

На правах рукописи

ПЕТРАКОВ Анатолий Павлович

РЕНТГЕНОВСКИЕ МЕТОДЫ ДИФРАКЦИИ,
РЕФЛЕКТОМЕТРИИ И ФАЗОВОГО КОНТРАСТА
В ИССЛЕДОВАНИИ ПРИПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ

01.04.01 – приборы и методы экспериментальной физики

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
доктора физико-математических наук

Сыктывкар – 2005

Работа выполнена на физическом факультете
Сыктывкарского государственного университета.

Научный консультант: член-корреспондент РАН
Асхабов Асхаб Магомедович

Официальные оппоненты: доктор физико-математических наук,
профессор Кютт Регинальд Николаевич

доктор физико-математических наук,
профессор Фофанов Анатолий Дмитриевич

доктор физико-математических наук,
профессор Брызгалов Александр Николаевич

Ведущая организация: Физико-технический институт Уральского
Отделения РАН, г.Ижевск

Защита состоится «___»_____2005 г.
в _____ на заседании диссертационного совета Д 212.275.03 по
защите диссертаций на соискание ученой степени доктора физико-
математических наук при Удмуртском государственном университете
по адресу: 426034 г.Ижевск, ул. Университетская, д.1.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Удмуртского
государственного университета

Автореферат разослан «___»_____2005 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета Д 212.275.03,
кандидат физико-математических наук, доцент

П.Н.Крылов

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность темы и основные задачи исследований. Современные материалы, особенно полупроводниковые, создаются в процессе сложной технологической обработки. Физические характеристики материалов в значительной степени определяются структурой, поэтому решить задачу создания материалов с заданными свойствами помогают методы, надежно регистрирующие такие структурные изменения, как толщина деформированного слоя, профиль деформации, тип дефектов, их размер и концентрацию. Наиболее надежные и технически простые методы определения структуры кристаллических материалов основаны на анализе дифракционного рассеяния рентгеновских лучей [1-6]. Согласно динамической теории рассеяния, даже незначительное изменение структуры приводит к заметному угловому перераспределению интенсивности прошедшей и дифрагированной волн [7-12]. Экспериментально зарегистрировать это стало возможно после создания двух- и трехкристальных рентгеновских дифрактометров.

Высокоразрешающая рентгеновская дифрактометрия дает возможность исследовать дефекты кристаллической решетки. Рассеяние рентгеновских лучей дефектами получило название диффузного. Выделить диффузное рассеяние позволяет трехкристальная схема дифракции [13-18]. Анализ дифракционного отражения рентгеновских лучей кристаллами позволяет также исследовать крупномасштабный рельеф поверхности и динамически рассеивающие блоки.

Технология создания полупроводниковых приборов широко использует нанесение различными способами пленок на подложки. Поверхность пленок и особенно подложек сильно влияет на электрические свойства приборов. Геометрические и физические свойства поверхности позволяют определять методы рентгеновской рефлектометрии, основанные на измерении отражательной способности рентгеновских лучей поверхностью материала вблизи критического угла ПВО. Угловой диапазон измерений в этих методах составляет десятки угловых минут, а полуширина падающего на образец излучения измеряется угловыми секундами. Данные условия съемки накладывают жесткие требования к аппаратуре, поэтому наибольшее распространение получили рефлектометры, созданные на базе высококоразрешающих дифрактометров.

Создание высококоразрешающих дифрактометров способствовало развитию методов, основанных на преломлении рентгеновских лучей. Явление преломления рентгеновских лучей долгое время не использовалось вследствие малости углов преломления (единицы и десятые

доли угловых секунд). Возможность регистрации таких углов преломления появилась с развитием техники высокоразрешающей рентгеновской дифрактометрии. Метод, позволяющий необычайно сильно увеличить контраст слабо поглощающих материалов за счет сочетания явлений преломления и дифракции рентгеновских лучей, получил название рентгеновского фазового контраста. Фазоконтрастные исследования открывают широкие возможности для определения внутренней макроструктуры слабо поглощающих объектов, особенно, в области медицины.

Кроме медико-биологических аморфных объектов, вызывают большой интерес и нефтяные дисперсные системы. Высокоразрешающие схемы рентгеновской дифракции позволяют комплексно изучить их структуру методами малоуглового рассеяния, рефлектометрии и фазового контраста. Исследование нефтяных дисперсных систем окажет помощь в познании процесса образования их и создания высокотехнологических методов переработки.

Из выше изложенного следует, что настоящая работа посвящена актуальной проблеме.

Цель работы состояла в развитие комплексной методики экспериментального исследования высокоразрешающими рентгеновскими дифракционными методами деформации и дефектов в приповерхностных слоях монокристаллов, определении рефлектометрическими методами геометрических и физических свойств поверхности, изучении фазоконтрастными методами границ слабо поглощающих материалов, в том числе:

1. Рентгенодифракционные исследования зависимости изменения структуры кремния от условий лазерной диффузии примеси. Сравнение кристаллических структур, легированных лазерной диффузией, с имплантированными ионами и полученными термической диффузией примеси.

2. Определение геометрических свойств поверхности монокристаллов кремния и пленок на ней, полученных лазерным напылением и термическим окислением.

3. Изучение макроструктуры материалов, слабо поглощающих рентгеновское излучение.

Научная новизна определяется совокупностью результатов, сформулированных в заключении диссертации. Новые основные результаты работы состоят в следующем:

1. Впервые проведены рентгенодифракционные исследования лазерной диффузии примеси из пленок в монокристаллические кремниевые подложки.

2. На основе рентгенодифракционных данных проведено сравнение зависимости изменения структуры приповерхностных слоев

монокристаллов кремния от методов легирования: ионной имплантации, лазерной и термической диффузии.

3. Предложен простой метод оценки плотности дислокационных петель на основе анализа кривых трехкristальной рентгеновской дифрактометрии.

4. Впервые рентгеновскими интегральными и дифференциальными рефлектометрическими методами определена зависимость геометрических характеристик пленок бора от условий миллисекундного лазерного напыления.

5. Рентгеновскими рефлектометрическими методами исследованы пленки, полученные лазерным напылением природных углеводородных материалов, содержащих фуллерены.

6. Впервые рентгеновскими рефлектометрическими методами изучено лазерное испарение окисной пленки с поверхности кремния.

7. Впервые измерена температура воздуха внутри лазерного шнура методом фазового контраста.

8. Проведены фазоконтрастные исследования капилляров в зависимости от геометрического расположения в них слабо поглощающих аморфных веществ. Изучено локальное изменение плотности растворов в процессе растворения кристаллов.

9. Впервые исследована трансформация сложных структурных единиц нефтяных дисперсных систем в процессе миллисекундного лазерного облучения.

10. Рентгеновскими рефлектометрическими методами изучено изменение геометрических свойств высокопарафинистых нефтяных систем с течением времени.

11. Впервые фазоконтрастными методами изучена зависимость состояния высокопарафинистых нефтяных систем от температуры.

Основные положения, выносимые на защиту.

1. Проведение высокоразрешающих рентгеновских дифракционных исследований деформации и дефектов в приповерхностной области монокристаллов кремния вызванных твердофазной лазерной диффузией. Изучение влияния миллисекундных лазерных импульсов на структуру кремния с примесью. Методика получения параметров стартового приближения при подгонке расчетных кривых θ - 2θ к экспериментальным, примененная для исследования деформированной структуры. В основе методики лежит использование интенсивности главных пиков на кривых трехкristальной рентгеновской дифрактометрии.

2. Определение, рефлектометрическими методами зависимости шероховатости пленок от условий лазерного напыления в режиме свободной генерации. Использование рентгеновской рефлектометрии

для контроля за качеством тугоплавких материалов напыляемых миллисекундными лазерными импульсами.

3. Рефлектометрические исследования границы между окисной пленкой и кремниевой подложкой. Изучение возможности удаления окисной пленки с поверхности кремния путем миллисекундного лазерного облучения.

4. Развитие фазоконтрастных методов исследования границ слабопоглощающих капилляров и обнаружения органических соединений на их стенках. Разработка методики определения температуры воздуха внутри лазерного луча и локального изменения плотности растворов в процессе растворения кристаллов.

5. Экспериментальные исследования рентгеновскими методами влияния лазерных и термических воздействий на структуру высокопарафинистых нефтяных дисперсных систем. Использование импульсных лазеров для изменения размера сложных структурных единиц.

Научная и практическая значимость.

1. Результаты исследований структуры приповерхностных слоев кристаллов, легированных ионной имплантацией, лазерной и термической диффузией, могут быть использованы в технологии создания полупроводниковых материалов с заданными свойствами.

2. Экспериментально полученные данные по миллисекундному лазерному напылению окажут помощь в решении задачи получения пленок высокого качества для рентгенооптических систем.

3. Фазоконтрастные исследования демонстрируют возможность изучения медико-биологических объектов, а также процессов происходящих в газах и жидкостях.

4. Исследование структуры нефтяных дисперсных систем и влияния на них лазерного излучения может быть использовано в понимании природы их образования и технологии уменьшения вязкости высокопарафинистых нефтей.

Апробация работы. Материалы диссертации докладывались и обсуждались на следующих конференциях, совещаниях и семинарах: International meeting «Interference phenomena in X-ray scattering» (Moscow, 1995), 3-th International meeting «X-ray topography and high resolution diffraction» (Palermo, 1996), 30-th International Geological Congress (China, 1996), I национальная конференция по применению рентгеновского и синхротронного излучений, нейтронов и электронов, РСНЭ-97 (Дубна, 1997), II Уральское кристаллографическое совещание «Кристаллография-98» (Сыктывкар, 1998), International meeting ХТОР 98 (Durham, Great Britain, 1998), XVIII European crystallographic meeting (Praha, 1998), II национальная конференция по применению рентгеновского и синхротронного излучений, нейтронов и электронов,

РСНЭ-99 (Москва, 1999), III Международный семинар «Минералогия и жизнь: биоминеральные гомологии» (Сыктывкар, 2000), III национальная конференция по применению рентгеновского и синхротронного излучений, нейтронов и электронов, РСНЭ-2001 (Москва, 2001), Международный научный семинар «Современные методы анализа дифракционных данных (рентгенотопография, дифрактометрия, электронная микроскопия)» (Великий Новгород, 2002), совещание «Рентгеновская оптика-2003» (Нижний Новгород, 2003), международная конференция «Углерод: минералогия, геохимия и космохимия» (Сыктывкар, 2003), IV национальная конференция по применению рентгеновского и синхротронного излучений, нейтронов и электронов, РСНЭ-03 (Москва, 2003), Международный научный семинар «Современные методы анализа дифракционных данных (рентгенотопография, дифрактометрия, электронная микроскопия)» (Великий Новгород, 2004).

Личный вклад автора. В диссертацию вошли результаты исследований проведенных автором в Сыктывкарском государственном университете. Автором поставлены научные задачи, выбраны пути их решения и предложены методы экспериментальных исследований. Все вошедшие в диссертацию оригинальные экспериментальные результаты получены самим автором.

Публикации. Основные результаты диссертации представлены в 31 статье, опубликованной в отечественных и зарубежных журналах, а также издательствами. Список основных работ приведен в конце автореферата.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, шести глав, заключения и основных результатов. Общий объем диссертации составляет 317 машинописных страниц, включая 224 страницы основного текста, 54 рисунка и 4 таблицы, список цитируемой литературы из 322 наименований.

Во введении обоснована актуальность выбранного направления исследований, сформулирована цель и новизна работы, основные положения, выносимые на защиту, практическая ценность полученных результатов. Приведен список основных публикаций по теме диссертации и краткое содержание диссертационной работы.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ

Во введении показана актуальность исследований, обоснован выбор объектов исследования и сформулированы основные задачи, решаемые в диссертации. Дано обоснование новизны, научной и практической ценности, полученных в работе результатов. Сформулированы научные положения, выносимые на защиту.

Формирование развиваемого в данной работе подхода к решению поставленных задач происходило в тесной взаимосвязи с теоретическими исследованиями, а также с учетом экспериментальных данных, полученных отечественными и зарубежными исследователями. Особое значение имели работы Takagi S. [7], Taurin D. [8], В.А.Бушуева [11], Р.Н.Кютта [13], А.А.Ломова [14] и других ученых.

В первой главе “Методы высоко разрешающей рентгеновской дифрактометрии, рефлектометрии, фазового контраста и объекты исследования” рассмотрены двух- и трехкристальные схемы дифракции. Проанализировано влияние деформации и дефектов кристаллической решетки приповерхностных слоев монокристаллов на кривые дифракционного отражения (КДО) и трехкристальной рентгеновской дифрактометрии (ТРД). Показаны достоинства и недостатки метода интегральных характеристик, особенности формирования кривых ТРД и влияние на них мозаичности и дисперсии образцов.

Угловое распределение интенсивности главного пика при сканировании анализатором с фиксированным углом поворота образца находится по формуле [19]:

$$I(\varepsilon) = R_1(0)R_2(\omega)R_3(0) [(\Delta\vartheta_{B1}^2 \pi^{1/2}) / (\Delta\vartheta_{ГП} 2(\ln 2)^{1/2})] \times \\ \times \exp[(-4\ln 2)(\varepsilon - 2\omega)^2 / \Delta\vartheta_{ГП}^2],$$

где R_1, R_2, R_3 – коэффициенты отражения от монохроматора, образца и анализатора, соответственно; ε, ω - углы поворота анализатора и образца, соответственно; $\Delta\vartheta_{B1}, \Delta\vartheta_{ГП}$ - ширина КДО монохроматора и главного пика, соответственно. Формула справедлива при угле поворота образца много больше ширины КДО ($|\omega| \gg \Delta\vartheta_B$). Ширина главного пика связана с шириной мозаичного распределения (Δ_M) выражением:

$$\Delta\vartheta_{ГП} = (2\Delta\vartheta_{B1}^2 + 4\Delta_M^2)^{1/2}.$$

Угловое распределение интенсивности псевдопика при тех же условиях съемки находится по формуле [19]:

$$I(\varepsilon) = R_1(-\omega)R_2(0)R_3(0) [\Delta\vartheta_{B2}\Delta\vartheta_{B3}\pi^{0.5} / \Delta\vartheta_{ПП} 2\ln 2] \exp[-4\ln 2(\varepsilon - \omega)^2 / \Delta\vartheta_{ПП}^2],$$

где $\Delta\vartheta_{B2}, \Delta\vartheta_{B3}$ - ширина КДО образца и анализатора, соответственно; $\Delta\vartheta_{ПП}$ - ширина псевдопика, которая связана с дисперсией (D) согласно формуле [19]:

$$\Delta\vartheta_{ПП} = (\Delta\vartheta_{B2}^2 + \Delta\vartheta_{B3}^2 + \Delta_M^2 + D^2)^{1/2}.$$

Приведены физические основы диффузии, факторы влияющие на коэффициенты диффузии и сегрегации, механизмы диффузии. Сделан анализ теоретических методов расчета диффузионных процессов в полупроводниках. Показаны отличия диффузии элементов III и V групп в монокристаллы кремния и германия. Отмечены особенности лазерной диффузии.

Рассмотрена теория взаимодействия ионов с атомами решетки, каскады столкновений, разупорядочение решетки и профиль распределения пробега ионов. Сделан анализ изменения поверхности и структуры приповерхностных слоев монокристаллов кремния, происходящие при лазерном облучении. Лазерное облучение позволяет изменять физические свойства приповерхностных слоев полупроводниковых материалов. Лазерное излучение может, как генерировать дефекты, так и отжигать. Тип, концентрация и плотность дефектов, генерируемых лазерными импульсами, зависят от энергии и количества импульсов.

Проанализированы факторы, влияющие на кривые рентгеновской рефлектометрии. Все кривые, получаемые в рамках рефлектометрии, делятся на интегральные и дифференциальные. Вид интегральных и дифференциальных кривых зависит от микрогеометрии поверхности образца. Ухудшение качества поверхности приводит к снижению максимального коэффициента отражения на интегральных кривых, уменьшению крутизны в области критического угла [20] и смещению его в сторону меньших углов. На дифференциальных кривых наблюдается падение интенсивности зеркального пика и рост аномального [21]. Для характеристики шероховатости поверхности вводятся параметры: σ и l_c - среднеквадратичная высота шероховатости и длина корреляции, соответственно. В первом приближении, коэффициент отражения зеркального пика на дифференциальных кривых связан с σ через фактор Дебая-Валлера [22]

$$R = R_0 \exp[-(4\pi\sigma\cos\theta/\lambda)^2],$$

R_0 - коэффициент отражения, вычисляемый по формуле Френеля. Интенсивность аномального пика зависит, как от среднеквадратичной высоты шероховатости, так и длины корреляции.

Среди физических характеристик определяемых методом рефлектометрии следует выделить возможность определения плотности поверхностных слоев, тонких пленок и толщины их. Плотность определяется по формуле [20]

$$\rho = \rho_m (\theta_{кэ}/\theta_{кв})^2,$$

ρ_m - плотность массивного материала, $\theta_{кэ}$ - экспериментально определенный критический угол, $\theta_{кв}$ - вычисленный критический угол. Кри-

тический угол можно найти по формуле $\vartheta_{\text{кв}} = (|\chi_{\text{hr}}|)^{1/2}$, где χ_{hr} - реальная часть поляризуемости.

Толщина пленки определяется по интерференции рентгеновских лучей, рассеянных верхней и нижней границами пленки. В результате интерференции на интегральных кривых, в области падения коэффициента отражения, появляются максимумы и минимумы.

Рентгенорефлектометрические исследования относятся к диагностике тонких приповерхностных слоев. Это объясняется глубиной проникновения рентгеновских лучей, которая составляет десятки ангстрем при угле падения менее критического и десятые доли микрона, если угол превышает критический.

При падении рентгеновских лучей, под малыми углами, на кристаллический объект может происходить дифракционное рассеяние от плоскостей, перпендикулярных поверхности [4]. Данная зеркально отраженная дифрагированная волна несет информацию о кристаллической структуре пленки нанесенной на кристаллическую подложку [23].

Приведена методика фазоконтрастных исследований. При прохождении через объект происходит изменение волнового фронта. В приближении геометрической оптики фаза волны прошедшей через объект определяется по формуле [24]

$$\varphi(x,y,z, k) = -k \int_{-\infty}^z \delta(x,y,z') dz' = -(r_e / k) \int_{-\infty}^z \rho(x,y,z') dz' ,$$

где ρ - электронная плотность, $k = 2\pi/\lambda$. Зависимость фазы от координаты приводит к преломлению рентгеновских лучей. Угловое отклонение в направлении перпендикулярном волновому фронту

$$\beta \approx (1/k) \left| \nabla_{xy} \varphi(x,y,z) \right| = \left| \nabla \int_{-\infty}^z [\delta(x,y,z')] dz' \right| .$$

На рис. 1 приведена схема установки получения фазоконтрастного изображения, на которой два монокристалла кремния определяют волновой фронт рентгеновских лучей и обеспечивают высокую угловую чувствительность к преломлению. Кристалл монохроматор задает волновой фронт и каллимирует луч, падающий на образец. Второй кристалл, вырезанный так же из монокристалла кремния, является анализатором и направляет плоские волны, прошедшие через образец, путем обычной дифракции в детектор или на фотопленку рис. 1.

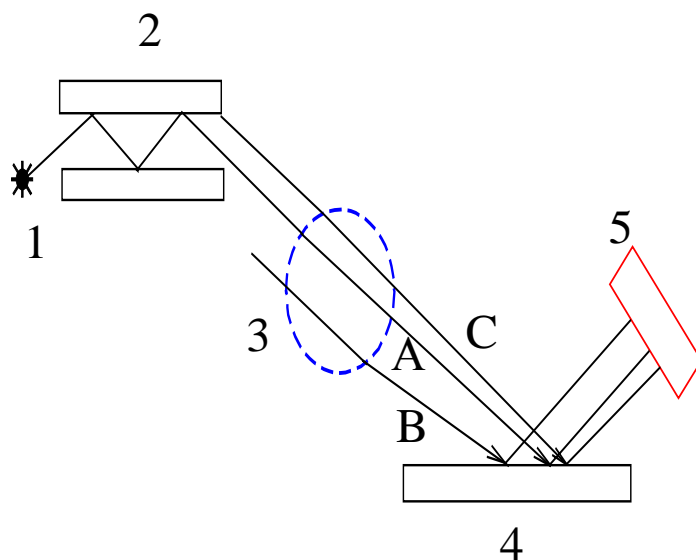


Рис. 1. Схема получения фазоконтрастных изображений. 1 - источник рентгеновского излучения, 2 - монохроматор, 3 - исследуемый образец, 4 - кристалл-анализатор, 5 - детектор или фотопленка, А, В, С - рентгеновские лучи.

Коэффициент преломления изменяется в образце, в результате чего искажается волновой фронт. Искажение сказывается на отражении анализатором, поскольку интенсивность излучения зарегистрированная детектором зависит от свертки волны прошедшей через объект с кривой дифракционного отражения анализатора. Ход трех рентгеновских лучей обозначен буквами А, В и С. Луч А падает на анализатор без преломления в образце. На практике это возможно при прохождении через центр цилиндрического объекта. При падении на границу раздела сред луч отклоняется на угол $\beta = \Delta n \operatorname{ctg} \vartheta$, где Δn - изменение показателя преломления, ϑ - угол скольжения.

Луч В испытывает преломление в образце, падает на анализатор под меньшим углом по сравнению с не преломленным лучом, а луч С преломляется в другую сторону, поэтому падает под большим углом. Для увеличения чувствительности установки к преломлению анализатор необходимо отклонить от точного брэгговского положения $\Delta \vartheta = 0$ в сторону отрицательных (меньших) углов, поскольку малоугловой склон КДО имеет более высокий градиент изменения интенсивности по сравнению с положительным склоном (рис. 2.).

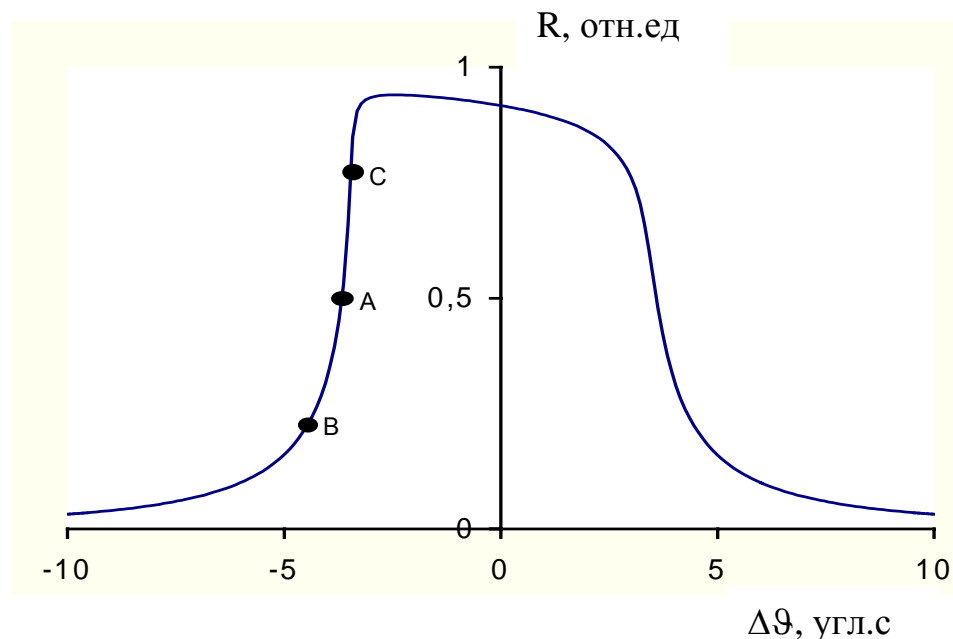


Рис. 2. Кривые дифракционного отражения Si (111) σ - поляризованного $\text{Cu K}_{\alpha 1}$ – излучения. Точки А, В, С – соответствуют лучам А, В, С на рис.1.

Рассмотрена структура и состав нефтяных дисперсных систем. Нефтяные дисперсные системы состоят из сложных структурных единиц (ССЕ) преимущественно сферической формы способных к самостоятельному существованию в соответствии со значением потенциала межмолекулярного взаимодействия. Рентгеноструктурный анализ является одним из основных методов определения строения упорядоченности материалов. Некристаллические материалы характеризуются ближним порядком, обусловленным конечными размерами атомов и молекул. Положение размытых дифракционных максимумов некристаллических материалов, а также их интенсивность дает информацию о строении. Размер ССЕ можно оценить на основе анализа малоуглового рассеяния рентгеновских лучей. Рефлектометрические и фазоконтрастные методы позволяют исследовать структуру приповерхностной области.

Во второй главе “Рентгенодифрактометрическое исследование изменения кристаллической решетки приповерхностных слоев в диффузионных процессах” проведены высокоразрешающие рентгенодифрактометрические исследования изменений структуры кремния от времени термической диффузии бора. На рис.3 приведены теоретические и экспериментальные кривые дифракционного отражения рентгеновских лучей снятые в режиме $\vartheta - 2\vartheta$. Нулевое значение угла соот-

ветствует точному брэгговскому положению, большие углы имеют положительный знак, а меньшие - отрицательный.

При подгонке теоретических кривых к экспериментальным было обнаружено, что в процессе термической диффузии бора в кремниевую подложку из напыленной пленки происходит сжатие решетки. Во временном интервале диффузии от 20 до 40 мин. практически наблюдается только увеличение деформированного слоя без изменения максимальной деформации. Дальнейшее увеличение времени сопровождается увеличением деформированного слоя с уменьшением величины эффективной деформации. Деформация, имея максимальное значение вблизи поверхности, спадает экспоненциально по мере продвижения в глубь кристалла (рис.4).

Основное внимание уделено структурным изменениям, происходящим при лазерной диффузии. Определены такие важные физико-технические характеристики как толщина диффузионного слоя, профили деформации и аморфизации кристаллической решетки, концентрации атомов примеси, размеры и концентрации дефектов. Обсуждается причина генерации дефектов при лазерной диффузии. В работе использована перспективная техническая реализация лазерной диффузии за счет облучения поверхности кристалла с напыленной пленкой с обратной стороны, т.е. со стороны подложки.

Из рис.5 видно, что профиль деформации кристаллической решетки образцов, облученных рубиновым лазером, имеет максимум на некотором расстоянии от поверхности. Деформация образцов, облученных CO_2 - лазером со стороны подложки, максимальна у поверхности. Построить профиль деформации для образцов, облученных CO_2 - лазером со стороны пленки, невозможно, так как их кривые $\vartheta-2\vartheta$ практически симметричны и совпадают с теоретической кривой недеформированного кристалла. Отсутствие деформации в образцах, облученных CO_2 - лазером со стороны пленки, не исключает диффузию примеси. Возможно, что диффузия имела место, но обусловленная ею концентрация примеси была настолько мала, что используемый метод не позволил зарегистрировать связанную с этой примесью деформацию решетки.

Тип дефектов, их размер и концентрация определялись на основе анализа диффузных максимумов на трехкристалльных кривых. Зависимость интенсивности симметричной части диффузного рассеяния рентгеновских лучей от расстояния q между узлом обратной решетки (111) и сферой Эвальда приведены на рис.6. Данные соответствуют лазерной диффузии алюминия. Углы наклона прямых линий на рис. 6 указывает на дефекты типа дислокационных петель, поскольку для них модуль тангенса угла наклона равен $n = 1$ в хуанговской области

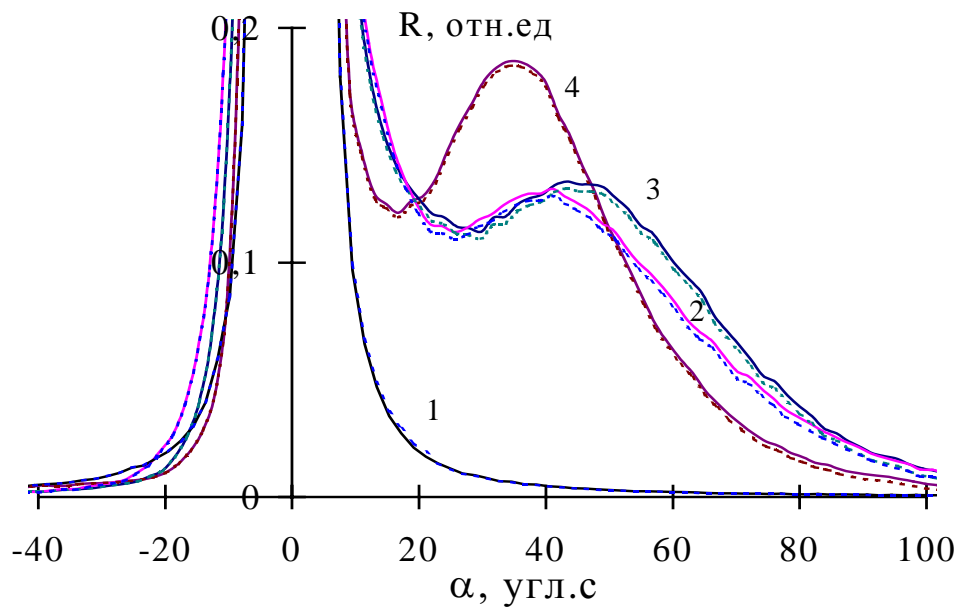


Рис.3. Экспериментальные (сплошные) и теоретические (пунктирные) кривые $\vartheta - 2\vartheta$: 1 – до диффузии, 2 – после диффузии в течение 20, 3 – 40, 4 – 60 мин.

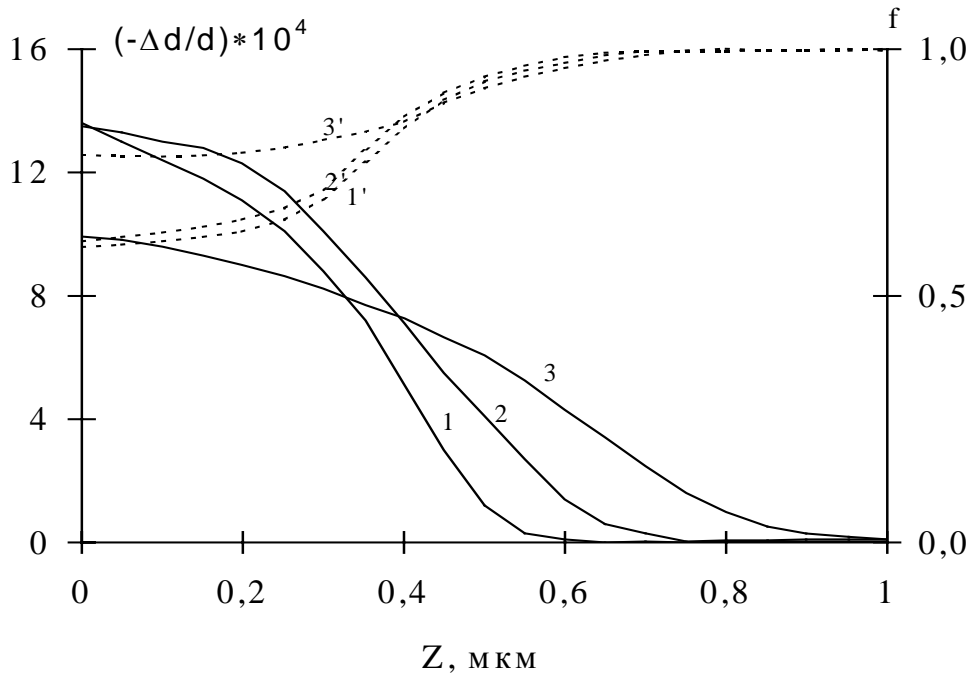


Рис.4. Профили пространственного распределения деформации $\Delta d(z)/d$ (сплошные линии) и статического фактора Дебая-Валлера $f(z)$ (пунктирные). 1, 1' - после диффузии в течение 20 мин, 2, 2' - 40 мин, 3, 3' - 60 мин.

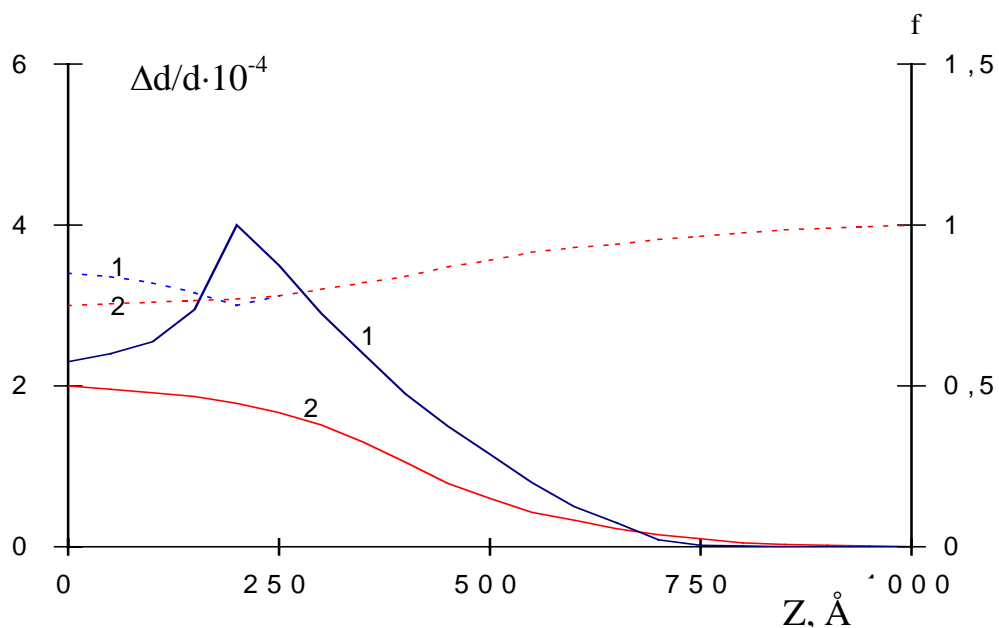


Рис. 5. Профили пространственного распределения деформации $\Delta d(z)/d$ (сплошные линии) и статического фактора Дебая-Валлера $f(z)$ (пунктирные) образцов, облучённых рубиновым лазером (1) и CO_2 - лазером со стороны подложки (2).

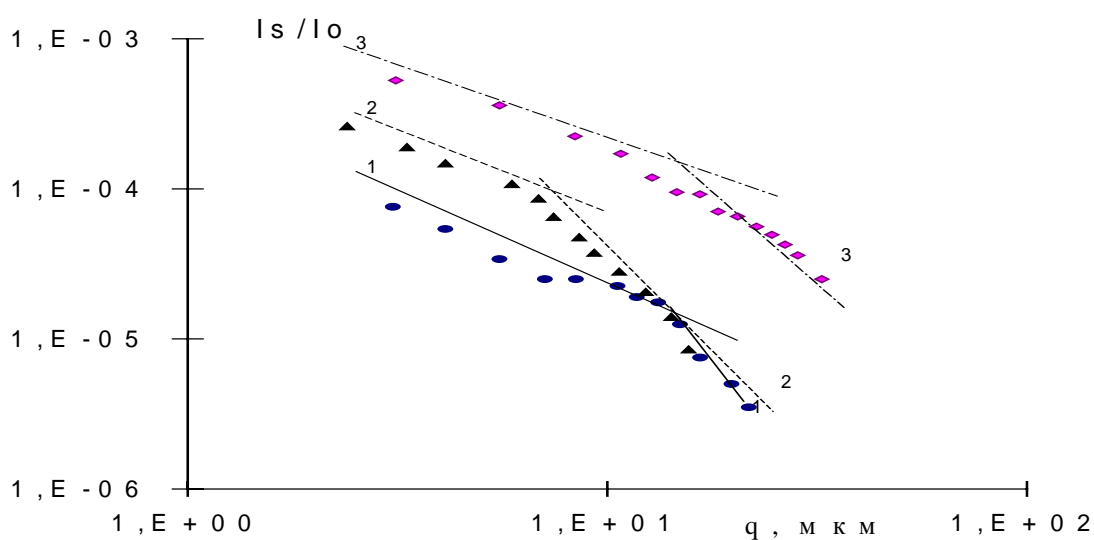


Рис. 6. Зависимость интенсивности симметричной части диффузного рассеяния рентгеновских лучей от расстояния q между узлом обратной решетки (111) и сферой Эвальда. Время лазерной диффузии алюминия $t(\text{с})$: 1 - 1, 2 - 2, 3 - 3.

($q < 1/R$) и $n = 3$ в области Стокса-Вильсона ($q > 1/R$), где R - средний радиус дефектов.

Радиусы дислокационных петель можно оценить из соотношения $R \approx [q_0(\pi hb)^{1/2}]^{-1}$ [25], где q_0 - координаты точек пересечения отрезков прямых линий с разными наклонами, b - модуль вектора Бюргера (в рассматриваемом случае $b = (1/2)\langle 110 \rangle = 0.384$ нм). В итоге получим, что $R \approx 14$ нм, 30 нм. и 11 нм. для образцов со временами облучения 1-3 с. соответственно.

Интенсивность диффузного рассеяния растет с течением времени лазерного облучения, что указывает на увеличение количества дефектов в приповерхностном слое. Для учета влияния диффузного рассеяния, которое приводит к уменьшению интенсивности главных пиков на кривых ГРД, вводился статический фактор Дебая-Валлера $f = \exp(-w)$. Считалось, что интенсивности диффузного рассеяния пропорциональны произведению wL . На основе анализа этих расчетов получено, что средние значения $w \approx 0.07 \pm 0.02$, 0.16 ± 0.03 и 0.29 ± 0.05 для времен облучения $\tau = 1, 2$ и 3 с. соответственно. Так как для дислокационных петель $w \approx (1/2)c_l R^3 (hb)^{3/2}$ [26], то концентрации петель c_l составляют примерно $2.5 \times 10^{15} \text{ см}^{-3}$, $5 \times 10^{14} \text{ см}^{-3}$ и $2 \times 10^{16} \text{ см}^{-3}$ при $\tau = 1-3$ с. соответственно.

В третьей главе “Рентгенодифрактометрическое исследование изменения кристаллической решетки приповерхностных слоев кремния в процессе ионного и миллисекундного лазерного облучения” проанализированы рентгенодифракционные данные изменения кристаллической структуры в процессе термического и лазерного отжига ионно-имплантированных кристаллов. Показано, что миллисекундное облучение рубиновым лазером совершенных монокристаллов может сопровождаться генерацией дефектов.

В таблице 1 представлена зависимость от температуры угловых положений α_1 и α_2 максимумов на функции приведенной интенсивности $P(\alpha)$, ($P(\alpha) = I_{\text{гп}} \times \alpha^2 / k$, где $I_{\text{гп}}$ - интенсивность главного пика на трехкристальных кривых, k - нормировочный коэффициент, определяемый из условия $P(\alpha) = 1$ для совершенного кристалла), величины средней деформации $\Delta d/d$ и эффективной толщины $\langle lf \rangle$ нарушенного приповерхностного слоя. Деформация рассчитывалась по угловому расстоянию $|\alpha|$ между нулем и ближайшим к нему максимумом на функции $P(\alpha)$. Эффективная толщина нарушенного слоя оценивалась по величине максимума функции приведенной интенсивности

$$\langle lf \rangle = (\lambda / 4\pi |\alpha_1| \cos \theta_B) [P(\alpha_1) - 1]^{1/2},$$

где λ – длина волны рентгеновского излучения, θ_B – угол Брэгга.

Таблица 1. Зависимость параметров ионно-имплантированного слоя от температуры изохронного отжига.

Параметры слоя	Т, °С			
	300	400	600	700
α_1 , угл. с	-162	-115	-64	-136
α_2 , угл. с	-	-289	-217	-365
$(\Delta d/d) \times 10^3$	3.10	2.20	1.22	2.60
$P(\alpha_1)$	40.2	13.9	4.4	10.6
$\langle lf \rangle$, мкм	0.100	0.082	0.076	0.060
l , мкм	0.130	0.094	0.110	0.072
f	0.78	0.87	0.71	0.83

Здесь использовано то обстоятельство, что, согласно кинематической теории дифракции, интенсивность отражения от тонкого нарушенного слоя пропорциональна квадрату его толщины и квадрату статического фактора Дебая-Валлера $f = \exp(-W)$. С другой стороны, среднюю толщину слоя l можно определить из соотношения $l = \lambda / 2(\alpha_1 - \alpha_2) \cos \alpha \theta_B$. Сопоставление данных по $\langle lf \rangle$ и l позволяет оценить средние (интегральные по слою) значения фактора аморфизации f .

Тип дефектов генерируемых лазерными импульсами с плотностью энергии 20 Дж/см^2 определялся по зависимости интегральной интенсивности симметричной части диффузного рассеяния от угла поворота образца на кривых ТРД, снятых в режиме сканирования анализатором. Интенсивность диффузного рассеяния спадает по степенному закону $I_{\text{дп}} \sim \alpha^{-n}$, где $n = 2$. Такое поведение диффузного рассеяния указывает на наличие хаотически распределенных дислокаций. Плотность дислокаций определенная по

ширине главного пика составила, $\sim 3.6 \times 10^4 \text{ см}^{-2}$. С повышением плотности энергии до 28 Дж/см^2 плотность дислокаций возрасла до $4.5 \times 10^4 \text{ см}^{-2}$. Дальнейшее увеличение плотности энергии сопровождалось образованием микротрещин.

В четвертой главе “Рентгеновская рефлектометрия поверхности кремния и пленок на ней” приведены рентгеновские рефлектометрические исследования поверхности монокристаллов. Исследованы пленки, полученные лазерным напылением и термическим окислением. Лазерное напыление имеет ряд преимуществ по сравнению с обычным термическим: пленки получаются более чистыми, можно напылять тугоплавкие материалы, высокая скорость осаждения ($10^4 \div 10^6$) Å/с , широкий энергетический спектр летящих на подложку частиц ($0.1 \div 10^3$) эВ и др.

Зависимость толщины пленки бора, среднеквадратичной высоты шероховатости и длины корреляции от энергии лазерных импульсов и расстояния между кремниевой подложкой и мишенью приведены в таблице 2. Результаты таблицы получены подгонкой расчетных дифференциальных и интегральных рефлектометрических кривых к экспериментальным.

Таблица 2. Зависимость толщин пленок, высот шероховатостей и длин корреляции от энергии лазерных импульсов и расстояния между подложкой и мишенью.

Расстояние L (мм)	Плотность энергии W (Дж/см ²)	Число импульсов N	Толщина пленок $d(\text{Å})$	Высота шероховатости (Å)	Длина корреляции l_c (Å)
а -	-	-	45±5	7.5±1	5100±100
б 25	23	3	603±10	10.5±1	5300±100
в 25	23	6	1197±20	16.3±2	2900±100
г 50	23	6	798±10	9.0±1	6100±100
д 50	30	6	855±15	14.5±1	1000±100
е 75	23	6	440±10	12.8±1	7300±100

Из таблицы видно, что облучение мишени бора тремя импульсами с плотностью энергии 23 Дж/см^2 сопровождается напылением слоя толщиной $d=600 \text{ \AA}$ на подложку, расположенную на расстоянии $L=25 \text{ мм}$. Следовательно, за один импульс образуется слой толщиной 200 \AA , что подтверждается увеличением числа импульсов до $N=6$. Увеличение L в два раза (50 мм) приводит к уменьшению толщины в 1,5 раза, а в три раза (75 мм) – сопровождается уменьшением толщины в 2,7 раза.

Уменьшение толщины пленки с расстоянием может быть обусловлено как увеличением площади распыления вследствие расходимости потоков, так и немоноэнергетичностью атомов и ионов бора. Увеличением площади распыления можно пренебречь вследствие слабой расходимости [27]. Очевидно, что с увеличением L уменьшается число частиц с энергией, необходимой для того, чтобы долететь до подложки. С увеличением энергии W до 30 Дж/см^2 число таких частиц растет, на, что указывает увеличение толщины пленки с 800 \AA до 855 \AA .

Шероховатость пленки, напыленной с расстояния 50 мм , и параметр σ/l_c всего на 20% выше, чем для подложки. Следовательно, при этом расстоянии происходит более равномерное напыление. Из проведенных исследований следует, что шероховатость пленок, обусловленная многопичковостью импульсов, может быть снижена подбором расстояния L , количества и энергии лазерных импульсов.

Интегральную кривую можно построить в рамках модели неоднородного переходного слоя [28]. На рис. 7 приведен профиль распределения плотности окисной пленки, задание которого позволяет построить интегральную кривую, совпадающую с экспериментальной. Пленка оксида кремния толщиной $730 \pm 30 \text{ \AA}$ разбита на 50 подслоев одинаковой толщины. По мере продвижения в глубь пленки плотность растет, достигая значения соответствующего окиси (2.6 г/см^3) только в 7 подслое, после чего она не меняется до 47 подслоя, а затем спадает до плотности кремниевой подложки (2.4 г/см^3).

Низкая плотность двух первых подслоев, очевидно, обусловлена шероховатостью поверхности пленки. Толщина двух подслоев составляет $\sim 25 \text{ \AA}$, что близко к среднеквадратичной высоте шероховатости. Плотность пленки на границе с подложкой меняется на протяжении 3 подслоев, от 47 до 50, это означает что при используемой технологии окисления нет резкой границы между пленкой и подложкой. Пленка удаляется лазерным испарением.

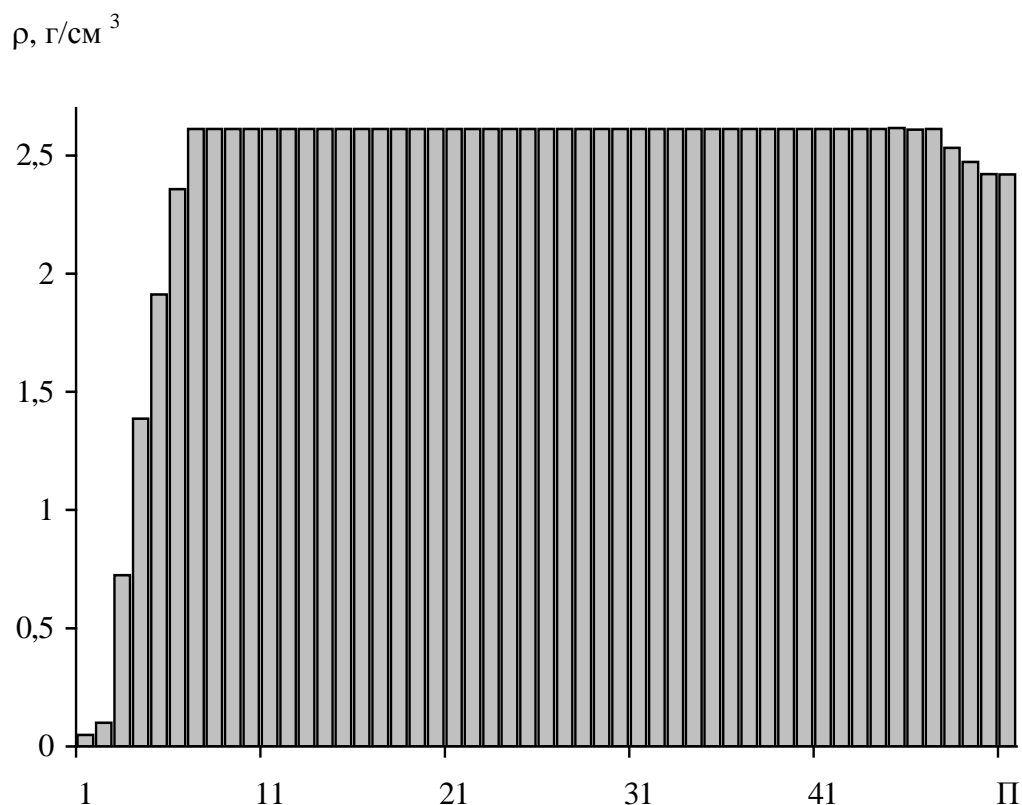


Рис. 7. Гистограмма плотности окисной пленки на кремниевой подложке. 1 - 50 – подслои с различной плотностью, П – подложка.

В пятой главе “Фазоконтрастные исследования некристаллических объектов” рассмотрены фазоконтрастные исследования слабо поглощающих объектов. Рентгеновское фазоконтрастное изучение лазерного луча позволило определить температуру воздуха внутри его. Под влиянием лазерного излучения воздух в сечении лазерного пучка нагревается, что приводит к уменьшению его плотности и, как следствие, к изменению коэффициента преломления. На рис. 8 показана зависимость интенсивности рентгеновского излучения $I(x)$, измеренная детектором в процессе перемещения лазерного пучка диаметром 4.6 мм через рентгеновский луч, расположенный перпендикулярно. За ноль на оси x принят центр лазерного пучка. При вхождении лазерного излучения в рентгеновский пучок наблюдается некоторое увеличение скорости счета по сравнению с фоновой интенсивностью I_0 вне лазерного пучка. После достижения максимума начинается уменьшение интенсивности до первоначального значения I_0 при $x \approx 0$. На границе выхода лазерного пучка из области рентгеновского излучения интенсивность сначала уменьшается, а затем возрастает до начального значения.

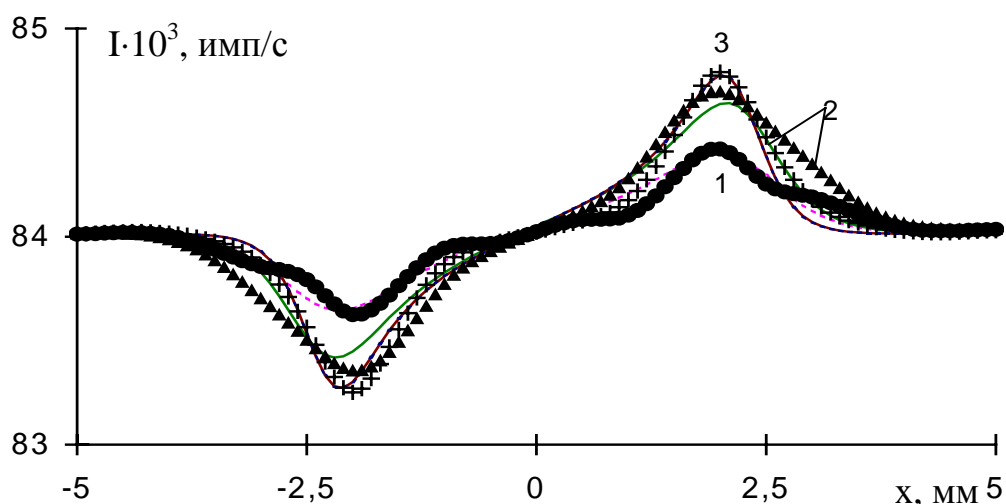


Рис. 8. Зависимость интенсивности рентгеновского излучения, регистрируемого детектором, от величины смещения лазерного пучка. Мощность лазерного пучка (Вт): 1 – 220, 2 – 280, 3 – 340. Точки – эксперимент, сплошные и пунктирные линии – теория.

Подгонка экспериментальных кривых путем варьирования δ позволяет оценить температуру воздуха в сечении лазерного пучка. Согласно кинетической теории газов давление газа $p = \rho V^2/3$, где ρ - его плотность, $V = (3kT/m)^{1/2}$ - среднеквадратичная скорость молекул, T - абсолютная температура. Из условия равенства давлений воздуха в области лазерного луча и вне его можно оценить температуру воздуха T_1 в лазерном пучке. Так как декремент преломления пропорционален плотности воздуха, то $T_1 = T_0 \delta_0 / (\delta_0 - \delta_1)$, где T_0 - температура воздуха в лаборатории, δ_0 и δ_1 - декремент преломления вне и внутри лазерного луча, соответственно.

Исследования полиэтиленового капилляра с парафином наглядно продемонстрировали возможности метода для определения состояния границ и внутреннего содержания кровеносных сосудов. Изменение декремента преломления между полиэтиленом и парафином примерно такое же, как между кровеносным сосудом и жировым отложением. На рис. 9 приведено распределение интенсивности рентгеновского излучения, регистрируемого детектором, от величины смещения полиэтиленового капилляра с гладкими внешними границами и шероховатыми.

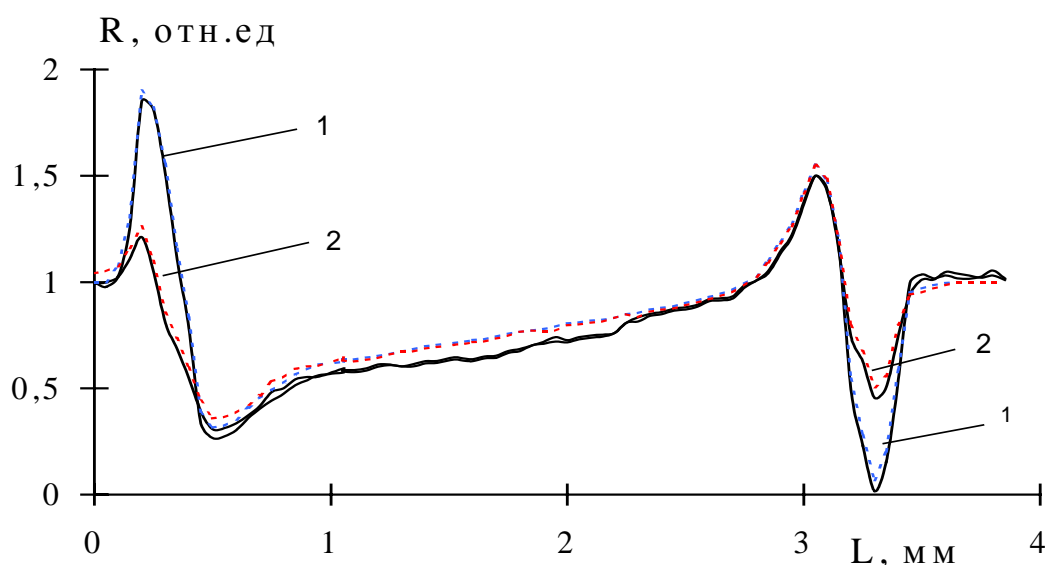


Рис. 9. Зависимость интенсивности рентгеновского излучения, регистрируемого детектором, от величины смещения капилляра с гладкой внешней поверхностью (1) и шероховатой (2). Сплошные линии – экспериментальные, пунктирные – теоретические.

Шероховатость получалась нанесением штрихов вдоль капилляра с плотностью 25 мм^{-1} . Кривая 1 имеет по два максимума и минимума. Продвижение по рисунку слева направо равносильно перемещению рентгеновского луча перпендикулярно капилляру. Первый максимум соответствует внешней границе стенки капилляра. Следующий за ним минимум отвечает внутренней границе стенки. Внутри капилляра находился воздух. Продолжая продвигаться перпендикулярно капилляру, на выходе из него вновь встречается стенка на внутренней границе, которой появляется максимум, а на внешней – минимум. Кривая 2 имеет такую же форму, как и 1, только увеличение интенсивности на входе в капилляр и уменьшение ее – на выходе стали не столь сильными.

На рис. 10 представлено распределение интенсивности рентгеновского излучения от величины смещения капилляра с гладкой поверхностью заполненного парафином, полностью закрывая отверстие (кривая 1) и только половину, во второй половине вдоль всего капля находился воздух (кривая 2). Кривая 1 имеет только по одному максимуму и минимуму. Максимум появляется при входе капилляра в излучение, а минимум на выходе. Изменение интенсивности в области 1.8 мм на кривой 2 соответствует границе между парафином и воздухом. В левой части, где находится парафин внутренней гра -

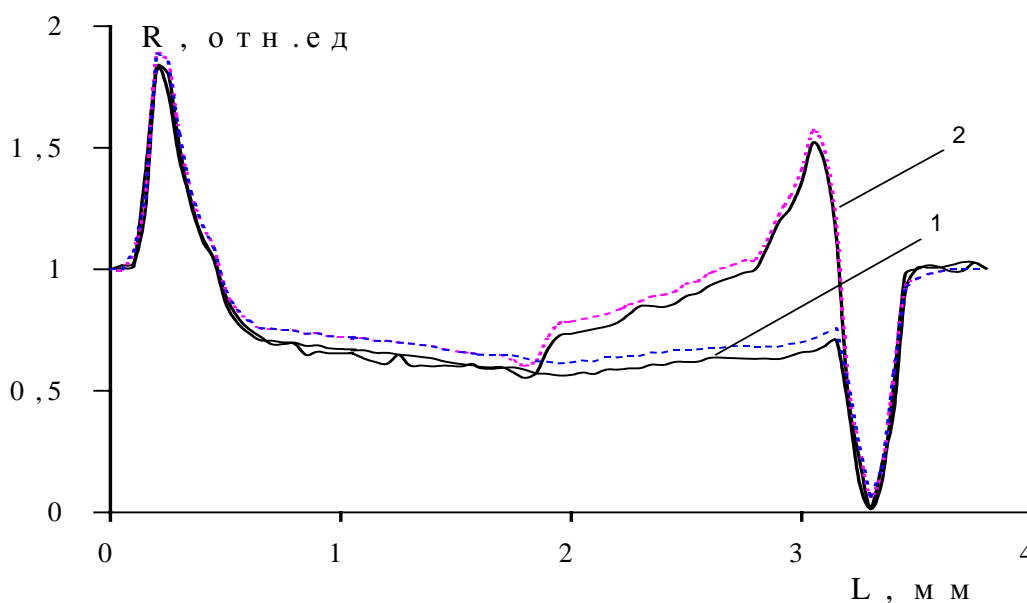


Рис. 10. Зависимость интенсивности рентгеновского излучения, регистрируемого детектором, от величины смещения капилляра заполненного парафином полностью (1) и частично (2). Сплошные линии – экспериментальные, пунктирные – теоретические.

ницы капилляра не видно, а в правой - где парафина нет внутренняя граница проявляется в виде максимума.

Методом фазового контраста исследовано изменение раствора в процессе растворения кристаллов NaCl. Зафиксировано изменение декремента преломления в локальной области раствора в процессе растворении кристаллов. Эксперименты позволили обнаружить гидродинамические струи образовавшиеся в следствии испарения растворителя.

Шестая глава “Рентгеновские исследования нефтяных дисперсных систем” посвящена комплексному рентгеновскому исследованию нефтяных дисперсных систем на основе высокоразрешающих дифракционных схем. Исследования позволили определить изменение размера сложных структурных единиц под воздействием импульсного лазерного излучения.

Исследование влияния физических воздействий на структуру и свойства нефти играет важную роль в разработке технологии глубокой переработки ее, а также уменьшения вязкости, облегчающее добычу и транспортировку. В настоящее время, в нефтяной промышленности, уже применяется ультразвуковое воздействие для исключе-

ния отложений солей и парафинов в скважинах и трубопроводах. Следует ожидать трансформации свойств нефти и в процессе импульсного лазерного воздействия. Лазерное излучение стимулирует химические реакции, что в сочетании с экстремальными условиями, имеющими место при импульсном облучении, может привести к изменению размера сложных структурных единиц (ССЕ) нефтяных дисперсных систем.

Размеры ядер ССЕ позволяет определить анализ малоуглового рассеяния рентгеновских лучей. Рассеяние рентгеновских лучей под углами $\vartheta < 1^\circ$ образцом поверхность, которого расположена нормально падающему лучу получило название малоуглового рассеяния (МУР). Достоинством МУР является наличие интерференционного максимума в нулевом узле, как для кристаллических, так и аморфных объектов. Объясняется это тем, что в этом случае разность хода для волн, рассеянных атомами, расположенных как угодно, равна нулю. Еще одним достоинством метода является независимость размеров данного максимума от вариация периодичности d [2]. Малоугловое рассеяние применяется для исследования формы молекул и определения их размеров.

Широкое применение методов МУР сдерживалось экспериментальными трудностями. Расходимость рентгеновского луча на обычных аппаратах превосходит расходимость, обусловленную дифракционным расширением нулевого узла.

Были разработаны специальные камеры для малоугловых исследований. В настоящее время монохроматоры, применяемые в высокоразрешающих рентгеновских дифрактометрах позволяют получать излучение с угловой расходимостью в единицы и десятые доли угловых секунд. Высокорастворяющие рентгеновские дифрактометры обеспечивают и угловые повороты с шагом в единицы угловых секунд. Все это дает возможность использовать их для малоугловых съемок. Схема малоугловой съемки с использованием кристаллов в качестве монохроматоров и анализаторов получила название Бонзе-Харта [29]. Данная схема использовалась в настоящей работе.

Интенсивность малоуглового рассеяния рентгеновских лучей дисперсной системой определяется формулой Гинье

$$I(s) = I_0 \exp(-s^2 r_g^2 / 3),$$

где I_0 - интенсивность рассеяния в нулевой угол, $s=(4\pi/\lambda)\sin(\vartheta/2)$, λ - длина волны, ϑ - угол рассеяния, r_g - радиус инерции частицы относительно ее центра масс. Радиус инерции связан с характерными размерами частиц r . В случае рассеяния частицами шарообразной формы эта связь имеет вид $r_g^2 = 3r^2/5$.

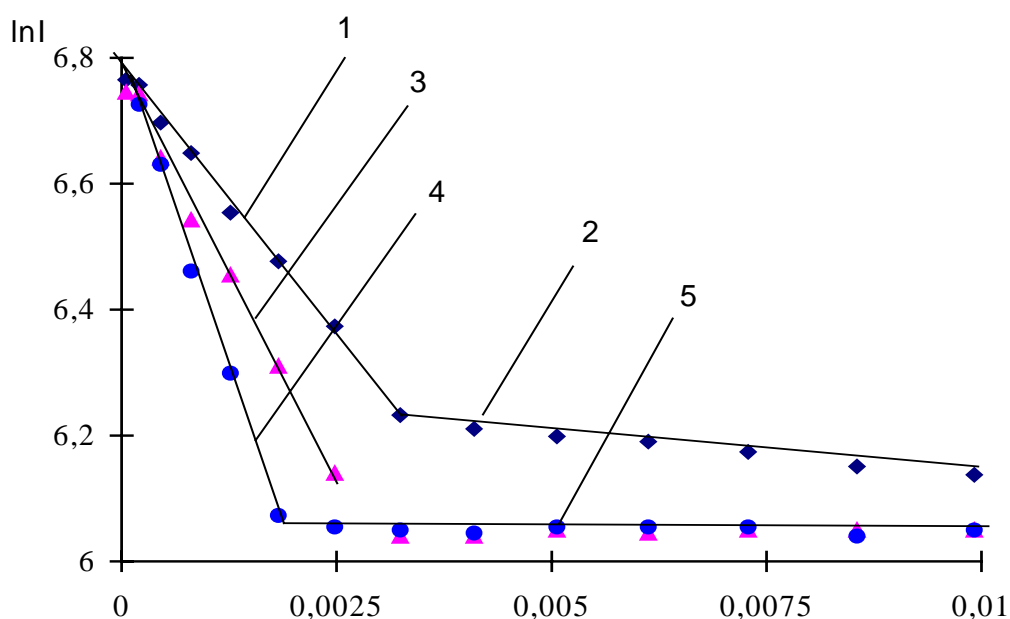


Рис.11. Малоугловое рассеяние рентгеновских лучей нефтяной дисперсной системой. 1 и 2 - рассеяние образцом до лазерного облучения, 3 - после однократного облучения с $W = 11 \text{ Дж/см}^2$, 4 - после двукратного облучения, 5 - уровень фона.

На рис. 11 приведена зависимость $\ln I(s)$ от s^2 (график Гинье). Согласно приведенным выше формулам, для частиц в форме шара справедливо $r = (5t\text{tg}\alpha)^{1/2}$. На основе малоуглового рассеяния рентгеновских лучей можно определить только размер более упорядоченной области ССЕ, каковой является ядро. Таким образом, размер ядер ССЕ в исходной нефти составляет 30 и 8 Å. Наличие двух значительно отличающихся размеров означает, что исследуемая нефть представляет собой полидисперсную систему, состоящую из первичных ССЕ двух размеров. Для добываемой нефти полидисперсность является характерной картиной.

В процессе однократного лазерного облучения с $s^{-2}, \text{Å}^{-2} \text{ ж/см}^2$ нефть переходит в монодисперсное состояние, образующиеся при этом вторичные ССЕ имеют ядра с характерным размером 35 Å. Увеличение размера ядер происходит в результате слияния первичных ССЕ. Этот вывод подтверждается исследованиями влияния тепловых, механических, электромагнитных и других воздействий на структуру нефтяных дисперсных систем.

Повторное облучение с этой же энергией привело к дальнейшему росту характерного размера до 46 Å, что указывает на слияние

вторичных ССЕ. Дальнейшее увеличение количества облучений не сопровождалось ростом размера ядер ССЕ.

Рефлектометрические исследования показали временную трансформацию поверхности после термического воздействия. По рассеянию рентгеновских лучей поверхностью нефти вблизи критического угла ПВО можно определить шероховатость ее. Очевидно, шероховатость обусловлена ССЕ частично, выступающими из смеси менее склонной к межмолекулярным взаимодействиям. Увеличение высоты шероховатости с одновременным уменьшением длины корреляции, с течением времени, указывает на слияние ССЕ.

Фазоконтрастными методами изучена зависимость состояния высокопарафинистой нефти от температуры стенок капилляра, в котором она находилась. Из проведенных исследований следует, что метод рентгеновского фазового контраста применим для дистанционного определения плотности нефтяных дисперсных систем. Это может оказать существенную помощь для создания технологий добычи и транспортировки высокопарафинистой нефти. Метод фазового контраста применим для определения состояния веществ находящихся внутри сосудов, даже с непрозрачными стенками в диапазоне оптических длин волн.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ РАБОТЫ

- 1.** Впервые рентгенодифрактометрическими методами исследована диффузия примеси, стимулируемая лазерными импульсами. Обнаружена зависимость профиля деформации кристаллической решетки от длительности лазерных импульсов. Предложена методика определения размеров и плотности дислокационных петель.
- 2.** Экспериментально установлено, что для корректного рентгенодифрактометрического определения параметров диффузионных и ионно-имплантированных слоев следует использовать интенсивность главных пиков трехкристалльных кривых.
- 3.** Экспериментально показана возможность определения размера динамически рассеивающих блоков мозаики и плотности дислокаций в монокристаллах образующихся при миллисекундном лазерном облучении. Исследована возможность последовательного сочетания термического отжига, ионно-имплантированных кристаллов, с миллисекундным лазерным облучением.
- 4.** Рентгенорефлектометрическими методами установлена зависимость шероховатости и толщины пленок от геометрии напыления миллисекундными лазерными импульсами. Приведена методика определения среднеквадратичной высоты шероховатости и длины корреляции путем сравнения экспериментальных дифференциальных

кривых рентгеновской рефлектометрии с расчетными. Методика основана на том, что зеркальный пик зависит только от среднеквадратичной высоты шероховатости, а пик Юнеды зависит, как от среднеквадратичной высоты шероховатости, так и длины корреляции.

5. Исследовано удаление окисной пленки с поверхности кремния, путем облучения миллисекундными лазерными импульсами. Построен профиль плотности на границе окисной пленки с кремниевой подложкой.

6. Фазоконтрастным методом изучена возможность локализации органических соединений на стенках слабо поглощающих капилляров. Установлен новый дистанционный метод определения температуры воздуха внутри лазерного луча. Изучено изменение декремента преломления в локальной области раствора, в процессе растворения кристаллов.

7. Впервые зафиксировано изменение размера сложных структурных единиц нефтяных дисперсных систем при миллисекундным облучение рубиновым лазером. Рентгенорефлектометрическими и фазоконтрастными и методами исследовано изменение поверхности высокопарафинистых нефтяных дисперсных систем в процессе релаксации, после термического выведения их из состояния равновесия.

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. Джеймс Р. Оптические принципы дифракции рентгеновских лучей. - М.: ИЛ, 1950. 567 с.
2. Иверонова В.И., Ревкевич Г.П. Теория рассеяния рентгеновских лучей. - М.: МГУ, 1978. 278 с.
3. Пинскер З.Г. Рентгеновская кристаллооптика. - М.: Наука, 1982. 392с.
4. Афанасьев А.М., Александров П.А., Имамов Р.И. Рентгенодифракционная диагностика субмикронных слоев. - М.: Наука, 1989. 152 с.
5. Бушуев В.А., Кютт Р.Н., Хапачев Ю.П. Физические принципы рентгенодифрактометрического определения параметров реальной структуры многослойных эпитаксиальных пленок. - Нальчик.: К-Б ун-ет, 1996. 180 с.
6. Боуэн Д.К., Таннер Б.К. Высокора разрешающая рентгеновская дифрактометрия и топография. – СПб.: Наука, 2002. 274 с.
7. Takagi S. Dynamical theory of diffraction applicable to crystals with any kind of small distortion // Acta Cryst. 1962. V.15. № 12. P. 1311-1312.
8. Taupin D. Theorie dynamique de la diffraction des rayons X par les cristaux deformes // Bull. Soc. Franc. Miner. Crist. 1964. V.87. № 3. P. 469-511.

9. Под ред. А.М. Елистратова. Прямые методы исследования дефектов в кристаллах. М.: Мир, 1965. 351 с.
10. Kyutt R.N., Petrashen P.V., Sorokin L.M. Strain profiles in Ion-doped silicon obtained from X-ray rocking curves // *Phys. Stat. Sol. (a)*. 1980. V. 60. № 2. P. 381-389.
11. Бушуев В.А. Статистическая динамическая теория дифракции рентгеновских лучей в несовершенных кристаллах с учетом углового распределения интенсивностей // *Кристаллография*. 1989. Т. 34. В.2. С. 279-287.
12. Pavlov K.M., Punegov V.I. The equations of statistics dynamical theory of X-ray diffraction for deformed crystals // *Acta Cryst.* 1998. V. A54. № 1. P.214-218.
13. Кютт Р.Н. Идентификация поверхностных и объемных дефектов по интенсивности диффузного рассеяния // *ЖТФ*. 1987. Т. 37. В. 11. С. 178-180.
14. Ломов А.А., Казимиров А.Ю., Завъялова А.А. Влияние длины волны на формирование спектров в трехкристальной рентгеновской дифрактометрии почти совершенных кристаллов // *Кристаллография*. 1984. Т. 29. В. 1. С. 177-178.
15. Шульпина И.Л. Рентгеновская дифракционная топография.: Этапы и тенденции развития // *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования*. 2000. № 4. С. 3-18.
16. Pavlov K., Jamieson I., Jakovidis G., Petrakov A., Punegov V. Sulphur-passivated GaAs investigation using high resolution x-ray diffractometry. // *Surface Review and Letters*. 2003. V.10. № 2&3. P.533-536.
17. Кютт Р.Н., Ратников В.В. Наблюдение динамических эффектов в диффузном рассеянии при Лауэ-дифракции рентгеновских лучей // *Металлофизика*. 1985. Т. 7. № 1. С. 36-41.
18. Александров П.А., Афанасьев А.М., Мелконян М.К. Теория рассеяния рентгеновских лучей кристаллом с дефектами поверхности // *Кристаллография*. 1981. Т. 26. В. 6. С. 1275-1281.
19. Петраков А.П., Бушуев В.А. Влияние мозаичности на спектры трехкристальной рентгеновской дифрактометрии. - Монография. Ультрадисперсное состояние минерального вещества. Коми НЦ УрО РАН. Сыктывкар. 2000. С. 147-159.
20. Синайский В.М., Сиденко В.И. Рентгеновская рефлектометрия // *ПТЭ*. 1974. № 6. С. 5-13.
21. Бушуев В.А., Петраков А.П. Рентгеновская рефлектометрия пленок бора, полученных лазерным напылением на кремниевые подложки. - В кн.: Доклады II национальной конференции РСНЭ. Дубна. 1997. Т. 2, С. 188-193.
22. Christensen F.E. High resolution X-ray scattering studies of substrates and multilayers // *Revue Phys.Appl.* 1988. V. 23. P. 1701-1710.

23. Александров П.А., Степанов С.А. Дифракция рентгеновских лучей в условиях полного внешнего отражения на бикристалле и определение параметра рассогласования решеток // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 1986. № 6. С. 117-120.
24. Wilkins S.W., Gureyev T.E., Gao D., Pogany A., Stevenson A.W. Phase-contrast imaging using polychromatic hard X-rays // Nature. 1996. V. 384. P. 335-338.
25. Dederichs P.H. Diffuse scattering from defect clusters near Bragg reflections. // Phys. Rev. B. 1971. V. 4. № 4. P. 1041-1050.
26. Dederichs P.H. Effect of defect clustering on anomalous X-ray transmission // Phys. Rev. B. 1970. V. 1. № 4. P. 1306-1317.
27. Анисимов С.И., Лкьянчук Б.С., Лучес А. Динамика трехмерного расширения пара при импульсном лазерном испарении // ЖЭТФ. 1995. Т. 108. В. 1(7). С. 240-257.
28. Андреев А.В. Рентгеновская оптика поверхности // УФН. 1985. Т. 145. В. 1. С. 113-136.
29. Свергун Д.И., Фейгин Л.А. Рентгеновское и нейтронное малоугловое рассеяние. – М.: Наука. 1986.

По теме диссертации опубликованы следующие основные работы:

1. Punegov V.I., Petrakov A.P., Tichonov N.A. X-ray diffraction on laser disturbed near-surface crystal layers. // Phys. Stat.Sol. (a) 1990. V.122. № 2. P.449-458.
2. Петраков А.П., Пунегов В.И., Тихонов Н.А. Двухкристальная рентгеновская диагностика нарушенных приповерхностных слоёв кремния, подвергнутых лазерному воздействию // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 1991. № 11. С.46-51.
3. Бушуев В.А., Петраков А.П. Исследование методом трёхкристальной рентгеновской дифрактометрии структуры приповерхностных слоёв монокристаллов кремния, подвергнутых миллисекундному импульсному лазерному облучению // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 1992. № 9. С.95-103.
4. Бушуев В.А., Петраков А.П. Рентгеновская дифрактометрия изменений структуры приповерхностных слоёв ионноимплантированного кремния после импульсного лазерного отжига // Письма в ЖТФ. 1992. Т.18. В.8. С.77-81

5. Петраков А.П., Марков В.П., Тихонов Н.А., Четвериков Д.Е. // Рентгеновская дифрактометрия нарушенных лазерным излучением монокристаллов кремния // ЖТФ. 1992. Т.62. В.12. С.50-59.
6. Бушуев В.А., Петраков А.П. Исследование влияния лазерного отжига на структуру приповерхностных слоёв ионно-имплантированного кремния методом рентгеновской дифрактометрии // ФТТ. 1993. Т.35. № 2. С.355-364.
7. Петраков А.П., Бушуев В.А. Рентгенодифракционные исследования точечных дефектов, образующихся в монокристаллах кремния при импульсном лазерном воздействии // Письма в ЖТФ. 1993. Т.19. В.19. С.92-96.
8. Бушуев В.А., Петраков А.П. Рентгенодифракционные исследования зависимости профилей деформации и аморфизации приповерхностных слоёв монокристаллов кремния от дозы имплантации ионов бора // Кристаллография. 1995. Т.40. № 6. С.1043-1049.
9. Бушуев В.А., Петраков А.П. Влияние изохронного отжига на структуру кристаллов кремния, облучённых ионами бора // Кристаллография. 1995. Т.40. № 6. С.1050-1055.
10. Petrakov A.P., Tikhonov N.A., Shilov S.V., Shirocov A.V. Double- and triple-crystal X-ray diffractometry of boron-doped thermally annealed silicon monocrystals // Surface Investigation, 1997. V. 12. p.527-530.
11. Асхабов А.М., Зайнуллин Г.Г., Петраков А.П., Иевлев А.А. Исследование процессов кристаллизации в гелях. - Труды Коми филиала АН СССР 1984. В. 46. С. 14-37.
12. Петраков А.П., Голубев Е.А. Рентгенодифрактометрические исследования изменений структуры приповерхностных слоев кремния в процессе лазерной диффузии бора // ФТТ. 1998. Т.40. № 1. С. 156-160.
13. Петраков А.П., Тихонов Н.А., Шилов С.В. Анализ структурных нарушений имплантированных бором монокристаллов кремния по результатам двух- и трехкристальной рентгеновской дифрактометрии // ЖТФ. 1998. Т.68. № 6. С. 91-96.
14. Бушуев В.А., Петраков А.П. Рентгеновские фазоконтрастные изображения слабопоглощающих объектов. - Монография. Микро- и нанодисперсные структуры минерального вещества. Коми НЦ УрО РАН. Сыктывкар: Геопринт, 1999. С.171-175.
15. Петраков А.П. Рентгеновская малоугловая диагностика изменения размера сложных структурных единиц нефтяной дисперсионной системы под воздействием миллисекундного лазерного излучения // ЖТФ. 2000. Т.70. В.3. С.31-33
16. Бушуев В.А., Петраков А.П. Рентгенодифрактометрическая диагностика лазерной диффузии алюминия в кремний // ЖТФ. 2000. Т.70. В.5. С.28-37.

17. Петраков А.П., Шилов С.В., Зайнулин Г.Г. Рентгенодифрактометрические исследования зависимости изменения структуры кремния от времени термической диффузии бора // Кристаллография. 2000. Т.45. № 6. С.1097-1101.
18. Петраков А.П., Голубев Е.А. Рентгеновская рефлектометрия фуллереносодержащих углеродных пленок // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2000. № 9. С.15-16.
19. Каблис Г.Н., Пунегов В.И., Шилов С.В., Петраков А.П. Исследование структурных характеристик кристаллов флюорита методами рентгеновской дифрактометрии и топографии // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2000. Т.66. № 11. С.26-28.
20. Петраков А.П., Бушуев В.А. Влияние мозаичности на спектры трехкристальной рентгеновской дифрактометрии. - Монография. Ультрадисперсное состояние минерального вещества. Коми НЦ УрО РАН. Сыктывкар : Геопринт, 2000. С. 147-159.
21. Бушуев В.А., Петраков А.П. Рентгеновский фазовый контраст воздушного шнура, нагретого лазерным пучком // Кристаллография. 2001. Т.46. № 2. С.209-214.
22. Петровский В.А., Кучер М.И., Лютин В.И., Силаев В.И., Филиппов В.Н., Петраков А.П. Проявление неоднородности минералообразующей среды в строении и свойствах синтетических кристаллов кальцита. Сб. научных трудов. Геохимия и термобарометрия эндогенных флюидов. Киев. Наукова Думка. 1988. С. 43-48.
23. Петраков А.П. Рентгенодифрактометрическая диагностика лазерной диффузии индия в кремний // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2002. № 8. С.49-52.
24. Сивков В.Н., Некипелов С.В., Ширяева Л.Л., Петраков А.П. Исследование пленок 3d-металлов от Sc до Cu методом полного внешнего отражения рентгеновского излучения // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2002. № 9. С.101-104.
25. Петраков А.П. Метод рентгеновской рефлектометрии и его применение для исследования лазерного испарения окисной пленки с поверхности кремния // ЖТФ. 2003. Т.73. В.4. С.129-134 .
26. Петраков А.П. Рентгеновский метод фазового контраста и демонстрация применения его для исследования кровеносных сосудов на модельном объекте // ЖТФ. 2003. Т.73. В.5. С.84-89.
27. Петраков А.П. Рентгенодифракционные исследования изменения кристаллической структуры кремния в процессе ионной имплантации, лазерной и термической диффузии примеси // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2003. № 8. С.5-11.

28. Петраков А. П., Кряжев А. А. Восстановление микрогеометрии поверхности по данным рентгеновской рефлектометрии (обобщающая статья). // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2003. Т.69. № 8. С. 26-31.
29. Петраков А.П. Рентгеновские рефлектометрические исследования нефтяных дисперсных систем. // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2003. № 12. С.75-77.
30. Pavlov K., Jamieson I., Jakovidis G., Petrakov A., Punegov V. Sulphur-passivated GaAs investigation using high resolution x-ray diffractometry. // Surface Review and Letters. 2003. V.10. № 2&3. P.533-536.
31. Петраков А. П., Кряжев А. А. Рентгеновские фазоконтрастные исследования растворения кристаллов NaCl. // ЖТФ. 2004. Т.74. В.10. С.134-136.