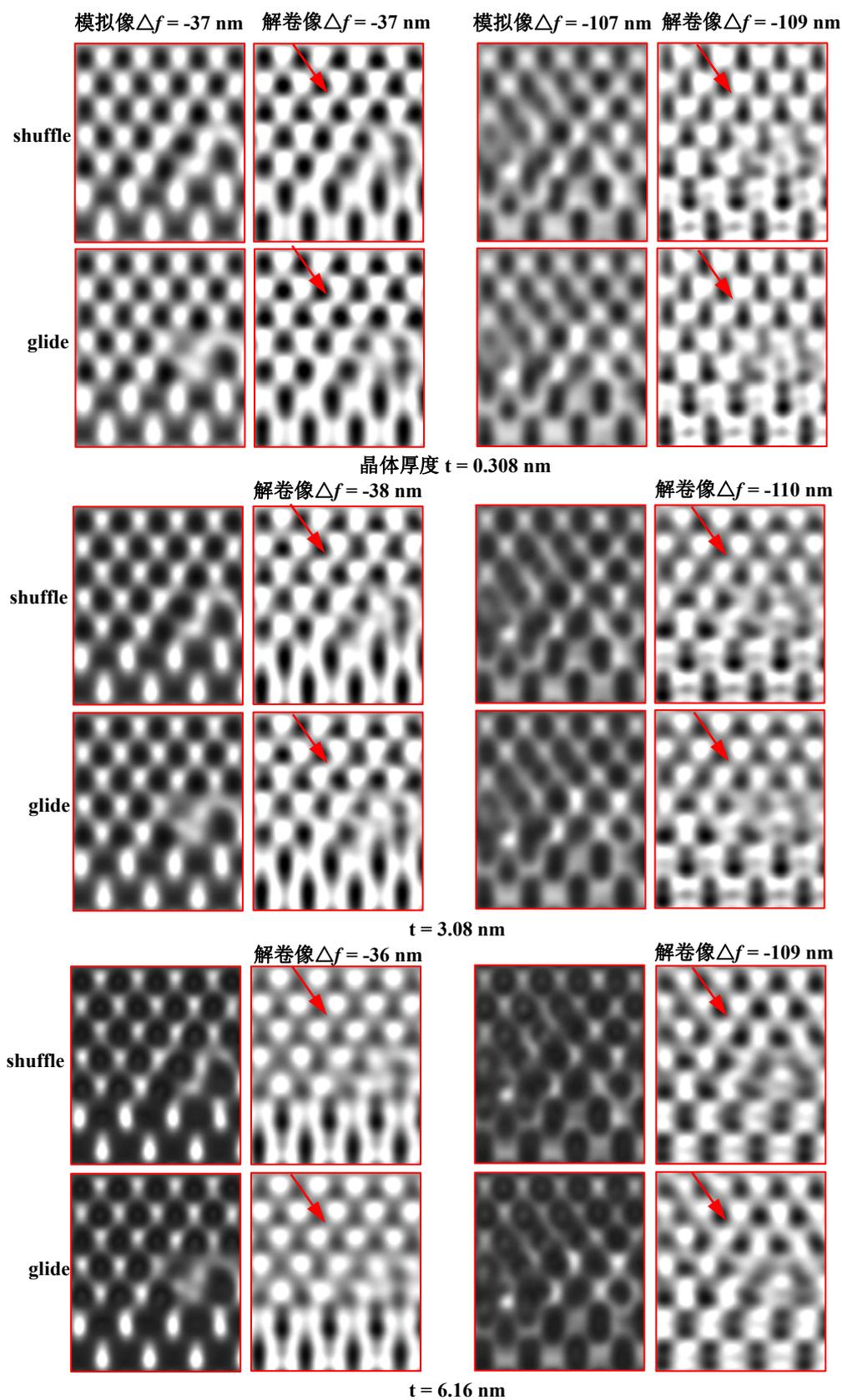


图 7.4 在两个不同离焦量和三种不同厚度及 LaB<sub>6</sub> 灯丝电镜下的 shuffle 和 glide 型 60° 位错模拟像和解卷像，其投影势图分别如图 7.1(b)和(c)所示。额外的半原子面用箭头标示。

图 7.4 为 shuffle 和 glide 型 60°位错离焦量为-37 nm 和-107 nm，晶体厚度分别为 0.308 nm、3.08 nm 和 6.16 nm 下的 200 kV LaB<sub>6</sub> 灯丝电镜模拟像和解卷像。通过与投影势图[图 7.1(b)和(c)]比对， $\Delta f = -37$  nm（位于 Scherzer 聚焦附近）的模拟像中完整区 Si 和 SiC “哑铃”对均显示为大黑点； $\Delta f = -107$  nm 的模拟像像衬复杂，偏离结构。 $\Delta f = -37$  nm 的模拟像中，shuffle 型 60°位错的额外 $(\bar{1}11)$ 半原子面终端的一对 C-Si 原子显示为大黑点，其衬度与附近完整区 SiC “哑铃”对显示的大黑点衬度基本相同。glide 型 60°位错的额外半原子面终端的一个 C 原子同样显示为大黑点，但其衬度明显弱于附近完整区 SiC “哑铃”对的衬度。然而，据此像衬差别利用模拟像直接区分 60°位错的类型相当困难，因为这种像衬差别随着晶体厚度的增加而减小，况且以上分析是建立在离焦量  $\Delta f$  和样品厚度  $t$  已知的情况下，而实际  $\Delta f$  和  $t$  未知。模拟像反映的是理想情况下的像衬特点，而实验像衬度受多种成像因素影响，模拟像已难以区分两类位错，实验像就更难。

当晶体厚度在临界值以下时，经过解卷处理获得的解卷像反映结构，解卷像中原子显示为黑点。增加晶体厚度相当于增加物距，在解卷处理时令离焦值偏离其真值可以补偿晶体的厚度效应<sup>[1]</sup>。因此本工作在真实的离焦量附近尝试解卷，在模拟像  $\Delta f$  值 $\pm 5$  nm 的区间内，步长 1 nm 找最好的像。对应最佳解卷像的离焦量应在真值的欠焦侧，即增加了欠焦量<sup>[1]</sup>。但式(3.67)中设定的 CTF 阈值不同将会使解卷离焦量出现偏离。Si 和 SiC 的“哑铃”对中原子间距分别为 0.136 和 0.109 nm，远超出电镜的信息极限(0.153 nm)。可是 Si 的 113 衍射面间距为 0.164 nm，用解卷处理方法可以恢复出(110)面上的“哑铃”状原子对结构，只是两个原子的间距偏离真值。因此在  $\Delta f = -107$  nm 模拟像对应的解卷像中 Si 的“哑铃”对中的两个 Si 原子分辨开。对于  $\Delta f = -37$  nm 的情形，因为 113 衍射束被 CTF 曲线显著削弱，所以没能将两个 Si 原子分辨开。至于 SiC，因为 113 衍射的晶面间距为 0.131 nm，所以无论  $\Delta f$  值如何，“哑铃”对中的原子均分不开。此外，在解卷像中，与 shuffle 型 60°位错不同的是 glide 型 60°位错其额外的半原子面终端的 C 原子的像衬明显弱于附近完整区的 C-Si 原子对像衬。但由于无法分辨开哑铃对中的原子，这种像衬差别还不足以用来确定 60°位错类型。

### 7.2.3 200 kV 普通场发射电镜

电镜参数为  $C_s = 0.5$  mm,  $D = 3.8$  nm。根据公式(3.52-3.54)计算的点分辨本领

$\rho_s = 0.194 \text{ nm}$ , Scherzer 聚焦  $\Delta f_{\text{Sch}} = -41 \text{ nm}$ , 信息极限  $\rho_{\text{limit}} = 0.122 \text{ nm}$ 。在空间频率等于  $0.82 \text{ \AA}^{-1}$  [即  $(0.122 \text{ nm})^{-1}$ ] 以内, SiC 的独立衍射束有 111、002、220、113、222, 对应晶面间距依次为  $0.252 \text{ nm}$ 、 $0.218 \text{ nm}$ 、 $0.154 \text{ nm}$ 、 $0.131 \text{ nm}$  和  $0.126 \text{ nm}$ ; Si 有 111、220、113、004、331 (解卷处理可只取到 004), 对应晶面间距依次为  $0.314 \text{ nm}$ 、 $0.192 \text{ nm}$ 、 $0.164 \text{ nm}$ 、 $0.136 \text{ nm}$  和  $0.125 \text{ nm}$ 。  $d^*_{\text{max}}$  设置为  $1.64 \text{ \AA}^{-1}$ 。模拟像的  $\Delta f$  分别为  $-37 \text{ nm}$  和  $-107 \text{ nm}$ 。图 7.5 为对应的 CTF 曲线, 图中分别用线段标出独立衍射束的位置, 线段的长度代表该衍射相对  $111_{\text{SiC}}$  衍射的结构因子振幅大小。从图可见, 各衍射均不落在 CTF 曲线的零截点附近。

图 7.6(a) 为晶体厚度  $t = 6.16 \text{ nm}$ , Scherzer 聚焦条件下的模拟像。由于电镜点分辨本领的不足, 在 Scherzer 聚焦条件的模拟像中, Si-Si 和 Si-C 原子对分辨不开。图 7.6(a) 中代表 SiC 原子串的大黑点中心出现了弱白点, 说明该厚度位于临界厚度附近。图 7.6(b) 为晶体厚度  $t = 0.308 \text{ nm}$ ,  $\Delta f = -37 \text{ nm}$  时模拟像的衍射图。空间频率等于  $0.82 \text{ \AA}^{-1}$  以内的 SiC 和 Si 的独立衍射束在图中分别用小三角标出, 与图 7.3(b) 中相同的衍射束未予标出。图 7.6(c) 为经过傅里叶滤波扣除 CTF 调制后的衍射图。如 3.3.3 节所述, 根据衍射束的形状选用了椭圆形滤波窗口。

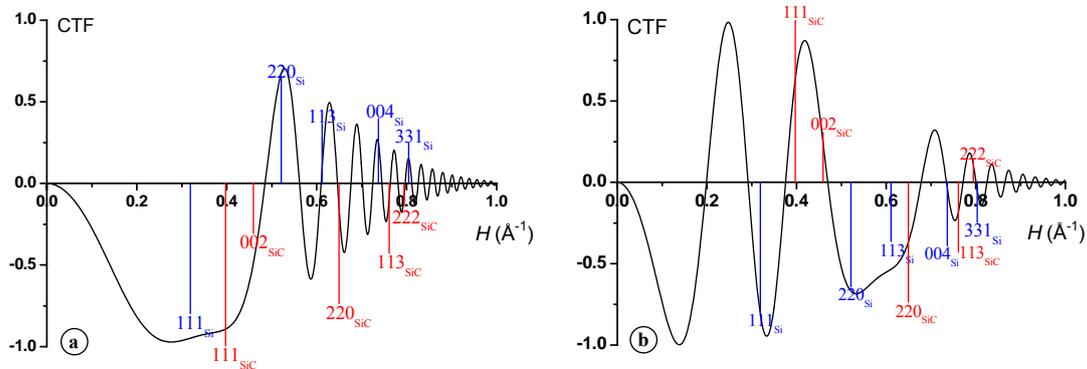


图 7.5 (a)和(b)离焦量分别为  $-37 \text{ nm}$  和  $-107 \text{ nm}$  的 CTF 曲线。

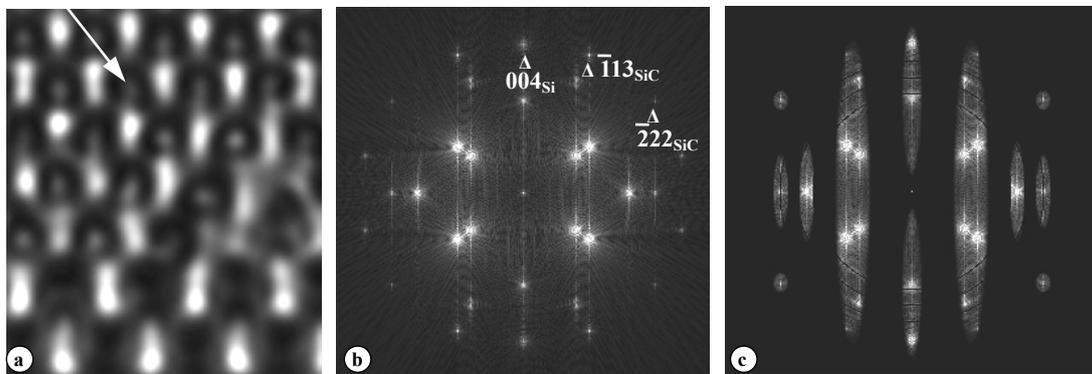


图 7.6 (a)  $200 \text{ kV}$  场发射电镜在晶体厚度  $t = 6.16 \text{ nm}$ , Scherzer 聚焦条件下 shuffle 型  $60^\circ$  位错的模拟像, (b)  $t = 0.308 \text{ nm}$ ,  $\Delta f = -37 \text{ nm}$  时模拟像的衍射图, (c) 经过傅里叶滤波和扣除 CTF 调制后的衍射图, 衍射斑周围的白色阴影显示出滤波窗口。

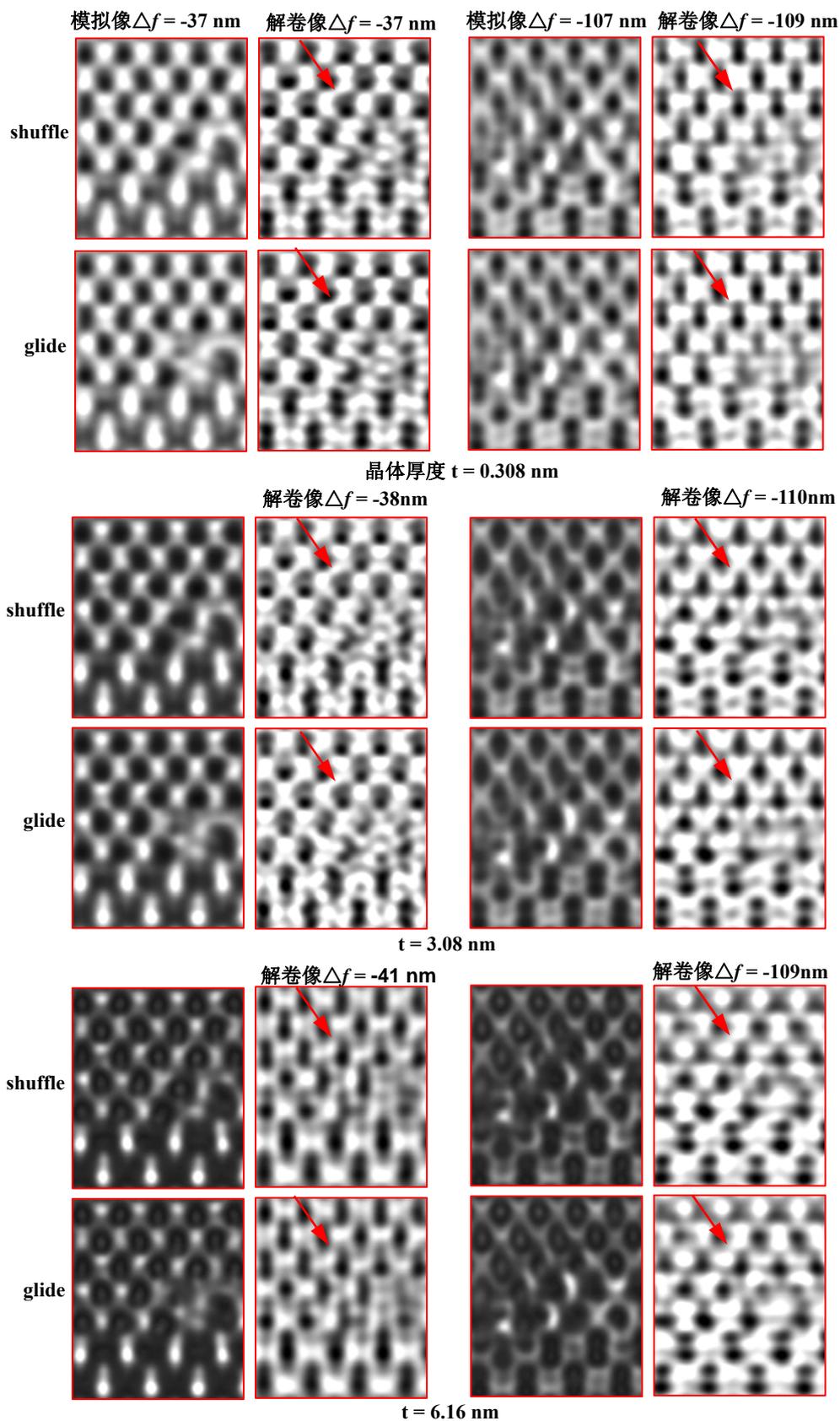


图 7.7 两个不同离焦量和三种不同厚度及场发射电镜条件下, shuffle 和 glide 型  $60^\circ$  位错的模拟像和解卷像, 其投影势图分别如图 7.1(b)和(c)所示。额外的半原子面用箭头标示。

图 7.7 为 shuffle 和 glide 型  $60^\circ$  位错离焦量为  $-37\text{ nm}$  和  $-107\text{ nm}$ ，晶体厚度分别为  $0.308\text{ nm}$ 、 $3.08\text{ nm}$  和  $6.16\text{ nm}$  下的  $200\text{ kV}$  场发射电镜模拟像和解卷像。与之对应的投影势仍分别如图 7.1(b)和(c)所示。与上节  $\text{LaB}_6$  灯丝电镜类似，离焦量  $-37\text{ nm}$ （位于 Scherzer 聚焦附近）的模拟像中完整区 Si 和 SiC “哑铃”对均显示为大黑点； $-107\text{ nm}$  离焦量下模拟像像衬复杂，与结构不相符。在离焦量为  $-37\text{ nm}$  的模拟像中，尽管 glide 型  $60^\circ$  位错的额外  $(\bar{1}11)$  半原子面终端的一个 C 原子同样显示为大黑点，但其衬度明显弱于附近完整区 SiC “哑铃”对显示的大黑点衬度，而 shuffle 型  $60^\circ$  位错不具有该像衬差别。由上节分析可知，据此像衬差别亦难以从模拟像上直接区分  $60^\circ$  位错的类型。

由于电镜信息极限所对应的空间频率内包括较强的 SiC 的 113 衍射束和 Si 的 004 衍射束，所以用解卷处理方法可以恢复出(110)面上的 SiC 和 Si 的“哑铃”状原子对结构，其中 C-Si 原子的间距偏离其真值，Si-Si 原子的间距符合其真值。图 7.7 再次说明了解卷方法使得单张任意离焦量的高分辨像反映真实的结构，且分辨率提高至电镜的信息极限。即使晶体厚度为  $0.308\text{ nm}$  时，shuffle 型  $60^\circ$  位错额外的  $(\bar{1}11)$  半原子面终端的一对 C-Si 原子与 glide 型  $60^\circ$  位错额外的  $(\bar{1}11)$  半原子面终端的 C 原子像衬差别仍不足以区分是一对 C-Si 原子还是一个 C 原子。随着晶体厚度的增加，由于动力学衍射效应带来的背底以及 glide 型  $60^\circ$  位错额外的  $(\bar{1}11)$  半原子面终端的 C 原子衬度不十分收敛。于是，单从图 7.7 的解卷像中，还不能唯一确定  $60^\circ$  位错的类型，因此，需要进一步提高电镜的分辨本领。

#### 7.2.4 200 kV 球差校正场发射电镜

电镜参数为  $C_s = 0.02\text{ mm}$ ,  $D = 2.1\text{ nm}$ 。根据公式(3.52-3.54)计算的点分辨本领  $\rho_s = 0.866\text{ \AA}$ , Scherzer 聚焦  $\Delta f_{\text{Sch}} = -8.2\text{ nm}$ , 信息极限  $\rho_{\text{limit}} = 0.909\text{ \AA}$ 。在空间频率等于  $1.1\text{ \AA}^{-1}$  [即  $(0.909\text{ \AA})^{-1}$ ] 以内，SiC 和 Si 的独立衍射束都含有 004 衍射束。晶面间距倒数的最大值  $d^*_{\text{max}}$  设置为  $2.2\text{ \AA}^{-1}$ 。根据上节所述，对于 Si 和 SiC，当高分辨像包含有较强的 004 衍射束信息时，用解卷处理方法即可以恢复出(110)面上的“哑铃”状原子对结构，且“哑铃”状原子对中两个原子的间距符合其真实值。

文献[161]中, 200 kV 球差校正场发射电镜的点分辨本领理论上可达 0.13 nm, 但拍摄的接近 Scherzer 聚焦条件的 Si [110]高分辨像不能分辨开 Si “哑铃”原子对, 而是表现为椭长的黑点。于是对 20 张 Si [110]系列离焦球差校正高分辨像逐一解卷处理, 凡是合格的像都能通过解卷恢复出 Si[110]原子结构, 证明解卷方法也适用于球差校正场发射高分辨像的图像处理。在对球差校正高分辨像做解卷处理时, 合格的像除仍需晶体主衍射不落在 CTF 曲线零截点附近的条件之外, 还应注意选择较大离焦量成像 (远离高斯聚焦), 因为当球差系数接近零且离焦量接近高斯聚焦时, CTF 曲线的振幅很小, 像的相位衬度很弱。

模拟像的离焦量分别为-14 nm 和-46 nm。图 7.8 为与之对应的 CTF 曲线, 图中分别用线段标出上述独立衍射的位置, 线段的长度代表该衍射相当于  $111_{\text{SiC}}$  衍射的结构因子振幅大小。从图可见, 各衍射均不落在 CTF 曲线的零截点附近。图 7.9(a)为晶体厚度  $t = 6.16$  nm, Scherzer 聚焦条件下的模拟像。Si-Si 和 Si-C 原子对已可以分辨开, SiC 和 Si 原子串的大黑点中心出现了弱白点, 说明该厚度位于临界厚度附近。图 7.9(b)为晶体厚度  $t = 0.308$  nm, 离焦量  $\Delta f = -14$  nm 时模拟像的衍射图。空间频率等于  $1.1 \text{ \AA}^{-1}$  以内的 SiC 和 Si 的独立衍射束位置参看图 7.3(b) 和 7.6(b)。图 7.9(c)为经过傅里叶滤波和扣除 CTF 调制后的衍射图, 衍射斑周围的白色阴影显示出滤波窗口。解卷处理只选用到 SiC 和 Si 的 004 衍射束。

图 7.10 为离焦量取-14nm 和-46 nm, 晶体厚度分别为 0.308 nm、3.08 nm 和 6.16 nm 下的 shuffle 和 glide 型 60°位错 200 kV 球差校正场发射电镜模拟像和解卷像。与之对应的投影势分别如图 7.1(b)和(c)所示。从图 7.10 中看出, 由于各衍射的相位仍受 CTF 的调制, 两个离焦量下的模拟像不直接对应晶体结构。经过解卷处理后, 解卷像中成功恢复出 Si 和 SiC 的(110)面上的“哑铃”状原子对。清楚地显示了两种不同类型 60°位错的核心结构特征, 从而能够在原子尺度清楚地区分这两种位错。

综上三种不同类型 200 kV 电镜的像模拟结合解卷处理结果, 只有当电镜的信息极限值小于 004 衍射束的晶面间距时, 才可以通过解卷处理区分 shuffle 型和 glide 型 60°失配位错。为了进一步证实以上像模拟的结论, 下节将通过一张 3C-SiC/Si 界面 300 kV 球差校正场发射电镜实验像的解卷处理, 以判断 60°失配位错的类型。

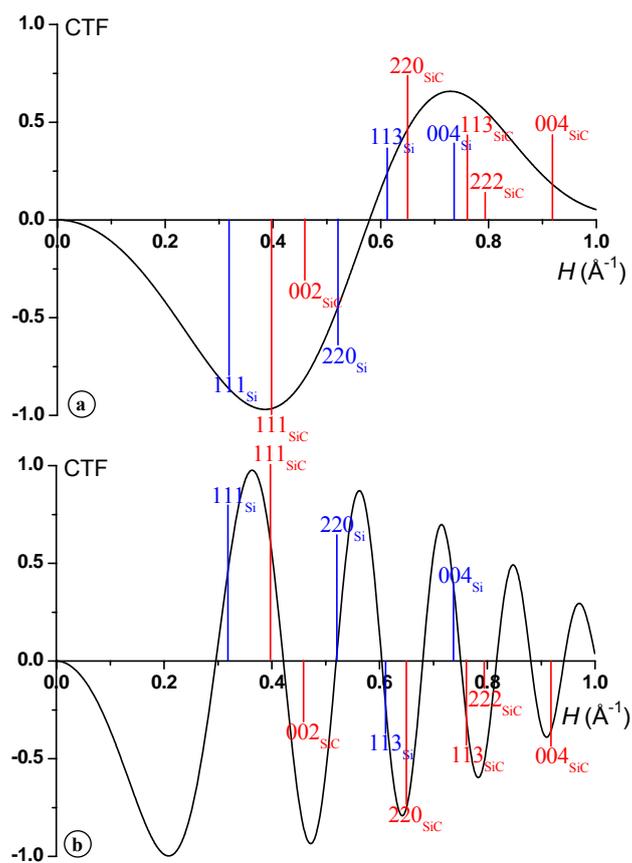


图 7.8 (a)和(b)离焦量分别为-14 nm 和-46 nm 的 CTF 曲线。

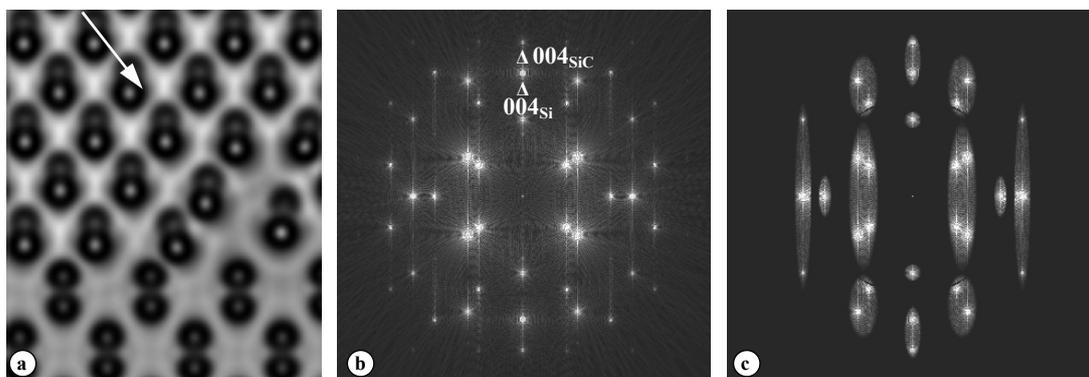


图 7.9 (a)200 kV 球差校正电镜在晶体厚度  $t = 6.16$  nm, Scherzer 聚焦条件下 shuffle 型  $60^\circ$  位错的模拟像, (b) $t = 0.308$  nm,  $\Delta f = -14$  nm 时模拟像的衍射图, (c)经过傅里叶滤波和扣除 CTF 调制后的衍射图, 衍射斑周围的白色阴影显示出滤波窗口。

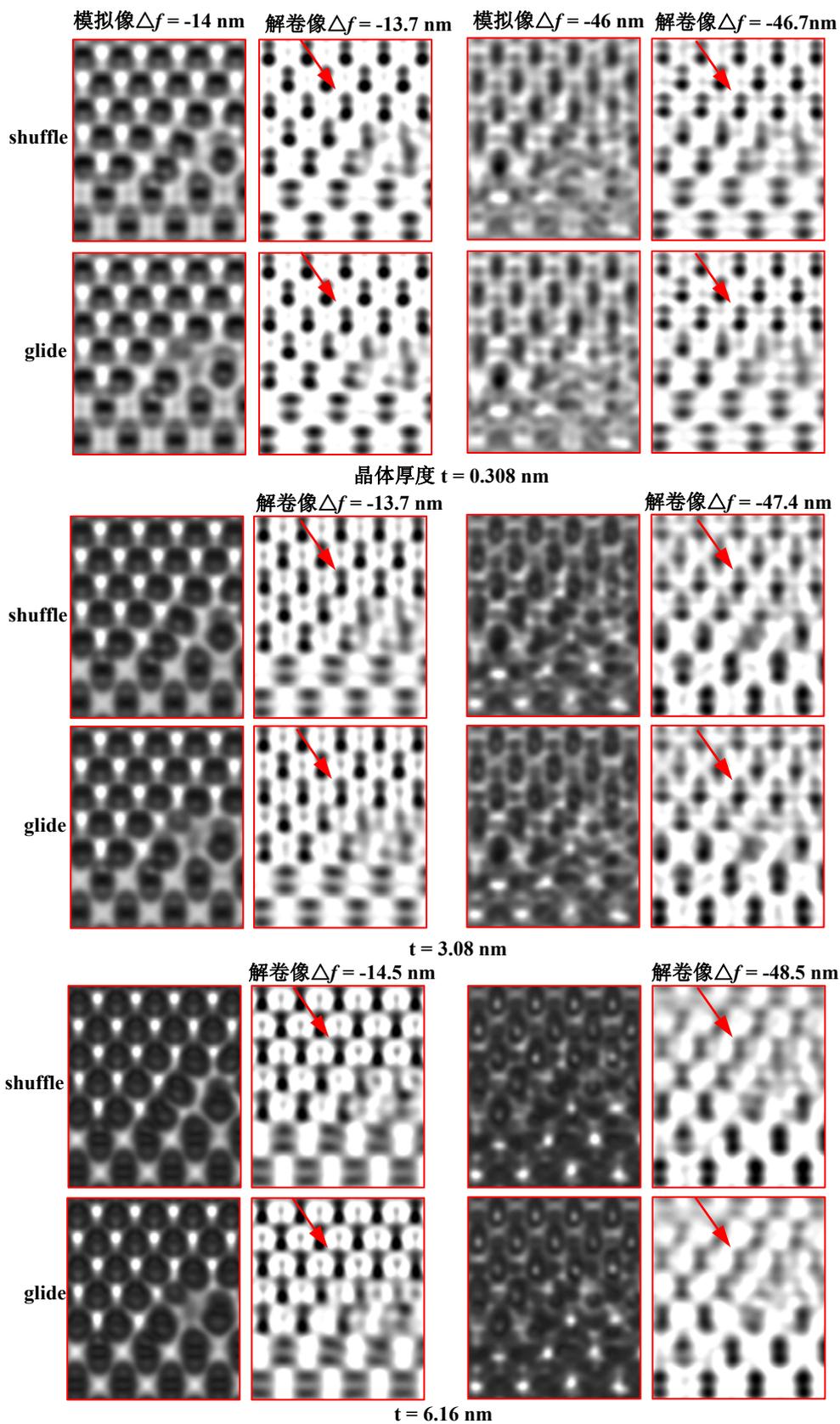


图 7.10 两个不同离焦量和三种不同厚度及球差校正电镜条件下，shuffle 和 glide 型  $60^\circ$  位错的电镜模拟像和解卷像，其投影势图分别如图 7.1(b)和(c)所示。额外的半原子面用箭头标示。

### 7.3 300kV 球差校正场发射电镜实验像的解卷处理

#### 7.3.1 球差校正场发射电镜实验像

在 6.4.3 节中，未能通过解卷处理确定 3C-SiC/Si 界面  $60^\circ$  位错的类型，只是基于两类  $60^\circ$  位错性质的不同，即 shuffle 型  $60^\circ$  位错不易分解，认为界面上  $60^\circ$  位错很可能是 shuffle 型。在上节已通过像模拟明确了区分两类  $60^\circ$  位错的成像条件，即需要电镜的信息极限值小于 SiC(004) 的晶面间距。本节将借助实验像的解卷处理进一步证实以上两个结论。所用的 3C-SiC/Si 界面球差校正高分辨像由汤栋博士在 Titan 80-300 球差校正场发射电镜上拍摄，拍摄时选用的球差系数  $C_s = 0.000266 \text{ mm}$ ，电镜的信息极限在  $0.8\text{-}0.7 \text{ nm}$  之间。从高分辨像上不能直接分辨 Si 和 SiC 的“哑铃”对结构，如图 7.11 所示，需要进行解卷处理。

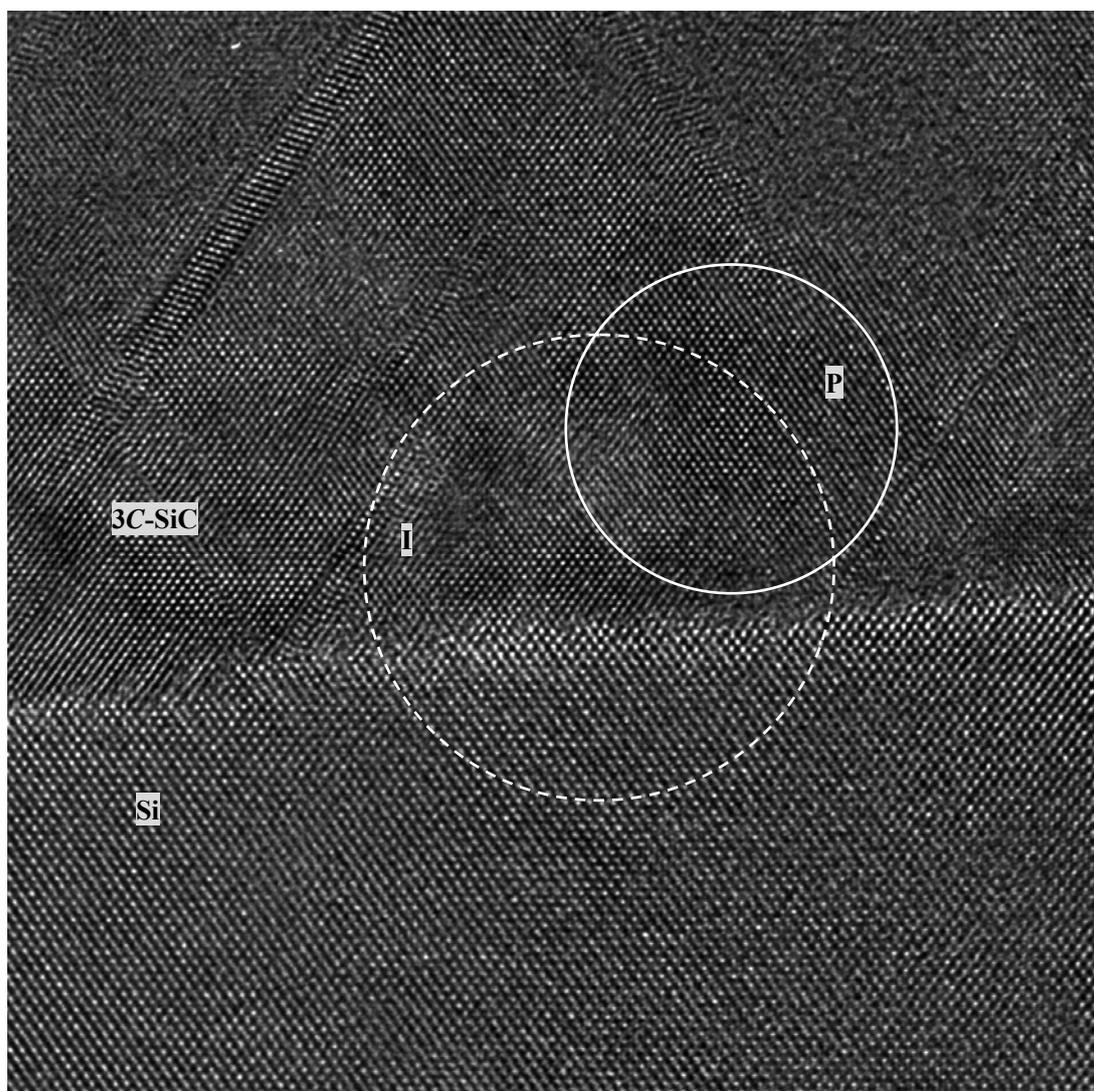


图 7.11 3C-SiC/Si 界面[110]的球差校正高分辨像。

## 7.3.2 离焦量的测定

由于该高分辨像为单张像，非选自离焦系列像中的一张，且像上不包含边缘非晶区。因此，离焦量的测定利用最大熵方法对研究的界面区 I 附近的 SiC 完整区 P 测得其离焦值，然后对界面区 I 在该离焦值附近进行尝试解卷，当界面区 I 解卷像的完整区中全部原子均显示为黑点，并且清楚地分辨出“哑铃”状原子对结构时的离焦量即为真实的离焦量。

利用最大熵方法得到的 SiC 完整区 P 高分辨像的熵曲线如图 7.12(a)所示。由于曲线的峰比较宽，选择了峰中心值及其附近的离焦量进行尝试解卷，考虑到  $C_s > 0$ ，正确的解卷像中原子应显示为黑色，于是确定了离焦量为 -17 nm，与之对应的 CTF 曲线如图 7.12(b)所示。图 7.13(a)给出了 P 区高分辨像的放大像，相应的衍射振幅校正后的解卷像如图 7.13(b)所示，解卷像中恢复出 SiC 的“哑铃”状原子对。

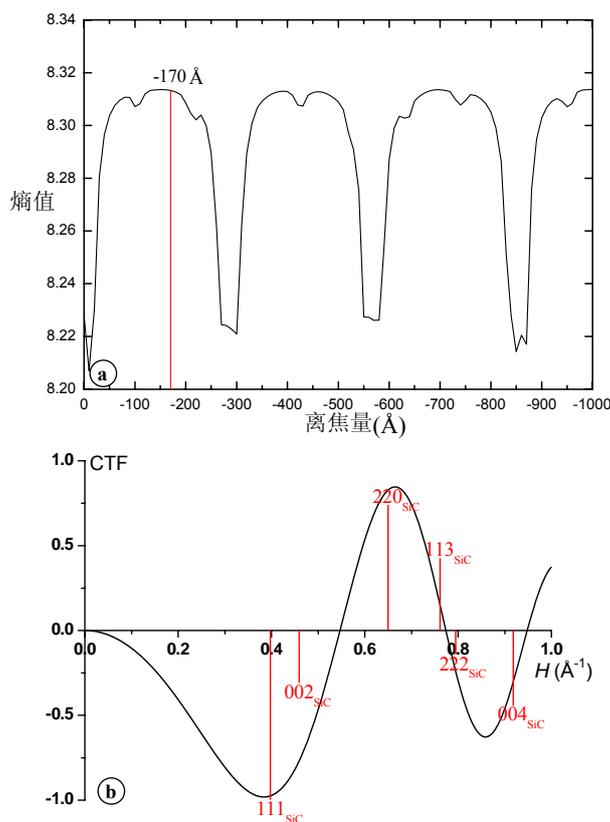


图 7.12 (a)对应于 SiC 完整区 P 高分辨像的熵曲线; (b)离焦量  $\Delta f = -170 \text{ \AA}$  时的 CTF 曲线。

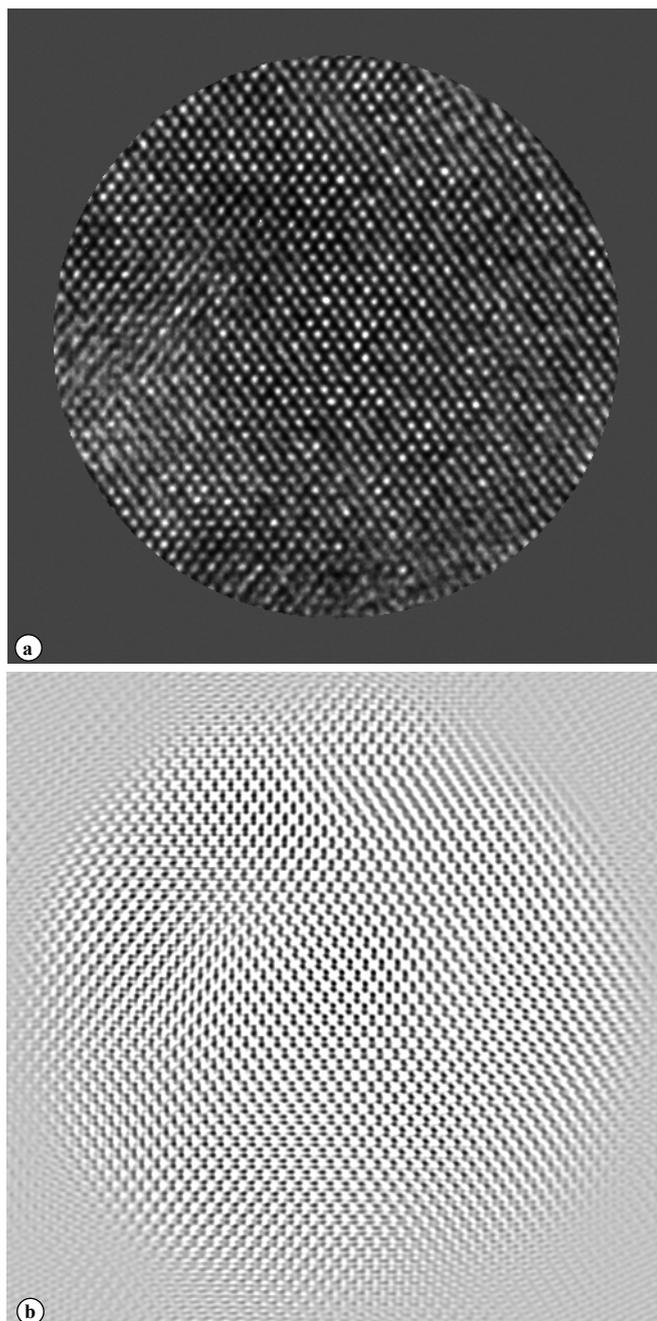


图 7.13 (a)对应于 SiC 完整区 P 高分辨像的放大像;(b)相应的解卷像。

### 7.3.3 3C-SiC/Si 界面 shuffle 型 $60^\circ$ 位错结构像恢复

图 7.14(a)为图 7.11 中界面区 I 的放大像, 在界面上观察到两个  $60^\circ$  位错, 分别标记为  $S_1$  和  $S_2$ 。图中箭头标出了额外的  $\{111\}$  半原子面。图 7.14(b)为像的傅里叶变换, 图中 SiC 和 Si 的主要独立衍射束分别用小三角标出。图 7.14(c)为傅里叶滤波和扣除 CTF 调制后的衍射图。对界面区 I 进行解卷处理时, 在 SiC 完整区 P 确定的离焦量  $-17\text{ nm}$  附近进行尝试解卷, 挑选出该区域的最佳解卷像。

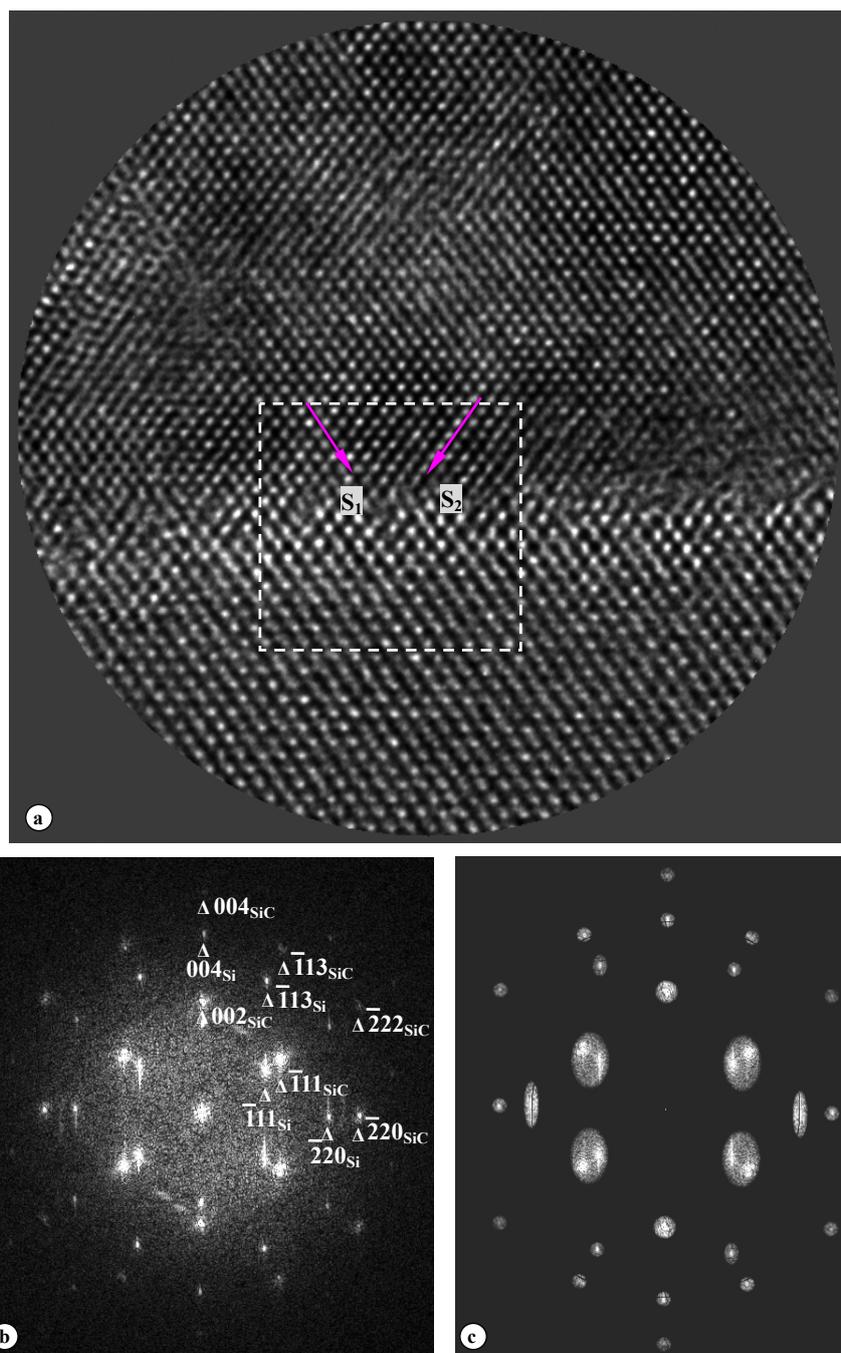


图 7.14 (a)对应于图 7.13 中界面区 I 的放大像；(b)像的傅里叶变换；(c)经过傅里叶滤波和扣除 CTF 调制后的衍射图，衍射斑周围的白色阴影显示出滤波窗口。

图 7.15(a)为图 7.14(a)中高分辨像对应的解卷像，离焦量为-19 nm。选取解卷像上 3C-SiC/Si 界面含有 60°位错的区域（虚线框内标记为  $S_1$  和  $S_2$ ）进行结构分析。由于高分辨像上不包含边缘薄区，解卷像衬度无法表现出随晶体厚度逐渐变化的趋势，故无法用赝弱相位物体近似的像衬规律判断 Si 和 C 原子在“哑铃”对中的相对位置。为此利用 90°Lomer 位错在不同方向上投影具有的结构特点进

行判断（请参看第六章图 6.6）。观察图 7.15(a)解卷像上  $90^\circ$  Lomer 位错（标记为 L）的构型，确定只可能为图 7.16 中所示的两种结构。又由于 3C-SiC 与 Si 存在 20% 的晶格失配，通过分别对比解卷像中完整界面附近与界面平行方向原子柱的间距可确定 3C-SiC/Si 界面边界，从而确定 Lomer 位错的构型如图 7.16(a) 所示，投影方向为  $[110]$ ，即“哑铃”状原子对的上部为 C 原子，下部为 Si 原子。

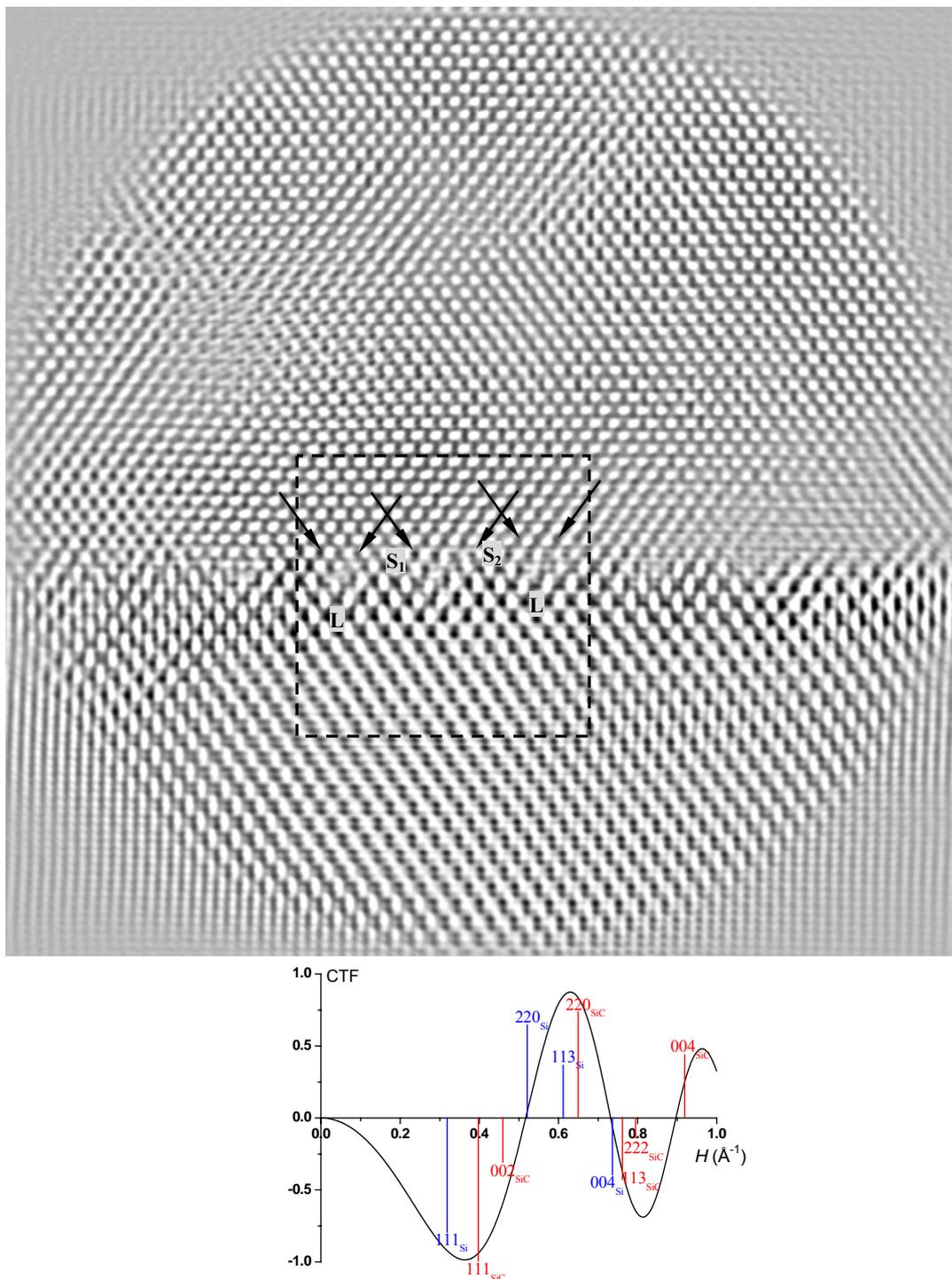


图 7.15 (a) 对应图 7.14(a) 的解卷像， $\Delta f = -19$  nm；(b) 该离焦量下的 CTF 曲线。

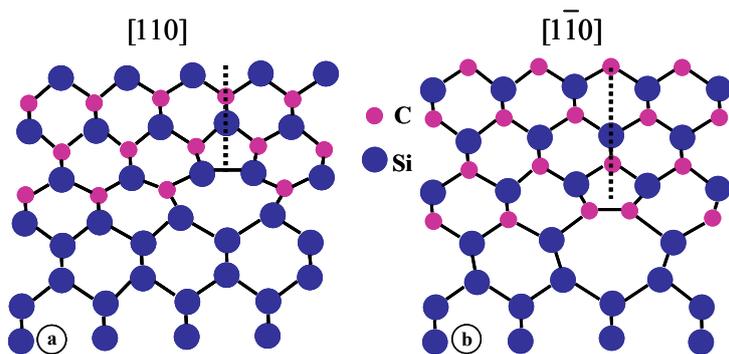


图 7.16 在图 7.15 解卷像中界面可能存在的 90° Lomer 位错核心结构<sup>[134]</sup>。

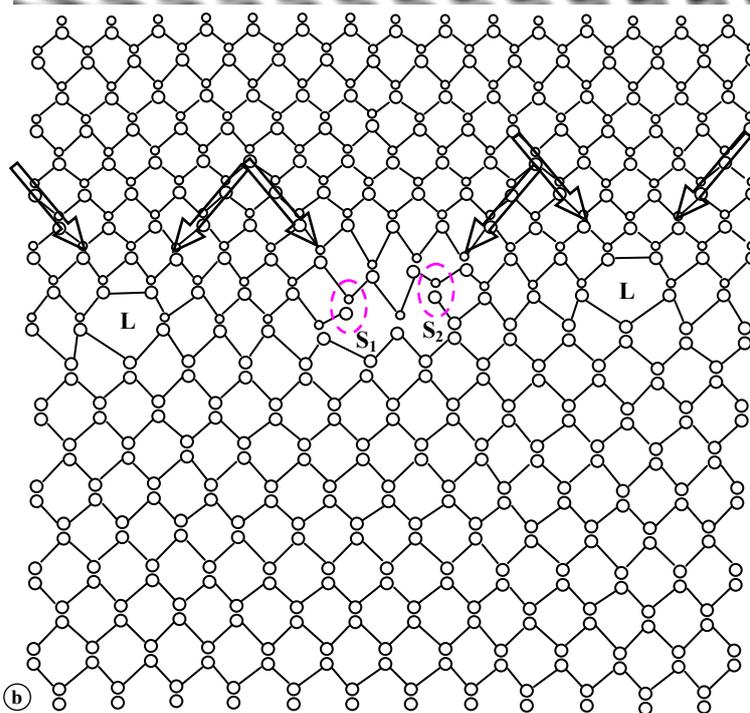
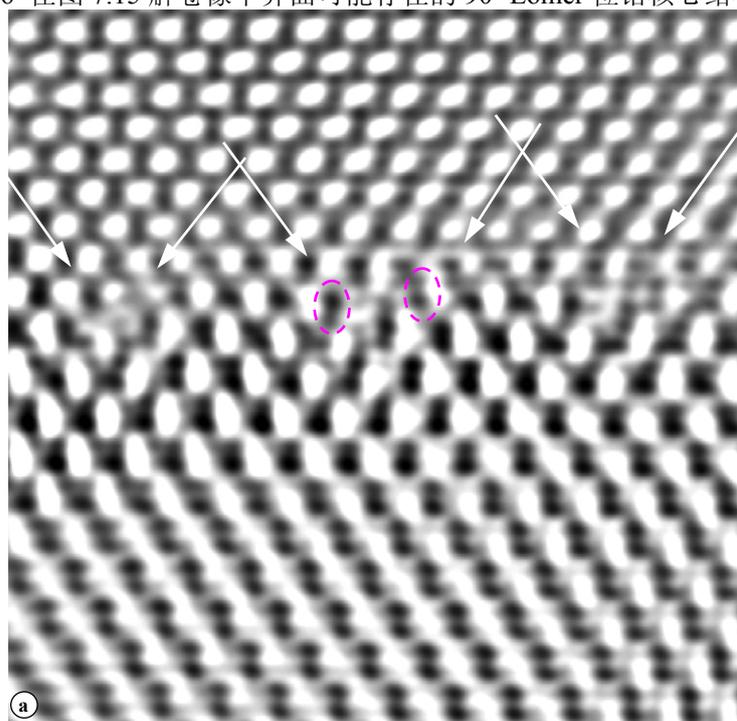


图 7.17(a)图 7.15(a)解卷像虚线框区的放大像, (b)与之对应的原子结构模型。

图 7.17(a)为图 7.15(a)解卷像虚线框区的放大像。从解卷像上可以清楚的分
 辨出两个  $60^\circ$ 位错 ( $S_1$  和  $S_2$ ) 额外 $\{111\}$ 半原子面终端 (如图 7.17 中椭圆标记)
 皆为“哑铃”对结构, 且“哑铃”上端和下端衬度不同。据此可判断终止于一对
 C-Si 原子, 两个  $60^\circ$ 位错皆为 shuffle 型。从而验证了本节开始给出的两个结论,
 即 3C-SiC/Si 界面  $60^\circ$ 位错的类型为 shuffle 型; 电镜的信息极限值小于 SiC (004)
 的晶面间距, 可用于区分两类  $60^\circ$ 位错。根据此像搭建的原子结构模型示于图
 7.17(b)。图 7.18(a)为与之对应的实验像放大像。可见实验像中黑点在原子位置上。
 图 7.18(b)为根据结构模型计算的高分辨模拟像, 离焦量为-17 nm, 晶体厚度为
 3.08 nm。模拟像与实验像相符, 证明了所搭建模型的正确性。

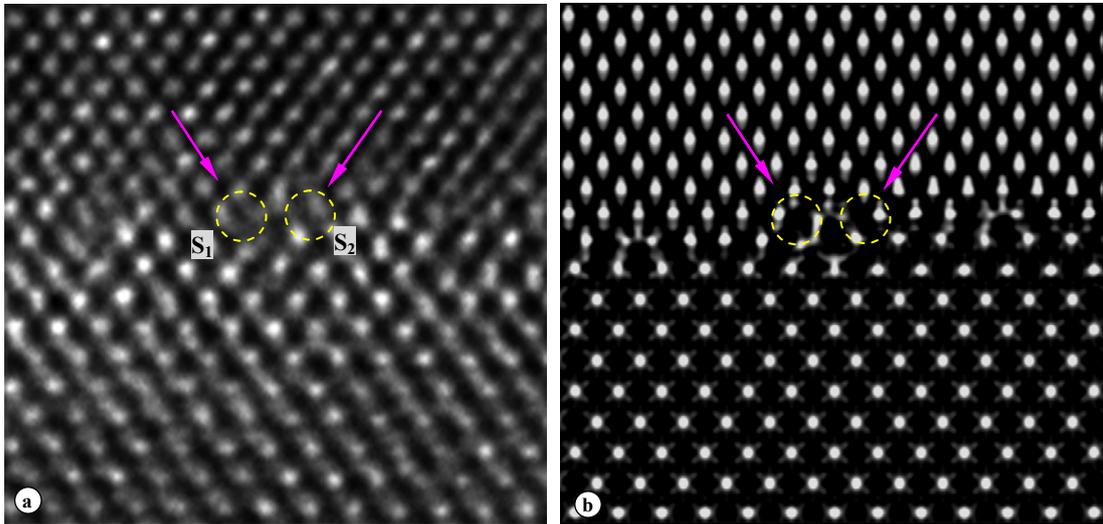


图 7.18 (a)对应于图 7.14(a)中虚线框区实验像的放大像;(b)根据模型得到的模拟像,
 离焦量-17 nm, 厚度 3.08 nm。额外 $\{111\}$ 半原子面终端位置用圆标记。

#### 7.4 本章小结

本章模拟了 200 kV 不同类型电镜下界面 shuffle 和 glide 型  $60^\circ$ 位错的高分辨
 像, 通过解卷处理得到接近信息极限的解卷像, 总结出区分两类  $60^\circ$ 位错的成像
 条件为电镜的信息极限需小于 SiC(004)的晶面间距或者说 004 衍射束必须参与成
 像。然后, 进一步从实验上加以证实, 对一张 3C-SiC/Si 界面球差校正场发射电
 镜实验像进行解卷处理, 从解卷像上确定出界面上的两个  $60^\circ$ 位错类型皆为
 shuffle 型。同时也证实了第六章的结论, 即由于 shuffle 型  $60^\circ$ 位错不易分解,
 3C-SiC/Si 界面上  $60^\circ$ 位错类型皆为 shuffle 型。

---

## 第八章 总结

本论文工作将高分辨像的图像处理方法应用到较大失配的半导体异质外延界面及其缺陷的研究中。通过高分辨像的解卷处理将不直接对应结构的高分辨像转化为反映结构的解卷像，并将像的分辨率提高至电镜的信息极限。这是本文工作相对于其它高分辨显微研究的特色，利用 200 kV LaB<sub>6</sub> 灯丝电镜研究了两种异质外延界面，AlSb/GaAs(100)和 3C-SiC/Si(001)的失配位错。在结构研究的基础上讨论了界面如何调整失配应变（应变弛豫），再结合高分辨像的几何相位分析（GPA）讨论了界面及其位错核心附近的应变场（应变分布）。对区分 3C-SiC/Si 界面中常存在的两类 60°全位错（shuffle 和 glide 型）所需的成像分辨率进行了详尽地分析研究。论文的主要结论如下：

（1）在 GaAs(100)衬底上分子束外延生长 AlSb 成核层时，失配度约为 8%，形成的 AlSb/GaAs 界面为粗糙型界面。利用赝弱相位物体近似像衬理论，根据 AlSb 薄膜完整晶体解卷像上原子衬度随晶体厚度的变化规律，判断出“哑铃”对的上部为 Al 原子下部为 Sb 原子，从而确定 AlSb/GaAs 界面类型为 AlAs 型。通过对[011]界面解卷像的分析确定出两类失配位错核心结构，其中 90°位错为 6-8 环结构，60°位错为 glide 型（额外的半原子面终端为 As 原子）。在此基础上，给出了较大失配的 AlSb/GaAs 界面的原子结构模型，根据模型计算得到的模拟像与实验像符合。

（2）通过 GPA 方法对 AlSb/GaAs 界面和失配位错核心的应变场分析发现，在界面附近完全弛豫的 AlSb 薄膜与未应变的衬底之间的过渡层的厚度约为 4.2 nm；位错核心区域的应变分布在一定条件下反映了位错核心的结构，当离焦量的变化、晶体倾斜和样品厚度的增大导致晶格条纹发生位移时则应变分布图不再反映位错核心的结构。

（3）在 Si(001)衬底上采用大气压化学气相沉积法生长 3C-SiC 薄膜时，失配度约为 20%，生长的 3C-SiC/Si(001)界面并不平整，存在台阶。在辨认出解卷像上“哑铃”对中 Si 和 C 原子相对位置的基础上，确定了 3C-SiC/Si(001)界面的基本结构类型为沿[110]方向投影的界面[如图 6.2(b)所示]。通过解卷像分析发现，

界面处存在  $90^\circ$  Lomer 位错、 $60^\circ$  全位错和  $90^\circ$  不全位错。进一步在原子分辨率水平确定了 Lomer 位错核心同时存在两种结构类型，分别为符合化学计量比的未重构结构和碳欠化学计量比的重构结构（如图 6.6 所示）； $60^\circ$  全位错核心的结构为 shuffle 型； $90^\circ$  不全位错确定为终止于 C 原子的单周期重构结构。基于以上界面缺陷的研究结果，提出了 3C-SiC/Si(001) 界面的原子结构模型，探讨了界面的应变弛豫机制，认为 3C-SiC/Si(001) 界面的应变为通过生长的非滑移型全位错（包括  $90^\circ$  Lomer 位错和 shuffle 型  $60^\circ$  全位错）和  $90^\circ$  不全位错（伴随堆垛层错）弛豫。

（4）由于  $\{111\}$  密排面为易滑移面以及生长条件精确控制的困难， $60^\circ$  位错常常存在于较大晶格失配的闪锌矿或金刚石结构异质结界面上， $60^\circ$  位错进一步分为 shuffle 和 glide 型，两者分解方式与性质截然不同。为了总结出区分这两类  $60^\circ$  位错的成像条件，分别模拟了 200 kV 不同类型电镜的 3C-SiC/Si 界面上  $60^\circ$  位错高分辨像，并通过解卷处理以得到接近信息极限的反映结构的解卷像。结果表明，当信息极限值小于 SiC(004) 的晶面间距，亦即 004 衍射束参与成像时，两类  $60^\circ$  位错可以从解卷像区分。并进一步从实验上加以证实，对一张 3C-SiC/Si 界面 300 kV 球差校正场发射电镜实验像进行解卷处理，从解卷像上确定出界面上的两个  $60^\circ$  位错类型皆为 shuffle 型。同时也证实了由于 shuffle 型  $60^\circ$  位错不易分解，3C-SiC/Si 界面上  $60^\circ$  位错类型为 shuffle 型。

---

## 参考文献

- [1]李方华, 电子晶体学与图像处理, 上海科学技术出版社, 上海, (2009).
- [2]De, Broglie, L, *Nature* (1923) 540.
- [3]C.J. Davisson, L.H. Germer, *Phys. Rev* **30** (1927) 705.
- [4]G.P. Thomson, A. Reid, *Nature* **119** (1927) 890.
- [5]M. Knoll, E. Ruska, *Zeit fur Tech Phys* **12** (1931) 389.
- [6]P.B. Hirsch, A. Howie, R.B. Nicholson, D.W. Pashley, M.J. Whelan, *Electron Microscopy of Thin Crystals*, Krieger Publishing Company, New York, 1977.
- [7]J.W. Menter, *Proc Roy Soc A* **236** (1956) 119.
- [8]S. Iijima, *J Appl Phys* **42** (1971) 5891.
- [9]N. Uyeda, T. Kobayashi, E. Suito, Y. Harada, M. Watanabe, *J Appl Phys* **43** (1972) 5181.
- [10]M. Haider, S. Uhlemann, E. Schwan, H. Rose, B. Kabius, K. Urban, *Nature* **392** (1998) 768.
- [11]M.A. O'Keefe, *Ultramicroscopy* **108** (2008) 196.
- [12]J.G. Allpress, E.A. Hewat, A.F. Moodie, J.V. Sanders, *Acta Crystallogr. A* **28** (1972) 528.
- [13]D.F. Lynch, M.A. O'Keefe, *Acta Crystallogr. A* **28** (1972) 536.
- [14]G.R. Anstis, D.F. Lynch, A.F. Moodie, M.A. O'Keefe, *Acta Crystallogr. A* **29** (1973) 138.
- [15]M.A. O'Keefe, *Acta Crystallogr. A* **29** (1973) 389.
- [16]M.A. O'Keefe, J. V. Sanders, *Acta Crystallogr. A* **31** (1975) 307.
- [17]J.M. Cowley, A.F. Moodie, *Acta Crystallogr* **10** (1957) 609.
- [18]J.M. Cowley, S. Iijima, *Z Naturforsch. A* **27** (1972) 445.
- [19]J.-O. Bovin, M. O'Keefe, M.A. O'Keefe, *Acta Crystallogr. A* **37** (1981) 42.
- [20]P.R. Buseck, J.M. Cowley, L. Eyring (Eds.), *High-Resolution Transmission Electron Microscopy: and Associated Techniques*, Oxford University Press, New

- 
- York, 1988, p. 244.
- [21]W. Coene, G. Janssen, M. OpdeBeeck, D. Van Dyck, *Phys. Rev. Lett* **69** (1992) 3743.
- [22]W.O. Saxton, *Ultramicroscopy* **55** (1994) 171.
- [23]D. Tang, H.W. Zandbergen, J. Jansen, M. OpdeBeeck, D. Van Dyck, *Ultramicroscopy* **64** (1996) 265.
- [24]H.W. Zandbergen, D. Tang, J. Jansen, R.J. Cava, *Ultramicroscopy* **64** (1996) 231.
- [25]M. OpdeBeeck, D. Van Dyck, W. Coene, *Ultramicroscopy* **64** (1996) 167.
- [26]M. OpdeBeeck, D. Van Dyck, *Ultramicroscopy* **64** (1996) 153.
- [27]D. Van Dyck, M. OpdeBeeck, *Ultramicroscopy* **64** (1996) 99.
- [28]W.M.J. Coene, A. Thust, M. OpdeBeeck, D. Van Dyck, *Ultramicroscopy* **64** (1996) 109.
- [29]李方华, *物理学报* **26** (1977) 193.
- [30]K. Ishizuka, M. Miyazaki, N. Uyeda, *Acta Crystallogr. A* **38** (1982) 408.
- [31]H.F. Fan, Z.Y. Zhong, C.D. Zheng, F.H. Li, *Acta Crystallogr. A* **41** (1985) 163.
- [32]S. Hovmöller, *Ultramicroscopy* **41** (1992) 121.
- [33]W. Dong, T. Baird, J.R. Fryer, C.J. Gilmore, D.D. MacNicol, G. Bricogne, D.J. Smith, M.A. O'Keefe, S. Hovmöller, *Nature* **355** (1992) 605.
- [34]D.L. Dorset, *Structural Electron Crystallography*, Plenum Press, New York and London, 1995.
- [35]W. Sinkler, L.D. Marks, *Ultramicroscopy* **75** (1999) 251.
- [36]叶恒强, 王元明主编, *透射电子显微学进展*, 科学出版社, (2003).
- [37]李方华, 范海福, *物理学报* **28** (1979) 276.
- [38]F.S. Han, H.F. Fan, F.H. Li, *Acta Crystallogr. A* **42** (1986) 353.
- [39]Y.W. Liu, H.F. Fan, C.D. Zheng, *Acta Crystallogr. A* **44** (1988) 61.
- [40]H.F. Fan, S.B. Xiang, F.H. Li, Q. Pan, N. Uyeda, Y. Fujiyoshi, *Ultramicroscopy* **36** (1991) 361.
- [41]W.Z. He, F.H. Li, H. Chen, K. Kawasaki, T. Oikawa, *Ultramicroscopy* **70** (1997) 1.
- [42]F.H. Li, *Microsc Res Tech* **40** (1998) 86.

- 
- [43]J.J. Hu, F.H. Li, H.F. Fan, *Ultramicroscopy* **41** (1992) 387.
- [44]Z.Q. Fu, D.X. Huang, F.H. Li, J.Q. Li, Z.X. Zhao, T.Z. Cheng, H.F. Fan, *Ultramicroscopy* **54** (1994) 229.
- [45]B. Lu, F.H. Li, Z.H. Wan, H.F. Fan, Z.Q. Mao, *Ultramicroscopy* **70** (1997) 13.
- [46]J. Liu, F.H. Li, Z.H. Wan, H.F. Fan, X.J. Wu, T. Tamura, K. Tanabe, *Mater Trans JIM* **39** (1998) 920.
- [47]H. Jiang, F.H. Li, Z.Q. Mao, *Micron* **30** (1999) 417.
- [48]J. Liu, F.H. Li, Z.H. Wan, H.F. Fan, X.J. Wu, T. Tamura, K. Tanabe, *Acta Crystallogr. A* **57** (2001) 540.
- [49]H.B. Wang, H. Jiang, F.H. Li, G.C. Che, D. Tang, *Acta Crystallogr. A* **58** (2002) 494.
- [50]F.H. Li, *Mater Chem Phys* **47** (1997) 118.
- [51]F.H. Li, *J Microsc* **190** (1998) 249.
- [52]F.H. Li, *Z. Kristallogr* **218** (2003) 279.
- [53]F.H. Li, D. Tang, *Acta Crystallogr. A* **41** (1985) 376.
- [54]D. Wang, F.H. Li, J. Zou, *Ultramicroscopy* **85** (2000) 131.
- [55]D. Wang, H. Chen, F.H. Li, K. Kawasaki, T. Oikawa, *Ultramicroscopy* **93** (2002) 139.
- [56]D. Wang, J. Zou, W.Z. He, H. Chen, F.H. Li, K. Kawasaki, T. Oikawa, *Ultramicroscopy* **98** (2004) 259.
- [57]关绍康, 材料科学基础, in: 2005 年国家级精品课程, 郑州大学材料科学与工程学院 <http://www2.zzu.edu.cn/classware/fms/>.
- [58]维基百科编者, 位错, 维基百科, 自由的百科全书 <http://zh.wikipedia.org>, (2009).
- [59]D. Hull, D.J. Bacon, *Introduction to Dislocations*. 4<sup>th</sup> ed, Butterworth-Heinemann, Oxford, (2001).
- [60]黄孝瑛, 材料微观结构的电子显微分析, 冶金工业出版社, 北京, 2008, p. 421.
- [61]进藤大辅, 平贺贤二著, 刘安生译, 材料评价的高分辨电子显微学方法, 冶

- 
- 金工业出版社, 北京, (1998).
- [62]杨顺华, 晶体位错理论基础, 科学出版社, 北京, (1998).
- [63]潘金生, 仝健民, 田民波, 材料科学基础, 清华大学出版社, 北京, (1998).
- [64]A.T. Blumenau, M.I. Heggie, C.J. Fall, R. Jones, T. Frauenheim, *Phys. Rev. B* **65** (2002) 205205.
- [65]A.F. Schwartzman, R. Sinclair, *J. Electron. Mater.* **20** (1991) 805.
- [66]许并社, 材料界面的物理与化学, 化学工业出版社, 北京, (2006).
- [67]吴自勤, 王兵, 薄膜生长, 科学出版社, 北京, (2001).
- [68]唐春艳, 晶体面缺陷结构及相关高分辨电子显微像图像处理方法研究, PhD thesis, 中科院物理研究所, (2006).
- [69]王蓉, 电子衍射物理教程, 冶金工业出版社, 北京, 2002.
- [70]O. Scherzer, *J. Appl. Phys* **20** (1949) 20.
- [71]D. Tang, C.M. Teng, J. Zou, F.H. Li, *Acta Crystallogr. B* **42** (1986) 340.
- [72]C.Y. Tang, F.H. Li, R. Wang, J. Zou, X.H. Zheng, J.W. Liang, *Phys. Rev. B* **75** (2007) 184103.
- [73]J.J. Hu, F.H. Li, *Ultramicroscopy* **35** (1991) 339.
- [74]D.X. Huang, W.Z. He, F.H. Li, *Ultramicroscopy* **62** (1996) 141.
- [75]H.B. Wang, Y.M. Wang, F.H. Li, *Ultramicroscopy* **99** (2004) 165.
- [76]F. Thon, *Electron Microscopy in Materials Science*, Academic, New York, (1971).
- [77]何万中, 晶体缺陷高分辨电子显微图像处理方法研究, PhD thesis, 中科院物理研究所, (1997).
- [78]王凤莲, 李莹, *电子显微学报* **23** (2004) 511.
- [79]C.Y. Tang, F.H. Li, *J. Electron. Microsc* **54** (2005) 445.
- [80]G. Mobus, G. Necker, M. Ruhle, *Ultramicroscopy* **49** (1993) 46.
- [81]王迪, 高分辨电子显微像图像处理方法研究及其在确定原子尺度晶体缺陷中的应用, PhD thesis, 中科院物理研究所, (2001).
- [82]L.D. Marks, *Ultramicroscopy* **12** (1984) 237.
- [83]W. Coene, A.J.E.M. Jansen, *Scanning Microsc Suppl* **6** (1992) 379.
- [84]H.W. Zandbergen, D. Tang, D. Van Dyck, *Ultramicroscopy* **64** (1996) 185.
- [85]M. Lentzen, B. Jahnen, C.L. Jia, A. Thust, K. Tillmann, K. Urban,

- 
- Ultramicroscopy **92** (2002) 233.
- [86]A. Thust, W.M.J. Coene, M. OpdeBeeck, D. Van Dyck, Ultramicroscopy **64** (1996) 211.
- [87]M. Ladd, R. Palmer, Structure Determination by X-ray Crystallography, Kluwer Academic/Plenum, New York, (2003), p. 326.
- [88]F.H. Li, D. Wang, W.Z. He, H. Jiang, J. Electron. Microsc **49** (2000) 17.
- [89]万威, 高分辨电子显微学的晶体缺陷结构表征及球差校正电镜像衬研究, PhD thesis, 中科院物理研究所, (2008).
- [90]H. Kroemer, Physica. E **20** (2004) 196.
- [91]S. Subbanna, J. Gaines, G. Tuttle, H. Kroemer, S. Chalmers, J.H. English, J. Vac. Sci. Technol. B **7** (1989) 289.
- [92]H.S. Kim, Y.K. Noh, M.D. Kim, Y.J. Kwon, J.E. Oh, Y.H. Kim, J.Y. Lee, S.G. Kim, K.S. Chung, J. Cryst. Growth **301-302** (2007) 230.
- [93]W. Qian, M. Skowronski, R. Kaspi, M. DeGraef, V.P. Dravid, J. Appl. Phys **81** (1997) 7268.
- [94]A. Jallipalli, G. Balakrishnan, S.H. Huang, A. Khoshakhlagh, L.R. Dawson, D.L. Huffaker, J. Cryst. Growth **303** (2007) 449.
- [95]A. Trampert, E. Tournie, K.H. Ploog, Appl. Phys. Lett **66** (1995) 2265.
- [96]F.R. Chen, J.J. Kai, L. Chang, J.Y. Wang, W.J. Chen, J. Electron Microsc **48** (1999) 827.
- [97]J.J. Hu, N. Tanaka, J. Electron. Microsc **47** (1998) 581.
- [98]万威, 唐春艳, 王玉梅, 李方华, 物理学报 **54** (2005) 4273.
- [99]李方华, 稀有金属材料与工程 **31** (2002) 161.
- [100]F.H. Li, Sci. Technol. Adv. Mater. **6** (2005) 755.
- [101]Z.H. Li, W.X. Wang, L.S. Liu, H.C. Gao, Z.W. Jiang, J.M. Zhou, H. Chen, J. Cryst. Growth **301-302** (2007) 181.
- [102]J. Hornstra, J. Phys. Chem. Solids **5** (1958) 129.
- [103]A. Bourret, J. Desseaux, A. Renault, Philos. Mag. A **45** (1982) 1.
- [104]A. Vila, A. Cornet, J.R. Morante, P. Ruterana, M. Loubradou, R. Bonnet, Y. Gonzalez, L. Gonzalez, Philos. Mag. A **71** (1995) 85.

- 
- [105]A. Trampert, K.H. Ploog, *Cryst. Res. Technol* **35** (2000) 793.
- [106]G. Cicero, L. Pizzagalli, A. Catellani, *Phys. Rev. Lett* **89** (2002) 156101.
- [107]S. Lopatin, S.J. Pennycook, J. Narayan, G. Duscher, *Appl. Phys. Lett* **81** (2002) 2728.
- [108]N. Otsuka, C. Choi, Y. Nakamura, S. Nagakura, R. Fischer, C.K. Peng, H. Morkoc, *Appl. Phys. Lett* **49** (1986) 277.
- [109]A. Vila, A. Cornet, J.R. Morante, P. Ruterana, M. Loubradou, R. Bonnet, *J. Appl. Phys* **79** (1996) 676.
- [110]M. Losurdo, P. Capezzuto, G. Bruno, A.S. Brown, T. Brown, G. May, *J. Appl. Phys* **100** (2006) 013531.
- [111]M.J. Hÿtch, E. Snoeck, R. Kilaas, *Ultramicroscopy* **74** (1998) 131.
- [112]A. Rocher, E. Snoeck, *Thin Solid Films* **319** (1998) 172.
- [113]E. Snoeck, B. Warot, H. Arduin, A. Rocher, M.J. Casanove, R. Kilaas, M.J. Hÿtch, *Thin Solid Films* **319** (1998) 157.
- [114]M.J. Hÿtch, F. Houdellier, *Microelectron Eng* **84** (2007) 460.
- [115]J. Zou, D.J.H. Cockayne, *Appl. Phys. Lett* **63** (1993) 2222.
- [116]J.H. Chung, L. Rabenberg, *Ultramicroscopy* **108** (2008) 1595.
- [117]S. Kret, P. Dluzewski, P. Dluzewski, E. Sobczak, *J Phys Condens Matter* **12** (2000) 10313.
- [118]S. Kret, P. Dluzewski, P. Dluzewski, J.Y. Laval, *Philos Mag* **83** (2003) 231.
- [119]E. Guerrero, P. Galindo, A. Yanez, T. Ben, S.I. Molina, *Microsc Microanal* **13** (2007) 320.
- [120]M. Hanbucken, J.P. Deville (Eds.), *Stress and Strain in Epitaxy: theoretical concepts, measurements and applications*, Elsevier Science, Amsterdam, 2001, p. 201-219.
- [121]M.J. Hÿtch, T. Plamann, *Ultramicroscopy* **87** (2001) 199.
- [122]A. Vila, A. Cornet, J.R. Morante, *Appl. Phys. Lett* **68** (1996) 1244.
- [123]G.S. Chung, K.S. Kim, B. Kor. *Chem. Soc* **28** (2007) 533.
- [124]D. Chaussende, F. Mercier, A. Boulle, F. Conchon, M. Soueidan, G. Ferro, A. Mantzari, A. Andreadou, E.K. Polychroniadis, C. Balloud, S. Juillaguet, J.

- 
- Camassel, M. Pons, *J. Cryst. Growth* **310** (2008) 976.
- [125]H. Morkoc, S. Strite, G.B. Gao, M.E. Lin, B. Sverdlov, M. Burns, *J. Appl. Phys* **76** (1994) 1363.
- [126]V. Cimalla, J. Pezoldt, O. Ambacher, *J. Phys. D: Appl. Phys* **40** (2007) 6386.
- [127]D.J. As, T. Frey, D. Schikora, K. Lischka, V. Cimalla, J. Pezoldt, R. Goldhahn, S. Kaiser, W. Gebhardt, *Appl. Phys. Lett* **76** (2000) 1686.
- [128]C.W. Liu, J.C. Sturm, *J. Appl. Phys* **82** (1997) 4558.
- [129]S. Nishino, H. Suhara, H. Ono, H. Matsunami, *J. Appl. Phys* **61** (1987) 4889.
- [130]M. Kitabatake, M. Deguchi, T. Hirao, *J. Appl. Phys* **74** (1993) 4438.
- [131]M. Kitabatake, J.E. Greene, *Jpn. J. Appl. Phys: Part 1* **35** (1996) 5261.
- [132]K. Zekentes, V. Papaioannou, B. Pecz, J. Stoemenos, *J. Cryst. Growth* **157** (1995) 392.
- [133]G. Ferro, Y. Monteil, H. Vincent, F. Cauwet, J. Bouix, P. Durupt, J. Olivier, R. Bisaro, *Thin Solid Films* **278** (1996) 22.
- [134]L. Pizzagalli, G. Cicero, A. Catellani, *Phys. Rev. B* **68** (2003) 195302.
- [135]C. Long, S.A. Ustin, W. Ho, *J. Appl. Phys* **86** (1999) 2509.
- [136]P. Käckell, J. Furthmüller, F. Bechstedt, *Phys. Rev. B* **58** (1998) 1326.
- [137]D.M. Hwang, S.A. Schwarz, T.S. Ravi, R. Bhat, C.Y. Chen, *Phys. Rev. Lett* **66** (1991) 739.
- [138]D.M.D. Hwang, *Mater. Chem. Phys* **40** (1995) 291.
- [139]L.B. Freund, S. Suresh, *Thin film materials: stress, defect formation, and surface evolution*, Cambridge University Press, (2003).
- [140]W.L. Zhu, J.L. Zhu, S. Nishino, G. Pezzotti, *Appl. Surf. Sci* **252** (2006) 2346.
- [141]L.A. Falkovsky, J.M. Bluet, J. Camassel, *Phys. Rev. B* **57** (1998) 11283.
- [142]X.H. Zheng, B. Qu, Y.T. Wang, Z.Z. Dai, J.Y. Han, H. Yang, J.W. Liang, *J. Cryst. Growth* **233** (2001) 40.
- [143]J. Taftø, J.C.H. Spence, *J. Appl. Crystallogr* **15** (1982) 60.
- [144]D. Gerthsen, *Philos. Mag. A* **67** (1993) 1365.
- [145]E. Spiecker, *Ultramicroscopy* **92** (2002) 111.
- [146]E. Spiecker, W. Jäger, *J. Phys: Condens. Matter* **14** (2002) 12767.

- 
- [147]M. Lazar, G. Wagner, *Cryst. Res. Technol* **32** (1997) 111.
- [148]E. Bustarret, D. Vobornik, A. Roulot, T. Chassagne, G. Ferro, Y. Monteil, E. Martinez-Guerrero, H. Mariette, B. Daudin, L.S. Dang, *Phys. Status. Solidi. A* **195** (2003) 18.
- [149]J. Zou, D.J.H. Cockayne, *J. Appl. Phys* **77** (1995) 2448.
- [150]A. Vila, A. Cornet, J.R. Morante, P. Ruterana, M. Loubradou, R. Bonnet, Y. González, *Philos. Mag. A* **71** (1995) 85.
- [151]P.K. Sitch, R. Jones, S. Öberg, M.I. Heggie, *Phys. Rev. B* **52** (1995) 4951.
- [152]X.J. Ning, P. Pirouz, *J. Mater. Res* **11** (1996) 884.
- [153]A.T. Blumenau, C.J. Fall, R. Jones, S. Öberg, T. Frauenheim, P.R. Briddon, *Phys. Rev. B* **68** (2003) 174108.
- [154]A. Valladares, A.K. Petford-Long, A.P. Sutton, *Philos. Mag. Lett* **79** (1999) 9.
- [155]D. Gerthsen, D.K. Biegelsen, F.A. Ponce, J.C. Tramontana, *J. Cryst. Growth* **106** (1990) 157.
- [156]T.J. Gosling, *J. Appl. Phys* **74** (1993) 5415.
- [157]J. Zou, D.J.H. Cockayne, *J. Appl. Phys* **74** (1993) 925.
- [158]J. Zou, D.J.H. Cockayne, *Phys. Rev. B* **49** (1994) 8086.
- [159]J.P. Hirth, J. Lothe, *Theory of dislocations*. 2<sup>nd</sup> ed, John Wiley & Sons, Inc New York, 1982.
- [160]A.J. McGibbon, S.J. Pennycook, J.E. Angelo, *Science* **269** (1995) 519.
- [161]C.Y. Tang, J.H. Chen, H.W. Zandbergen, F.H. Li, *Ultramicroscopy* **106** (2006) 539.

---

## 致 谢

本博士学位论文工作是在我的导师李方华院士的精心指导和帮助下完成的。在攻读博士学位的三年里，我从当初对科研毫无所知到如今掌握了其完整的过程，这样质的进步是李老师循循善诱的结果。在李老师身上给我印象最深的是她对科研的严谨以及对学生的谆谆教诲。她的严谨从她所著的《电子晶体学与图像处理》一书的字里行间和我们的论文那密密麻麻的修改意见中都极好地予以体现。对我们的谆谆教诲不只从科研的方法、作风、素养等方面，甚至是为人的道理，都无不体现了长辈对晚辈的关心。所以，我一直都认为当初坚持报考物理所的正确与幸运。在此，谨向李老师您表示诚挚的感谢，祝您身体健康。

感谢澳大利亚 Queensland 大学邹进教授对我文章认真细致的修改，在与邹老师的交流过程中，让我获得了丰富的半导体知识，既开阔了视野又使我认识到自己所学的不足。感谢段晓峰老师在 AlSb/GaAs 材料应变研究中给予的悉心指导。感谢陈弘研究员提供 AlSb/GaAs 实验样品。感谢 FEI 公司汤栋博士提供球差校正高分辨像。感谢本组张芸老师、王玉梅老师在电镜理论和实验操作、样品制备等方面的指导以及生活上的关心。感谢何凤杰老师在日常生活上的帮助。

感谢我的母亲。从我大学本科二年级开始，我的家庭一直处于经济困难中，母亲下岗后，曾三年多独自在老家靠整天浸泡在水里做酸菜赚取每月不足 500 元的工资，却还省吃俭用地存钱。其后与父亲一起在广州打工，两年多一直做着寄人篱下的保姆工作。2007 年开始从事棋牌馆收银工作，每天工作也将近 12 个小时。母亲的经历让我铭记于心，也诠释了她为什么从小能给我如此大的影响。

感谢我的妻子。在那个早晨，我从睡梦中被电话叫醒，她告诉我她刚生下了孩子，她们现在很好，问我想知道是男孩还是女孩。我为不能守护在她身边看着孩子的出生而至今心存愧疚。在博士求学的三年里，我每半年回家一次，每次回家孩子都变化很大。妻子为此一个人担负了两个人的责任以支持着我的求学。

最后感谢本组已毕业的万威、李雪明、葛炳辉师兄平时科研工作中的帮助与启发，以及与邢志刚博士，高汉超、张杰、曾伦杰、马超、贺小庆同学的有益讨论。

---

## 攻读博士学位期间已发表和待发表文章目录

- 1 C. Wen, Y.M. Wang, W. Wan, F.H. Li, J.W. Liang, J. Zou. Nature of interfacial defects and their roles in strain relaxation at highly lattice mismatched 3C-SiC/Si (001) interface. (To be submitted).
- 2 C. Wen, F.H. Li, H. Chen, H.C. Gao, J. Zou. Atomic configuration of AlSb/GaAs (100) interface by image deconvolution technique in HREM. (In preparation).
- 3 C. Wen, W. Wan, D. Tang, F.H. Li. Distinguishing shuffle and glide types for 60° interfacial dislocation by image deconvolution. (In preparation).
- 4 H.C. Gao, C. Wen, W.X. Wang, Z.W. Jiang, D.Z. Wu, C.L. Yang, T. He, H. Li, J.M. Zhou, H. Chen. The study of AlGaSb/GaSb quantum wells grown on GaSb buffer by using optimized AlSb nucleation layer, *Journal of Semiconductors* (Submitted).
- 5 贺小庆, 温才, 卢朝靖, 段晓峰. AlSb/GaAs 异质外延薄膜应变的 HRTEM 几何相位分析, 电子显微学报 (已接受) .
- 6 C. Wen, W. Wan, F.H. Li, Z.H. Li, J.M. Zhou, H. Chen. HRTEM study on misfit dislocation cores at the AlSb/GaAs interface, in: *Proceedings of the 9<sup>th</sup> Asian-Pacific Microscopy Conference* (Jeju, Korea 2008), 531-532.
- 7 C. Wen, Y.M. Wang, W. Wan, F.H. Li Study on atomic configuration of stacking fault in 3C-SiC by HREM, in: *Proceedings of the International 12<sup>th</sup> Beijing Conference and Exhibition on Instrumental Analysis* (Beijing, 2007) A17.
- 8 温才, 万威, 李方华, 李志华, 周均铭, 陈弘. AlSb/GaAs 界面失配位错核心结构的研究, 电子显微学报 (2008 年全国电子显微学会议论文集, 银川), 2008 (增刊) : 1-2.