

© 2009р. Ткач В.М.<sup>1</sup>, Фодчук І.М.<sup>2</sup>, Борча М.Д.<sup>2</sup>, Гарабажів Я.Д.<sup>2</sup>,  
Баловсяк С.В.<sup>2</sup>, Ральченко В.Г.<sup>3</sup>, Ткач С.В.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Інститут надтвердих матеріалів ім. В.Н.Бакуля НАН України, Київ

<sup>2</sup>Чернівецький національний університет імені Юрія Федьковича, Чернівці

<sup>3</sup>Інститут загальної фізики ім. А.М. Прохорова РАН, Москва, Росія

## ВИЗНАЧЕННЯ СТРУКТУРНОЇ НЕОДНОРІДНОСТІ СИНТЕЗОВАНИХ АЛМАЗІВ ТА РОЗОРІЄНТАЦІЇ КРИСТАЛІТІВ/ЗЕРЕН ПОЛІКРИСТАЛІЧНИХ МАТЕРІАЛІВ МЕТОДОМ КІКУЧІ-ДИФРАКЦІЇ

Продемонстровані можливості методу Кікучі в дослідженні неоднорідного розподілу деформацій у зразках кристалів алмазу, синтезованих за різних технологічних умов. Розглянуті перспективи використання геометричних параметрів дифракційних картин Кікучі для визначення зміни періоду ґратки. Використано кореляційний метод і його програмну реалізацію для визначення деформацій дифракційних зображень перетинів ліній Кікучі і мінімізації суб'єктивних чинників. Оптимальний вибір ядра кореляції забезпечує високу точність визначення зсувів деталей зображень. Визначені локальні зміни структурної однорідності зразків алмазів через відносні зміни їх періоду кристалічної ґратки.

Possibilities of Kikuchi method have been demonstrated at researches of inhomogeneous strain distribution in samples of diamond crystals synthesized under various technological conditions. The application perspectives of geometrical parameters of diffraction Kikuchi patterns were considered for determination lattice parameter changes. Correlation method and corresponding software were used for definition of transformations in diffraction images of Kikuchi lines intersections and for minimization of subjective influences. Optimal choice of correlation kernel provides high precision of determination of image detail displacements. Local changes of structural inhomogeneous were determined for diamond samples through the relative changes of their lattice parameters.

### Вступ

Розробку цілеспрямованих технологій синтезу алмазу в значній мірі стримує відсутність відомостей про ступінь однорідності і досконалості кристалів, механізми формування реальної структури в процесі синтезу і про вплив на властивості алмазу його внутрішньої будови [1-7].

Найбільш придатними методами дослідження кристалів алмазу, які здебільшого мають малі розміри (менше 1 мм<sup>3</sup>), є методи Косселя та Кікучі. Ці методи ґрунтуються на дифракції Х-променів і електронів і належать до найбільш точних і перспективних методів дослідження змін структурної будови кристалів [8-24].

У роботах працях [10-14] тонка структура ліній Косселя пояснюється виключно присутністю в алмазах пірамід росту з різними значеннями міжплощинних відстаней  $d_{\{hkl\}}$  для одного й того ж типу площин. У праці [10] зроблено припущення, що окрім секторної будови, на

профіль ліній Косселя здійснює вплив також і зональна будова алмазів.

Водночас використання дифракції електронів у схемі на відбивання (метод Кікучі) є перспективним за двома причинами [18-25]. По-перше, зображення дифракції електронів може записуватися селективно від окремих частин зразка розмірами близько нанометрів (як і у разі дифракції Х-променів). По-друге, електрони взаємодіють з матеріалом набагато сильніше, ніж Х-промені або нейтрони. Ці переваги разом з відповідним програмним забезпеченням надають можливість проводити кількісний аналіз структур на більш високому рівні. Наприклад, за допомогою методу Кікучі з'являється можливість отримувати картини дифракції електронів відбитих від локальних областей кристалу з розмірами ~20 нм, що вкрай важливо при дослідженні зразків, які мають неоднорідну будову. Цей метод дозволяє визначати з високою точніс-

то (~0,01%) зміну структурних параметрів (період ґратки, неоднорідний розподілу домішок в окремих областях зерен, тощо [19, 24]) і дуже зручний при визначенні кутової орієнтації окремих кристалітів полікристалічних зразків. Крім того, зміна тонкої структури поперечного профілю інтенсивності ліній Кікучі надає можливість отримувати додаткову інформацію про тип і розподіл локальних структурних порушень в об'ємі кристалів під час росту [2, 18, 24]. Водночас переваги методу Кікучі практично використовуються досить рідко. Сьогодні ще не всі можливості методу Кікучі реалізовані для структурних досліджень реальних кристалів. Це особливо стосується визначення типу дефектів і характеру зміни їх деформаційного поля із аналізу особливостей розподілу інтенсивностей за перетинами Кікучі-ліній.

Нами продемонстровані можливості методу Кікучі для дослідження неоднорідного розподілу деформацій у кристалах алмазу, синтезованих за різних технологічних умов.

### 1. Формування зображення у методі Кікучі

Метод Кікучі (дифракція електронів на відбивання – метод *EBS*D [18]) дуже чутливий до ступеня досконалості кристалу. Добре підготовлена поверхня зразка – без поверхневих пошкоджень, передумова отримання якісного зображення дифракції. Поверхня повинна бути достатньо гладкою, щоб уникнути формування тіней на зображеннях картин дифракції від інших частин зразка. У методі Кікучі пучок електронів направляється в певну точку на поверхню кристалічного зразка під кутом  $70^\circ$  (рис. 1). Це зумовлено оптимізацією контрасту зображень дифракції відбитих і розсіяних електронів на екрані *CCD*-детектора [18]. Менший кут нахилу погіршує контраст зображення дифракції.

Електрони дифрагують від поверхневого шару, товщиною порядку кількох нанометрів. Просторова розрізна здатність на практиці становить ~10 нм і пов'язана з діаметром електронного променя, який залежить від типу джерела електронів і їх потоку. Типові діаметри перерізу пучка променя зі струмом в 0,1 нА і прискорюючою напругою 20 кВ, складають ~30 нм для вольфрамового джерела [18]. Профіль променя на поверхні буде дещо подовжений у перпендикулярному напрямку до нахилу зразка.

Розбіжний пучок електронів у процесі розсіювання від кристалографічних площин під брегівськими кутами формує ряд сполучених великих кутових конусів (рис.1), відповідних певній площині дифракції:

$$n\lambda = 2d \sin \theta, \quad (1)$$

де  $n$  – ціле число,  $\lambda$  – довжина хвилі електронів,  $d$  – міжплосинна відстань, і  $\theta$  – кут падіння електронів на площину дифракції.

#### 1.1 Інтерпретація дифракційної картини

На люмінесцентному екрані формується зображення проєкцій дифрагованих конусів електронів у вигляді ліній Кікучі (рис. 1), які за формою близькі до прямих ліній.

Індексція зображень дифракції електронів на відбивання показана на рис. 2. Використовуючи спеціальні калібруючі системи в автоматизованому режимі обчислюються кути між відповідними площинами, які породжують відповідні лінії Кікучі. Це надає можливість кожній кристалографічній площині кристалічної структури присвоїти відповідні індекси Міллера. Зокрема, на рис. 2б перетини ліній Кікучі (обведені білими кругами) відповідають виходу на площину, паралельну люмінесцентному екрану, осей зон типу  $\langle 103 \rangle$  та  $[001]$  у кристалі.

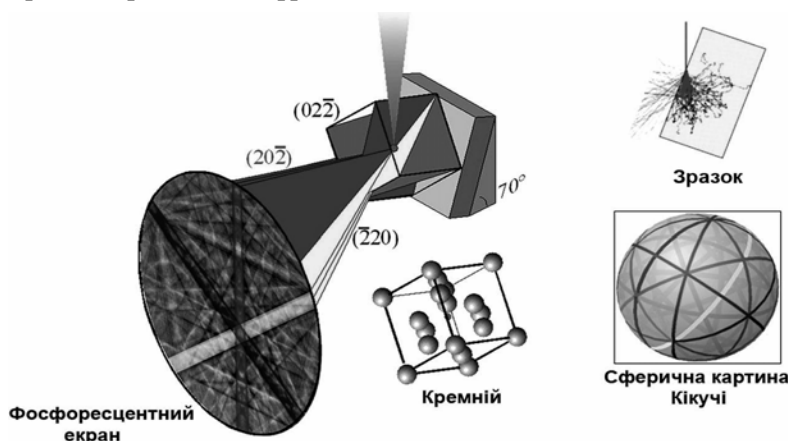


Рис. 1. Схема формування картини Кікучі [18]

Ширина ліній Кікучі залежить від міжплощинної відстані  $d$ . Для (200) лінії Кікучі вузчі, ніж для ( $2\bar{2}0$ ) площини, оскільки  $d_{200} > d_{2\bar{2}0}$ .

### 1.2 Орієнтація поверхонь кристалів

Для визначення кристалографічної орієнтації кристалітів електронний промінь сканує зразок по певній сітці точок. В кожній точці отримується зображення дифракції електронів на відбивання [18]. Отримані дані можуть бути представлені як карта кутових розорієнтацій поверхонь зерен (рис.2в). Автоматизована обробка всіх зображень дифракції дає змогу отримати різноманітну інформацію про мікроструктуру зразка, зокрема про: характер текстури; кристалографічну орієнтацію окремих кристалічних зерен; значення кутових розорієнтацій

між сусідніми зернами, тип міжзеренних границь, центри локалізації максимальних напруг та ін.

На відміну від зображення в оптичному або скануючому електронному мікроскопі, карта кристалографічних орієнтацій зерен і границь між ними показує (рис. 2в) на їх місцеположення в мікроструктурі алмазної полікристалічної плівки. На таких картинах орієнтації зерен позначаються трьома базовими кольорами: [001] – червоним, [101] – зеленим, [111] – синім. Колір зерна відображає його кристалографічну орієнтацію і визначається через суміш базових кольорів. Різниця між сусідніми зернами виявляється у різниці їх кольорів, якщо кутова розорієнтація зерен більша, ніж певний пороговий кут.

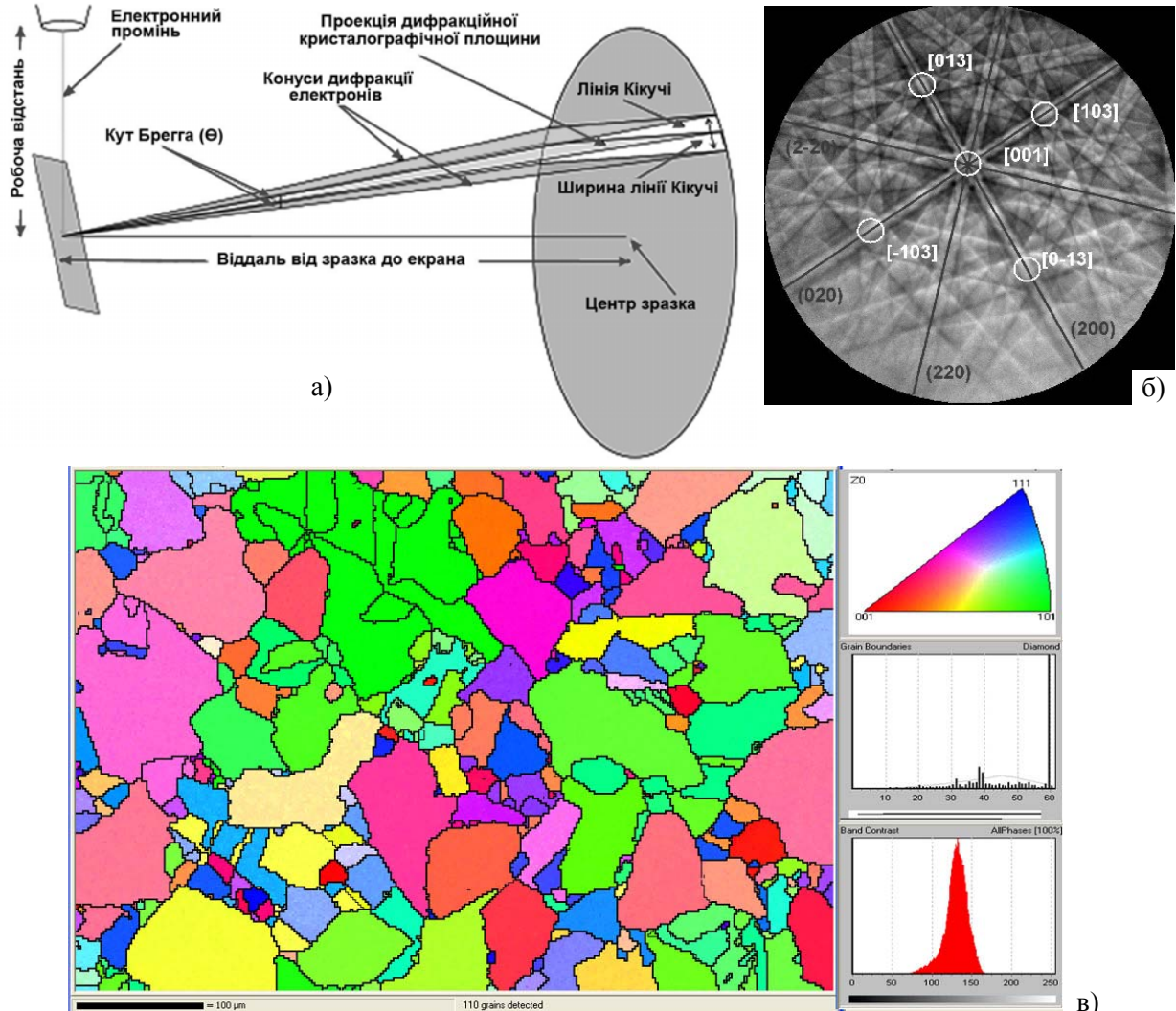


Рис. 2. (а) Схема дифракційної картини електронів, яка пов'язана з кристалічною структурою; (б) симетрія кристалу на зображенні дифракції електронів на відбивання, наприклад, чотири симетричні лінії навколо осі [001], еквівалентні напрямку осі зони  $\langle 013 \rangle$  [18]; в) полікристалічна алмазна плівка, що містить зерна різних кристалографічних орієнтацій [001], [111], [101]. На вставці функція розподілу зерен [101] за розмірами є гаусівською за формою, хоча має незначну асиметрію та дисперсію.

Точність у вимірюваннях кристалічної орієнтації окремих зерен за зображеннями Кікучі залежать, як правило, від точності вимірювання положення лінії-Кікучі та калібруючої системи і знаходяться у діапазоні  $\pm 0,5^\circ$ . Зокрема, на рис. 2в найбільші за розмірами (до 100 мкм) та кількістю є зерна [001] орієнтації. Найменші за розмірами та кількістю – зерен [111]. На вставці функція розподілу зерен [101] за розмірами є гаусівською за формою, хоча має незначну асиметрію та дисперсію. Розділяють зерна орієнтацій [001], [101] між собою, в основному, двійники і малокутові границі із  $60^\circ$  дислокацій.

### 1.3 Інтенсивність ліній

Механізми формування інтенсивності і форми профілю ліній Кікучі, складні. Як наближення, інтенсивність ліній Кікучі для площини ( $hkl$ ) може бути описана виразом:

$$I_{hkl} = \left( \sum_i f_i(\theta) \cos 2\pi(hx_i + kx_i + lz_i) \right)^2 + \left( \sum_i f_i(\theta) \sin 2\pi(hx_i + kx_i + lz_i) \right)^2, \quad (2)$$

де  $f_i(\theta)$  – атомний фактор розсіяння для електронів,  $(x_i, y_i, z_i)$  – координати  $i$ -го атома в одиниці об'єму. Спостережуване зображення дифракції співставляється з розрахунком на основі співвідношення (2).

## 2. Результати досліджень. Експериментальна частина

Картини Кікучі на рис. 3-5 отримані для серії зразків синтезованих алмазів (№1 – №3) за допомогою скануючого растрового електронного

мікроскопа Zeiss EVO-50 з використанням CCD-детектора. Пучок електронів падає на поверхню кристала під кутом  $70^\circ$ .

Об'єкти досліджень: алмази №1 і №3 отримані спонтанним методом у ростових системах Fe–Co–C і Ni–Mn–C при високому статичному тиску і високій температурі у присутності металів-катализаторів (розчинників) Fe–Co і Ni–Mn, відповідно. Для вказаних систем росту характерні такі умови: тиск  $\sim 4,5\text{--}6$  ГПа і температура 1650 К. Кристали характеризуються зонально-секторною будовою, яка обумовлена нерівномірним розподілом домішок азоту і бору під час росту кристалів, а також селективним входженням їх в піраміди росту у напрямках  $\langle 100 \rangle$  і  $\langle 111 \rangle$  [6]. Алмаз №2 отриманий методом температурного градієнта при тиску 5,7 ГПа і температурі 1600 К. Кристал отриманий на "зародку" (пластині алмазу), відполірованій паралельно  $\langle 100 \rangle$ . Швидкість росту таких алмазів зазвичай складає 2,7 міліграм/година, що сприяє мінімальному захопленню включень катализатора кристалом під час росту і зменшенню напружень ґратки [6].

З аналізу змін відстаней на рис. 6 між окремими полюсами – перетинами серій ліній (вузлів) на рис. 3б, а також розподілів інтенсивності окремих дифракційних ліній на картинах Кікучі, можливо оцінити зміни періодів ґратки у поверхневих шарах синтезованих кристалів алмазу (рис. 7-рис.10). Для цього проаналізуємо серію картин Кікучі в позначених цифрами на РЕМ- зображеннях поверхні кристалів (рис. 3а-5а), отриманих з використанням катодолюмінесцентного випромінювання [2, 24, 26-28].

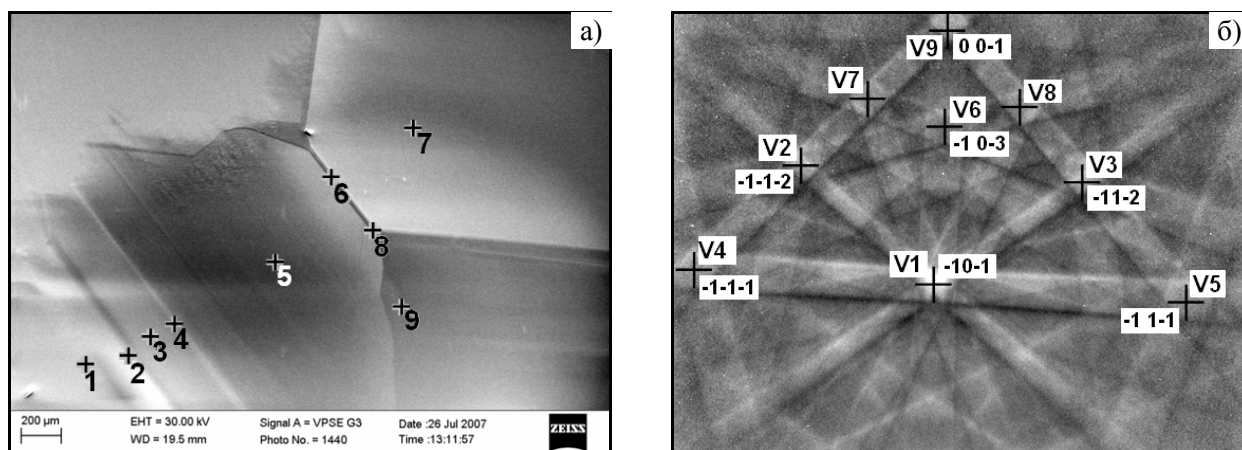


Рис. 3. Алмаз №1. Катодолюмінесцентна топограма фрагмента ( $3,0 \times 2,0$  мм<sup>2</sup>) поверхні ( $00\bar{1}$ ) синтезованого кристала, цифрами вказані області №1–№9, в яких отримані картини Кікучі (а). Картина Кікучі, отримана від області №1 (б). Маркерами «+» відмічені вузли V1–V9 перетинів ліній Кікучі

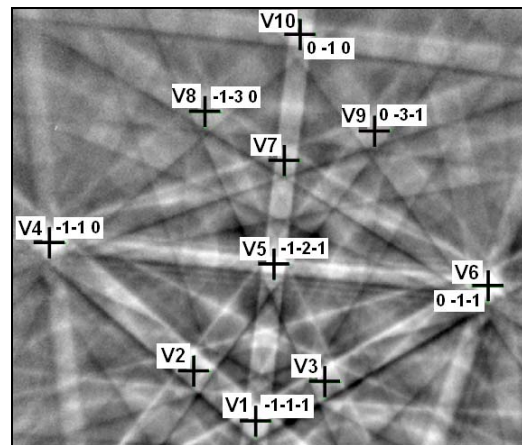
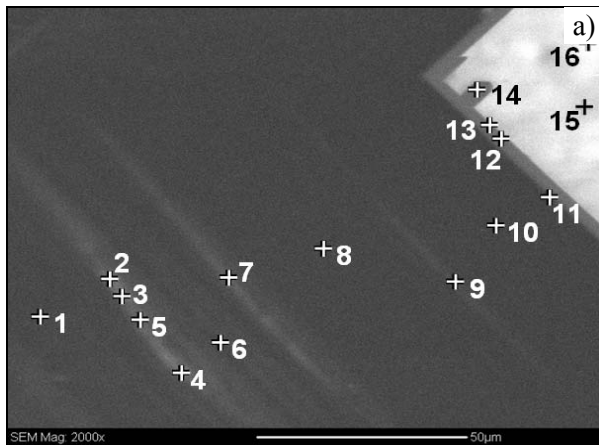


Рис. 4. Алмаз №2. Катодолюмінесцентна топограма фрагмента ( $140 \times 100 \text{ мкм}^2$ ) поверхні  $(00\bar{1})$  синтезованого кристала (а), цифрами вказані області №1–16, в яких отримані картини Кікучі (світла прямокутна область справа вгорі – приманка зростання кристалу). Картина Кікучі, отримана від області №1 (б).

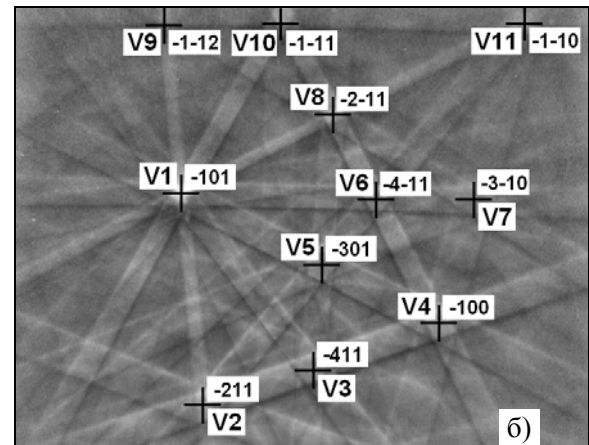
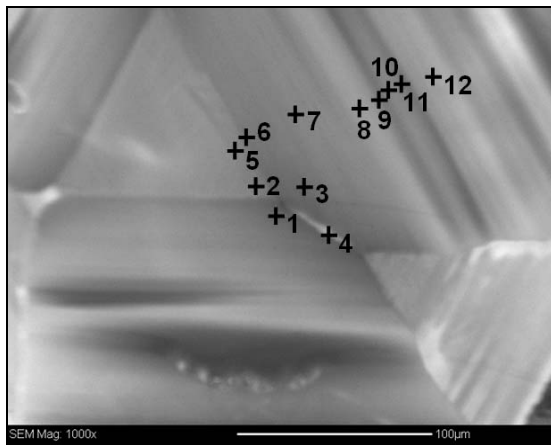


Рис. 5. Алмаз №3. Катодолюмінесцентна топограма фрагмента ( $280 \times 200 \text{ мкм}^2$ ) поверхні  $(\bar{1}\bar{1}1)$  синтезованого кристала, цифрами вказані області №1–№12, в яких отримані картини Кікучі (а). Картина Кікучі, отримана від області №1 (б).

### 3. Методика і алгоритми аналізу картин Кікучі

Як правило, картини Кікучі, отримані від різних областей кристалу, відрізняються незначними зміщеннями вузлів (рис. 3б–5б), і залежать як від експериментальних умов, так і від структурних параметрів кристала. Оскільки у разі дифракції швидких електронів кути дифракції  $\theta$  достатньо малі, то перетини конусів відбивань електронів з площиною детектора мають вид прямих ліній (замість гіпербол при X-променевої дифракції). Загалом, картини ліній Кікучі дуже чутливі до зміни орієнтації кристалу. Точність визначення періоду ґратки залежить від точності визначення геометричних параметрів, наприклад, координат полюсів (вузлів) – областей перетину дифракційних ліній на картинах Кікучі [2, 18, 24, 32].

#### 3.1 Визначення геометричних параметрів зображень – координат вузлів перетинів ліній на картинах Кікучі

Загалом вирішення проблеми точного визначення координат вузлів – достатньо складна і неоднозначна задача, оскільки фрагмент зображення навколо вузла не має чіткого максимуму, і, як правило, відсутня симетрія у розподілі інтенсивності щодо центру вузла [31, 32]. Для багатьох задач має сенс визначати не абсолютні значення положень вузлів, а їх відносні зміни, наприклад, для серії зображень Кікучі-ліній від декількох локальних областей одного кристалу щодо початкового (еталонного) зображення. Оскільки, на картинах Кікучі можливі локальні спотворення вузлів, то необхідно визначати ступінь кореляції між фрагментами зображень дифракційних ліній еталону і зразка. Подібні за-

вдання порівняння деформованих зображень (наприклад, друкарських символів) успішно розв'язуються кореляційним методом розпізнавання образів [29-31]. Як такі фрагменти (ядра кореляції) зручно використовувати в якості кругових областей навколо характерних деталей зображень, в нашому випадку, вузлів перетинів ліній Кікучі.

Для автоматизованої обробки експериментальних зображень розроблено алгоритм і виконано програмну реалізацію кореляційного методу у середовищі *Delphi* [24, 31, 32]. Найкращий результат отримано при множенні яскравості кругової області еталону на функцію Гауса, що дозволяє виключити вплив краєвих ефектів.

### 3.2 Визначення невідповідності зображень Кікучі-ліній, отриманих від локальних областей кристалу

Проблема визначення невідповідності між картинами Кікучі полягає в залежності місцеположення перетинів ліній Кікучі (вузлів) не тільки від структурних параметрів досліджуваного кристала, але й від умов експерименту. Залежно від експериментальних умов (кута падіння електронів на зразок, відстані від зразка до детектора тощо) можливі зсуви вузла за шириною і висотою, стиснення або розтягування вздовж певних напрямків, поворот, зміна середньої яскравості та інші менш істотні спотворення. Тому основне завдання розробленого алгоритму полягає в компенсації відмінностей в умовах експерименту для серії картин Кікучі, з урахуванням можливих спотворень зображень. Загалом завдання полягає у визначенні невідповідності (різниці) між зображенням Кікучі-ліній еталону і серії зображень, отриманих для різних областей кристалу. За наявності додаткової інформації, як еталон слід вибрати картину, отриману для області кристала з мінімальними структурними спотвореннями [31]. Після програмної обробки розподіл інтенсивності картин Кікучі практично не залежить від умов експерименту, а визначається структурними параметрами досліджуваної області кристалу.

### 4. Визначення зміни періоду ґратки в локальних областях кристалу із картин Кікучі

Використання запропонованого кореляційного методу і його програмної реалізації дозволяє автоматизувати процес визначення змін на картинах Кікучі і мінімізувати суб'єктивні чинники, а оптимальний вибір ядра кореляції забезпечує високу точність визначення зсувів деталей

зображень (рис.6). У результаті можна визначити локальні зміни структурних характеристик зразків, наприклад, відносну зміну відносних деформацій в певному напрямку (рис. 7).

За допомогою розробленої нами програми *Image\_E*, а також кореляційного методу проведений аналіз розподілу інтенсивності окремих Кікучі-ліній на зображеннях, отриманих в різних областях кристалів на рис. 3а–5а. Апроксимуючи розподіли інтенсивності у вузлах перетину ліній Кікучі функцією Гауса [24, 31, 32], показано, що усереднене для всіх піків серед-

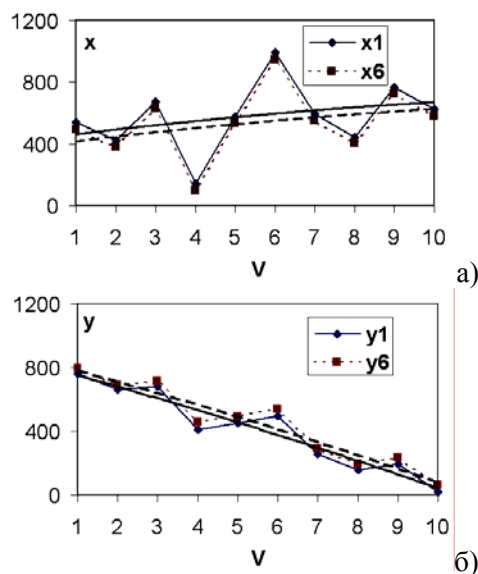


Рис. 6. Кристал алмазу №1. Зсув координат вузлів на картинах Кікучі для локальних областей №1 і 6. Зсув вузлів по осі  $Ox$  (а), по осі  $Oy$  (б). Суцільна і штрих-пунктирна лінії – апроксимація експериментальних даних методом найменших квадратів

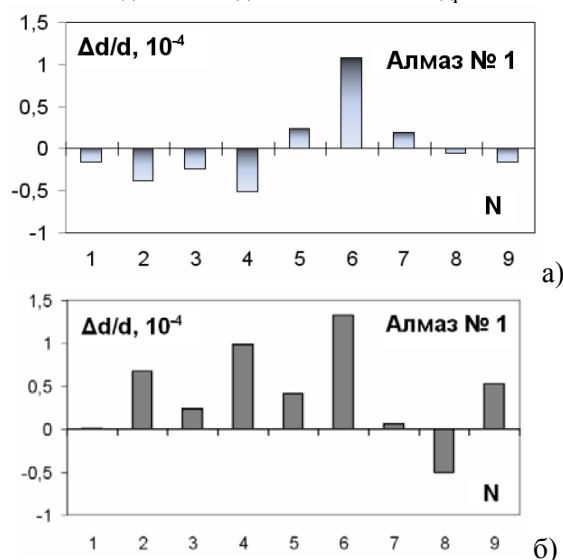


Рис. 7. Алмаз №1. Середні значення  $\Delta d/d$ , визначені з різниці картин Кікучі (а), з різниці відстаней між вузлами на картинах Кікучі (б)

ноквадратне відхилення по вісі у рівне 13,32 пікселів. Величина зсуву піків  $M$  (пікселі) і значення  $\Delta_I$  невідповідності зображень (відстані між певними полюсами на картинах Кікучі) пов'язані емпіричним співвідношенням:

$$M = (0.00088 + 2,9820\Delta_I + 0,91148\Delta_I^2)\sigma. \quad (3)$$

На підставі розрахованих зсувів  $M$  вузлів (рис. 7) на картинах Кікучі визначена відносна зміна міжплощинних відстаней  $\Delta d_{hkl}/d_{hkl}$  (рис. 3а–5а) у відзначених точках на поверхні кристалів алмазу. Зазначимо, що крім масштабування – порівняння геометричних параметрів картин, нами враховувалася також невідповідність усереднених значень контрастності і яскравості зображень на картинах Кікучі.

Для синтезованих кристалів алмазу на рис. 3а–5а характерна наявність пластинчастих утворень у вигляді зон росту. Їх поява, як правило, зумовлена нерівномірним розподілом домішки азоту або бору під час росту кристала. Такі утворення спостерігаються на катодолюмінесцентних топограмах, їх розміри можуть бути менше 1 мкм, а напруги на межі двох зон досягають 0,5 ГПа [10]. Оскільки алмаз №1 є поліблочним, причому, межі розділу між блоками – малокутові, то, відповідно, цікаво порівняти усереднені значення деформацій в різних локальних областях кристала. З топограм рис. 3а локальні області №1, №3 і №7 загалом за характером розподілу контрасту повинні бути структурно однорідними. Такий же висновок можливий і для областей №2, №4, №6 і в меншій мірі для №8 і №9. Водночас ці групи областей кристалу повинні істотно різнитися між собою. Проте, діаграма деформацій рис. 7 не підтверджує цього. За абсолютною величиною максимальні значення деформацій притаманні для областей №6, №4, мінімальні – для №1, №3, №7, №8.

Така ж картина спостерігається і для алмазу №2 (рис.8). Точки №1, 8 і 10 з одного боку, а точки №2–5 і 7, у меншій мірі область №9 з іншої, повинні бути структурно однорідні. Проте, і в цьому випадку діаграма середніх значень деформацій на рис. 8 показує інше. Максимальне значення деформацій є в локальних областях №8, і особливо в області №16 – області зародку. Мінімальна деформація – в локальних областях №2–5, №9 і №10. Цікаво, що кристал і зародок мають різні знаки деформації. Якщо для кристалу характерне збільшення відстаней між полюсами, то для зародку обернена картина – зменшення в усіх локальних областях кристалу.

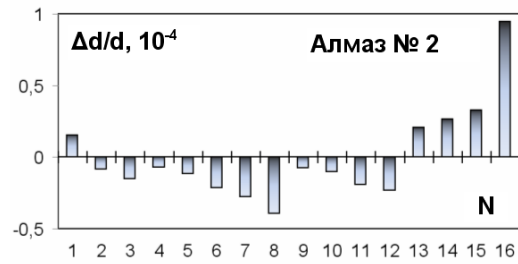


Рис. 8. Алмаз №2. Середні значення  $\Delta d/d$ , визначені з різниці картин Кікучі

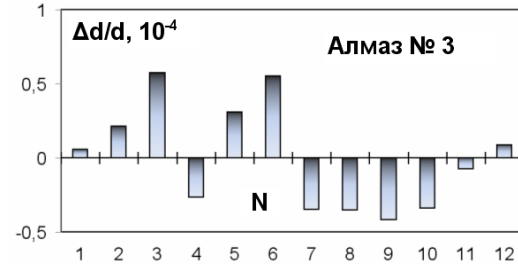


Рис. 9. Алмаз №3. Середні значення  $\Delta d/d$ , визначені з різниці картин Кікучі

Цікава картина має місце для алмазу №3. Спостерігається шарова будова синтезованого кристалу алмазу (рис. 5а) по площині (111) в результаті селективного захоплення домішок гранями під час росту. Як слідує з топограми на рис. 5а структурно еквівалентними є з одного боку локальні області №1, №3, №7 і, з іншого боку №4 і №8, №9 і №12. Максимальне значення середньої деформації (рис. 9) характерні для локальних областей №3, №6 і №9, мінімальне – в областях №1, №11 і №12. Такий неоднорідний розподіл деформацій може бути зумовлений, крім деформацій, ще і кутових розорієнтацій окремих фрагментів кристала.

Порівнюючи діаграми деформацій на рис. 7–9 і РЕМ картин на рис. 3а–5а, найбільш неоднорідним є кристал алмазу №3, а однорідним кристал №2.

Загалом формування картин ліній Кікучі пов'язане як з пружним, так і з непружним розсіянням електронів [26–28]. Тому, для вичерпного пояснення зміни їх геометрії, залежно від структурної досконалості кристалів, необхідно використовувати динамічну теорію розсіяння електронів, яка дозволяє врахувати ефекти дифузного непружного розсіяння на різних недосконалах будови кристалів [16, 22].

### 5. Визначення структурної однорідності штучних алмазів за допомогою аналізу профілів розподілу інтенсивностей ліній Кікучі

Далі нами запропоновано аналізувати профілі розподілу інтенсивності ліній Кікучі, наприклад,

відстань між максимумом і мінімумом ліній. Такі геометричні параметри характеризують структуру областей кристалу, наприклад, локальну зміну параметра ґратки. Для найбільш точного визначення геометричних параметрів картин Кікучі створено спеціалізоване програмне забезпечення.

Як впливає з експериментальних топограм алмазу (рис. 3а–5а), основна проблема полягає у вірному виборі методу аналізу інтенсивності ліній Кікучі. При дифракції електронів слід площини точно проектується посередині між відповідними темною і світлою лініями Кікучі і є гномонічною проекцією площини  $(hkl)$ , що відображає  $(\bar{h}\bar{k}\bar{l})$  (рис. 10б,в). Тому відстань  $L$  між лініями Кікучі в кутовому масштабі відповідає куту  $2\theta$  і визначається співвідношенням

$$L = l \cdot 2\theta = n\lambda / d_{hkl} = c / d_{hkl}, \quad (4)$$

де  $l$  – ефективна відстань об'єкт–екран,  $c$  – електронорафічна постійна.

При визначенні розподілу інтенсивності вздовж окремої лінії Кікучі на рис. 10 за допомогою розробленого алгоритму і програми проведено усереднення інтенсивності профілю. Внаслідок такого усереднювання значно ослаблюється випадкова складова інтенсивності (шум). Відносні зміни профілів інтенсивності вздовж окремих ліній незначні, але при пригніченні шуму і відповідному масштабуванні їх інтенсивності на рис. 10б,в спостерігається характерна форма кожного профілю, яка також залежить від площини дифракції і локальної структурної досконалості досліджуваної області кристала.

### 5.1 Визначення профілів розподілу інтенсивності ліній Кікучі

Профілі розподілу інтенсивності, перпендикулярні певній лінії Кікучі, визначалися за допомогою розробленого алгоритму і програми *Image\_Profile* середовищі *Delphi*. Програма *Image\_Profile* дозволяє зчитувати окремі профілі, а також усереднення серії профілів вздовж певного напрямку. Таким усередненням значно ослаблюється випадкова складова інтенсивності (шум). Відносні зміни профілів інтенсивності для окремих ліній незначні, але при пригніченні шуму і відповідному масштабуванні їх інтенсивності на рис. 10б спостерігається характерна форма кожного профілю, яка також залежить від напрямку лінії Кікучі і локальної структурної досконалості досліджуваної області кристалу.

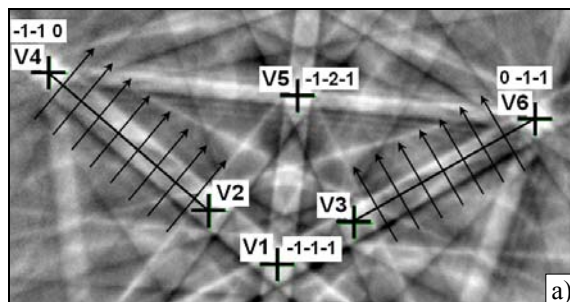


Рис. 10а. Фрагмент інтерфейсу програми *Image\_Profile*: зчитування усередненого профілю, перпендикулярного напрямку лінії Кікучі між вузлами V2 і V4, а також V3 і V6 (кристал алмазу №1, область №1)

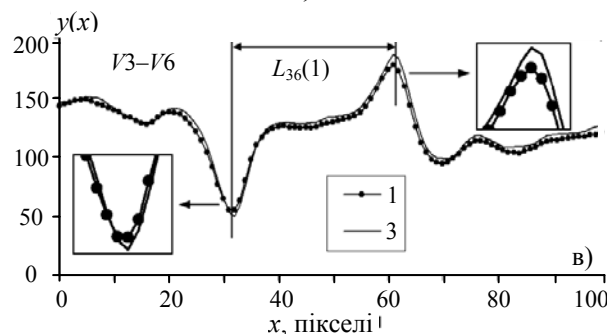
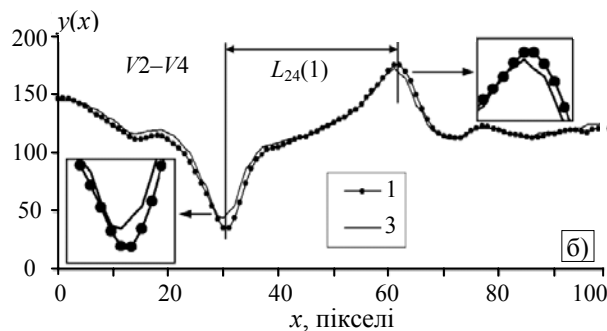


Рис. 10б,в. Профілі розподілу інтенсивності для ліній Кікучі (кристал алмазу №1 на рис. 3а): область №1 (1), №3 (3). Ширина лінії між вузлами V2–V4 для області №1 дорівнює  $L_{24}(1)=30,59$  пікселя, для області №3 –  $L_{24}(3)=30,43$  пікселя (б), а між вузлами V3–V6 для області №1 –  $L_{36}(1)=27,75$  пікселя, для області №3 –  $L_{36}(3)=27,67$  пікселя (в)

Характерний розподіл інтенсивності окремих перетинів Кікучі–ліній указує на анізотропію будови даних зразків у різних кристалографічних напрямках.

### 5.2 Визначення відстані між екстремумами профілів

Для точного визначення такого важливого геометричного параметра ліній Кікучі, як відстань між екстремумами ліній (мінімумом і максимумом, темною і світлою смугою), створено спеціалізовану програму *Fit\_Kikuchi*. Алгоритм роботи програми наступний. Початковий профіль  $tu$  (один мінімум і один максимум) зчитується із файлу і перетворюються в профіль  $tu2$



(два максимуми). Перетворення  $tu$  в  $tu_2$  відбувається симетричним поворотом лівої частини профілю  $tu$  щодо середнього значення інтенсивності профілю.

Далі максимуми профілю  $tu_2$  апроксимуються двома розподілами Гауса (профіль  $myf$ ). В процесі підгонки  $myf$  до  $tu_2$  координати центру  $XC$  і середньоквадратичного відхилення у розподілі Гауса змінюються шляхом мінімізації значення середньоквадратичної різниці:

$$C_r = \sqrt{\sum_{i=1}^n (my_2 - my_f)^2}, \quad (6)$$

де  $n$  – кількість точок профілю.

У процесі підгонки середньоквадратична різниця профілів  $C_r$  розраховується тільки в діапазоні  $(XC-y, XC+y)$  щодо центру  $XC$  розподілу Гауса, що дозволять точніше визначати координати піків (рис. 12).

### 5.3 Аналіз геометричних параметрів профілів ліній Кікучі

Для основних ліній Кікучі кристалів №1 і №2 визначена залежність ширини лінії (відстані між екстремумами) від номера області кристала (рис. 3,4).

Для оцінки структурної однорідності локальної області кристалу більш інформативне абсолютне значення  $\Delta L$  зміни ширини лінії щодо середнього значення, а не ширина лінії  $L$  (рис. 13, таблиця 1). При цьому спостерігається кореляція між розрахованими значеннями  $\Delta L$  і РЕМ зображенням локальних областей кристала на рис. 3,4.

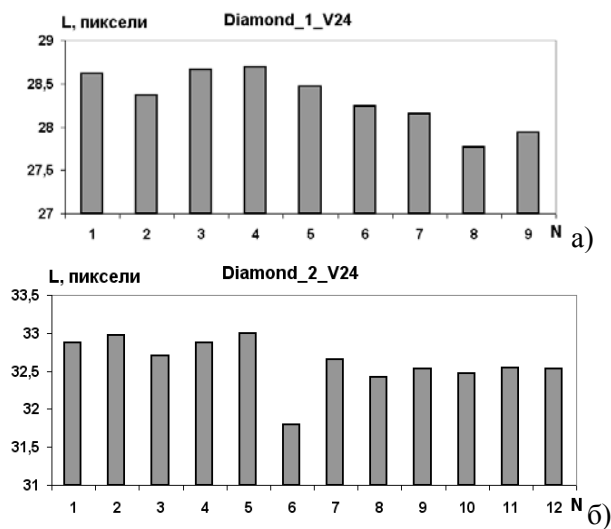


Рис. 11. Значення ширини  $L$  лінії Кікучі (між вузлами  $V_2$  і  $V_4$ ): кристал №1 (а), кристал №2 (б).  $N$  – номер області кристала

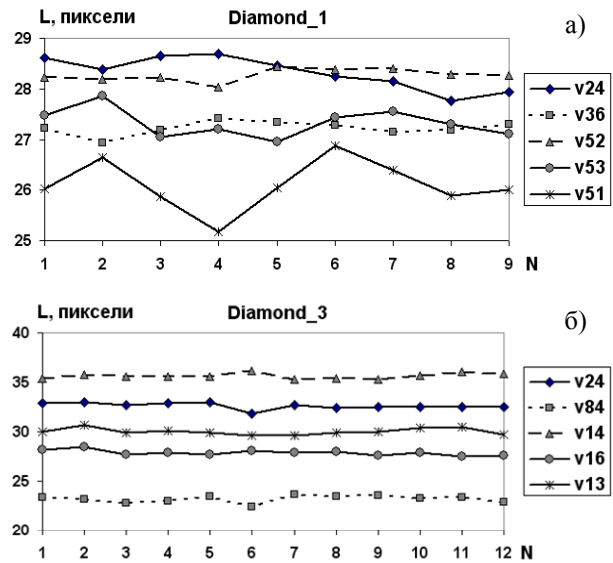


Рис. 12. Значення ширини  $L$  ліній Кікучі: кристал №1 (а), кристал №2 (б).  $V_{24}$  – ширина лінії між вузлами  $V_2$  і  $V_4$ . Ширини інших ліній позначена аналогічно

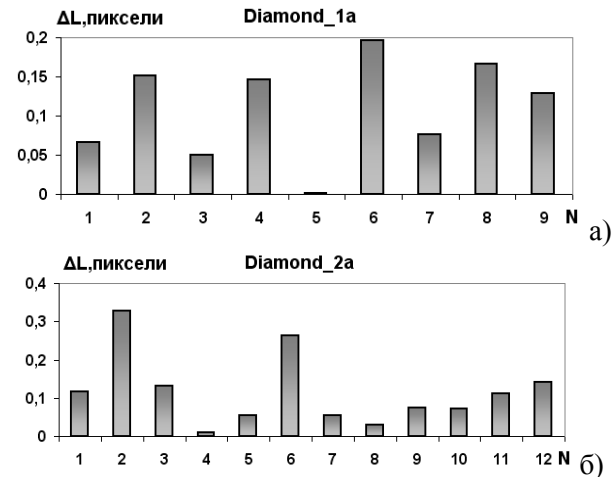


Рис. 13. Абсолютні значення  $\Delta L$  зміни ширини ліній Кікучі: кристал №1 (а), №2 (б)

Таблиця 1. Ширина ліній  $L$  і абсолютні значення  $\Delta L$  зміни ширини ліній Кікучі подані в пікселях

№ області	Кристал №1		Кристал №2	
	$L$	$\Delta L$	$L$	$\Delta L$
1	27,514	0,066	29,982	0,118
2	27,600	0,151	30,193	0,329
3	27,398	0,051	29,731	0,133
4	27,303	0,146	29,874	0,010
5	27,450	0,001	29,919	0,054
6	27,646	0,197	29,602	0,262
7	27,525	0,076	29,810	0,054
8	27,283	0,166	29,836	0,029
9	27,321	0,128	29,789	0,075
10			29,936	0,072
11			29,977	0,112
12			29,723	0,142

Усереднення профілів розподілу інтенсивності ліній Кікучі уздовж певних напрямів дозволяє значно ослабити випадкову складову інтенсивності (шум) і підвищити інформативність методу ліній Кікучі. Апроксимація профілів розподілу інтенсивності ліній Кікучі функціями Гауса за допомогою розробленої програми значно підвищує точність визначення ширини ліній, а відповідно і структурних параметрів кристалу.

Отже, використання дифракції електронів (методу Кікучі) дозволяє отримувати інформацію про механізми формування реальної структури в процесі синтезу і впливу на властивості алмазу його внутрішньої будови, ступеню однорідності і досконалості

### 6. Визначення розорієнтації кристалітів, зерен полікристалічних матеріалів

Використання кореляційного методу і його програмної реалізації, надає можливість автоматизувати процес точного визначення координат полюсів (вузлів – перетинів ліній) на картинах Кікучі з точністю до 1 пікселя, мінімізувати суб'єктивні чинники, а оптимальний вибір ядра кореляції забезпечує високу точність визначення зміщень деталей зображень, що дозволяє визначити параметр ґратки (похибка визначення зміни міжплощинних відстаней у діапазоні  $10^{-5}$ – $10^{-4}$ ) монокристалів алмазу за даними дифракції Кікучі [18, 24]. Даний метод успішно може використовуватися для інших монокристалічних матеріалів. Фірма *Oxford* не надала програмного забезпечення, аналогічного розробленому нами. Програмне забезпечення фірми дозволяє визначити зміну параметра ґратки на рівні  $\Delta a/a=10^{-2}$ , що достатньо для визначення кутових розорієнтацій кристалітів полікристалічного зразка на основі аналізу зміщень зон Кікучі (чорно-білої пари ліній  $(hkl)$  і  $(\bar{h}\bar{k}\bar{l})$ ). Таке застосування методу зрозуміле, оскільки ні один із методів, окрім сучасних методів Кікучі-дифракції не дозволяє аналізувати у полікристалах орієнтацію зерен в локальних ділянках розміром менше 0,1 мкм з розорієнтацією 0,05°.

Таблиця 2. Умови отримання алмазних полікристалічних плівок із газової суміші.  $N$  – потужність генератора,  $P$  – тиск у камері росту,  $T$  – температура підкладки,  $\Delta v$  – ширина лінії Рамана алмазу ( $NS$  – підкладка,  $GS$  – ростова сторона)

Зразок №	Колір	Товщина, мкм	H <sub>2</sub> /CH <sub>4</sub> /O <sub>2</sub> , %	$N$ , кВ	$P$ , Тор	$T$ , °C	$\Delta v(GS)$ , см <sup>-1</sup>	$\Delta v(NS)$ , см <sup>-1</sup>
DF1	Прозорий	360	98,5/1,5/0	4,5	87	820	2,2	4,5
DF2	Блакитний	340	98/2/0	5,0	100	690	2,2	5,0
DF3	Чорний	500	89/10/1	4,4	92	940	2,7	8,0
DF4	Прозорий	480	98,8/1,2/0	4,4	90	820	–	–

Як зазначалося у вступі, алмаз володіє неперевершеними фізико-механічними характеристиками. Основним його недоліком при використанні у мікроелектроніці є малі розміри. На сьогодні, поряд із синтезом монокристалів алмазу, стало можливим отримувати полікристалічні плівки з фізико-механічними характеристиками, що не поступаються монокристалам алмазу [32–40]. При цьому площинні розміри плівок на три порядки перевищують розмір монокристалів у перетині. Основною перешкодою при отриманні полікристалічних плівок із заданими властивостями є поліпшення їхньої текстури. У цьому сенсі особливого значення набувають методи діагностики якості алмазних плівок.

### 6.1 Дослідження розорієнтації кристалітів алмазу у полікристалічних плівках

Визначення ступеня розорієнтації зерен алмазних полікристалічних плівок виконано на растровому електронному мікроскопі *Zeiss EVO-50*, оснащеному катодом LaB<sub>6</sub> і системою *EBS*D (*Oxford*). Просторова роздільна здатність електронного променя в експерименті при струмі зонда 0,6 А та прискорюючій напрузі 20 кеВ становить ~5–6 нм. З огляду на кут нахилу зразка, реальна просторова роздільна здатність при отриманні картин дифракції сягає 30 – 50 нм.

Досліджено 4 плівки, з різною дефектною структурою. У таблиці 2 наведені їх деякі характеристики. У працях [33, 34] описано метод отримання алмазних полікристалічних плівок і підготовка поверхні для досліджень, наведені дані по вивченню їх дефектної структури з використанням оптичних методів, наведені деякі фізико-механічні характеристики.

У працях [35–38] досліджено вплив домішки бору на формування структури плівки. Авторами [39] показано, що структура плівки змінюється при зміні часу її отримання. У даній праці, при ідентифікації дефектних центрів, з використанням Фур'є-ІЧ-спектрометра *Nicolet 6700 FTIR*, виконано дослідження пропускання плівками у діапазоні 500–4000 см<sup>-1</sup>.

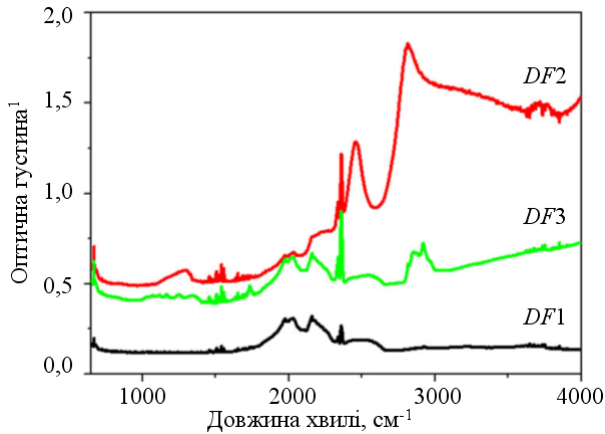


Рис. 14. Спектри пропускання алмазними полікристалічними плівками DF1–DF3

Спектри поглинання наведені на рис. 14. Усі плівки ідентифікуються як алмази II-типу, які мають слабе поглинання, обумовлене домішками в однофоновому діапазоні ІЧ-спектру. DF1- і DF3-спектри на протигагу до DF2-спектру, демонструють гарно виражене двофоновне поглинання у діапазоні між 1700 і 2700  $\text{см}^{-1}$ , що характерно для алмазів IIa-типу. Слабе проявлення двофоновного поглинання плівкою DF2, можливо, обумовлене високим (близько  $10^{19} \text{ см}^{-3}$ ) рівнем легування кристалічної

алмазної ґратки атомами бору.

Добре визначені смуги при 2460 і 2810  $\text{см}^{-1}$ , як і сильне поглинання в однофоновному діапазоні, також пов'язане з легуванням бором. Це типово для алмазів IIb-типу. Наявність інтенсивних чітко розділених C–H валентних смуг у діапазоні між 2750 і 3100  $\text{см}^{-1}$ , та особливо  $sp^3$ -CH<sub>2</sub> симетричних валентних коливань при 2850  $\text{см}^{-1}$  і  $sp^3$ -CH<sub>2</sub> асиметричних валентних коливань при 2925  $\text{см}^{-1}$ , а також двофоновного алмазного поглинання на DF3 спектрі, свідчать про співіснування гідрогенізованого аморфного вуглецю у граничних областях алмазних зерен та мікрокристалів чистого IIa-алмазу в цій плівці.

На рис. 15-18 наведені карти орієнтаційного контрасту, центри локалізації напруг та кутовий розподіл орієнтацій кристалітів досліджених зразків DF1-DF3.

При аналізі площі зерен (рис. 18а) встановлено, що найбільше середнє значення площ спостерігається для зразка DF1, а мінімальне – для зразка DF3. Водночас середнє квадратичне відхилення площ зерен для зразка DF1 значно перевищує відповідні значення зразків DF2 і DF3.



Рис. 15. Орієнтаційний контраст алмазних полікристалічних плівок

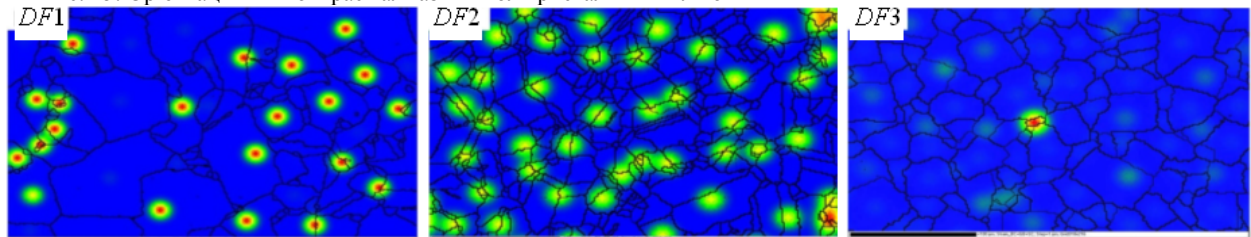


Рис. 16. Центри локалізації напруг

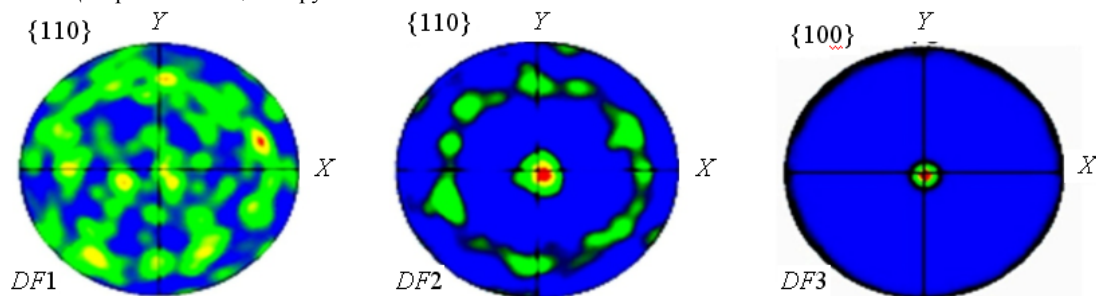


Рис. 17. Кутовий розподіл полюсів кристалітів відносно ростової поверхні

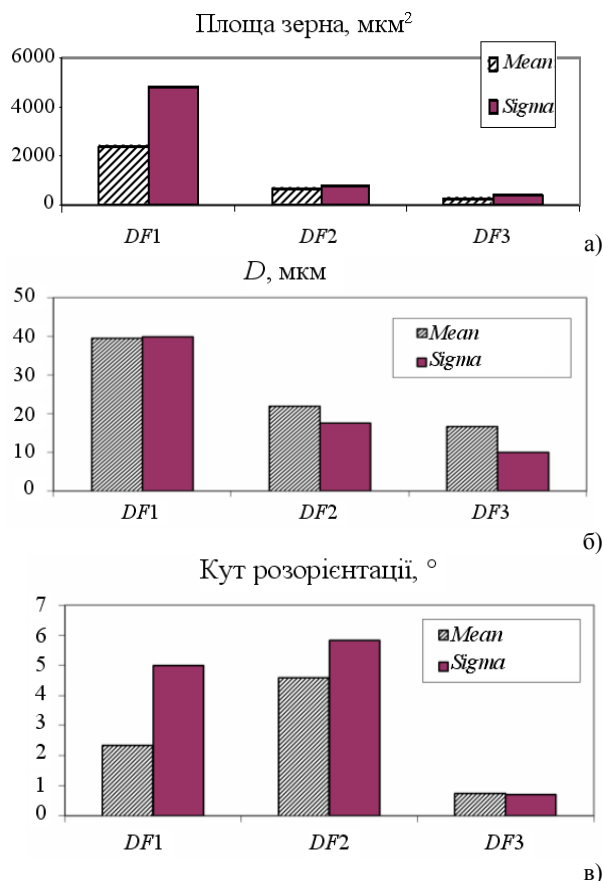


Рис. 18. Розподіли середніх площ зерен (а), діаметрів зерен (б), розорієнтації зерен (в). Mean – середнє значення, Sigma – середнє квадратичне відхилення

Аналіз розміру зерен на рис. 18б показує майже однакове зменшення середніх значень і середньоквадратичних відхилень для зразків DF1, DF2 і DF3.

Середнє значення розорієнтації зерен (рис. 18в), а також середньоквадратичне відхилення максимальні для зразка DF2. Середнє значення розорієнтації зерен для зразка DF1 значно менше, але середньоквадратичне відхилення сумірно зі значенням для зразка DF2. Такий великий розкид розорієнтацій зерен для зразка DF1 корелює з великим розкидом площ зерен для цього зразка. Середнє значення і квадратичне відхилення для зразка DF3 мінімальні, що свідчить про найбільшу структурну однорідність зразка DF3.

Отже, найбільш текстурованою виявилася полікристалічна плівка DF3 (рис. 16). Можна припустити, що наявність гідрогенізованого аморфного вуглецю на міжкристалічних границях (дані ІЧ-спектроскопії, рис. 14) приводить до зниження напруг між окремими кристалітами (рис. 16), сприяє формуванню текстури ма-

теріалу. Про це свідчать також кутові розподіли полюсів кристалітів у зразку (рис. 17в). Характерно, що для даного зразка переважають 30°-границі. Зменшення розорієнтації границь у площині наростання плівки, у порівнянні із зразками DF1 і DF2, де переважають 60°-границі, можна пояснити зменшенням внутрішніх механічних напруг даного зразка. Із рис. 17 випливає, що максимальні напруги характерні для зразка, легуваного бором. Очевидно, це обумовлено додатковими дефектами на границях кристалітів, які виникають при легуванні плівок [37,41].

Плівка DF4 отримана, як і плівка DF1 на підкладчинці кремнію, орієнтованої площиною {110}. Зміна технологічних умов (таблиця 2) дозволила отримати текстуру поверхні плівки, аналогічно DF2 з орієнтацією кристалітів близькою до площини росту. При цьому коефіцієнт індексації ліній Кікучі для даної поверхні в експерименті, як і на трьох попередніх зразках, наближався до 95%. Навпаки, для поверхні, що контактує з підкладкою, зазначена величина не перевищувала 30%. Орієнтація кристалітів, на цій поверхні, хаотична (аналогічна DF1). При однаковому ступені підготовки поверхні для досліджень, такий результат можна пояснити тільки більш високими внутрішніми деформаціями матеріалу з боку підкладки, у порівнянні з ростовою поверхнею.

Даний висновок підтверджується даними рис. 19, де наведені карти розорієнтації зерен на торцевому зрізі плівки. Виходячи зі зображення на рис. 19в можна стверджувати, що зріз плівки зроблений близько до орієнтації площини {111}. Для зрізу біля підкладчинки характерні більш дрібні за розміром кристаліти, які орієнтовані хаотично (рис. 19а). В міру збільшення товщини плівки відбувається впорядкування її структури. Із рис. 19б випливає, що максимальні напруги виникають на границі між кремнієвою підкладчинкою і шаром алмазної плівки. При збільшенні товщини плівки, відбувається текстуровування плівки, напруги спадають [37].

Зміну структури плівки DF4, у порівнянні з плівкою DF1, можна пояснити за рахунок зменшення швидкості її росту [37, 40, 41] (зменшено вміст вуглецю та збільшено тиск у робочій камері). Відсутність текстури плівки з боку підкладчинки обумовлена технологічно створеними центрами кристалізації: попереднє шаржування алмазів у поверхню кремнію.

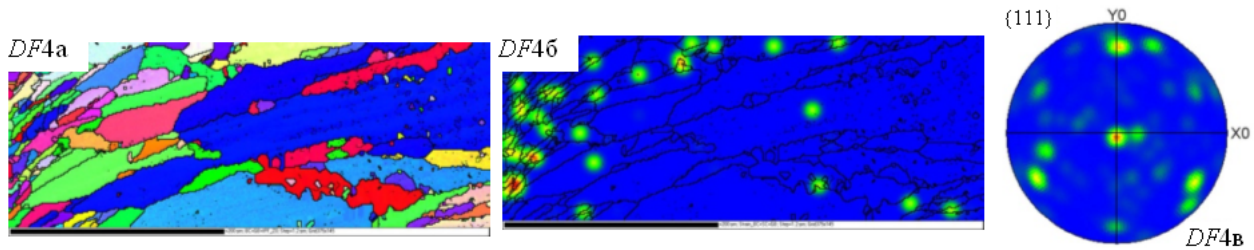


Рис. 19. Торцева поверхня плівки FD4

### Висновки

1. Використання кореляційного методу і його програмної реалізації дозволяють автоматизувати процес точного визначення координат полюсів (вузлів – перетинів ліній) на картинах Кікучі з точністю  $\sim 1$  пікселя і мінімізувати суб'єктивні чинники, а оптимальний вибір ядра кореляції забезпечує високу точність визначення зміщень деталей зображень.

2. Комплексний аналіз профілів інтенсивності ліній Кікучі, змін місцеположень їх перетинів (вузлів), дозволяє уточнювати причини, що спричиняють зміни періодів ґратки в даному напрямку і значно підвищити інформаційність методу ліній Кікучі. Це дає можливість визначити кореляцію між кристалічною структурою і напрямом переважного росту.

3. Відносні зміни профілів інтенсивності окремих ліній на картинах Кікучі залежать від локальної структурної досконалості досліджуваної області кристала. Характерні розподіли інтенсивності окремих перетинів ліній Кікучі вказує на анізотропію будови даних зразків у різних кристалографічних напрямках.

4. Проведені дослідження з використанням методу дифракції відбитих електронів (методу Кікучі-дифракції) на полікристалічних алмазних плівках, композитних надтвердих матеріалах та сталях [18] показують, що використання даного методу дозволяє отримати не тільки нові дані для розвитку динамічної теорії розсіяння електронів на реальній структурі матеріалів, але й контролювати наслідки зміни цієї структури за різних технологічних чинників. Також можливо визначати кількісні параметри – орієнтаційні, розорієнтаційні і розмірні характеристики зерен і, що дуже важливо, фізичні причини змін не тільки фізико-механічних властивостей матеріалів, але й передбачити шляхи їх покращення і оптимізації

5. Використання дифракції електронів (методу Кікучі) дозволяє отримувати інформацію про механізми формування реальної структури в процесі синтезу і впливу на властивості алмазу його внутрішньої будови, ступеню однорідності і

досконалості.

6. Дослідження алмазних полікристалічних плівок, отриманих за різних умов, показало, що за допомогою методу Кікучі можна ефективно визначати вплив умов росту на формування мікроструктури алмазних плівок, визначати кутову орієнтацію окремих кристалітів плівки і ступінь їх текстурування, природу міжзеренних границь, а також центри локалізації максимальних напруг.

7. Зміна умов отримання полікристалічних алмазних плівок, певним чином впливає на ступінь їх текстурування. Введення домішки бору приводить до виникнення дефектів, супутніх текстуруванню плівки. При цьому напруги в матеріалі, в цілому, зростає. Збільшення дефектності за рахунок вуглецю в  $sp^2$ -стані і наявності C–H гідрогенованого вуглецю на межах зерен приводить до суттєвого зменшення внутрішніх напруг.

### СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. Chalker P.R., Johnston C., Werner M. Physical properties of diamond for thermistors and pressure transducers // *Semiconductor Science and Technology*. – 2003. – **18**. – P. s113-s116.
2. Zuo J.M. Quantitative convergent beam electron diffraction / *Electron Crystallography. Determination of Nanosized Materials. Novel Approaches for Structure* (Eds. T.E.Weirich, J.L. Labar and X. Zou). – Dordrecht, Netherlands: Springer, 2006. – Series II: Mathematics, Physics and Chemistry. – **211**. – P.143-168.
3. Schmid P., Adamchik M., Kohn E. Design of high speed diamond microswitch // *Semiconductor Science and Technology*. – 2003. – **18**. – P. s72-s76.
4. Thonke K. The boron acceptor in diamond // *Semiconductor Science and Technology*. – 2003. – **18**. – P. s20-s26.
5. Nebel C.E. Electronic properties of CVD diamond // *Semiconductor Science and Technology*. – 2003. – **18**. – P. s1-s11.
6. Новиков Н.В. Физические свойства алмаза (справочник). – Киев: Институт сверхтвердых материалов, 1987. – С.24-133.
7. Алмаз в электронной технике. Сб. статей под ред. В.Б. Кваскова. – М.: Энергоатомиздат, 1990.
8. Osetinskaya T.D., Tkach V.N.. The effect of structure development in electron-irradiated type Ia diamond // *J. of Material Science*. – 1999. – **34**. – P.2891-2897.

9. *Lonsdale K.* Divergent-beam X-ray photography of crystals // *Phil. Trans. Roy. Soc.* – 1947. – **240**, A.817. – P.219-250.
10. *Вишневский А.С., Новиков Н.Н., Ткач В.Н.* Использование коселеграм для определения деформаций монокристаллов синтетического алмаза // Докл. АН УССР. Сер. Физика. – 1984. – №5. – С.55-59.
11. *Ткач В.Н., Вишневский А.С.* Измерение профиля интенсивности линий Коселя // *Сверхтвердые материалы.* – 1992. – №3. – С.10-13.
12. *Tkach V.N.* Precision studies of synthetic diamonds using Kossel's method // *Diamond Relat. Mater.* – 1993. – **3**. – P.112.
13. *Ткач В.Н.* Рассеяние рентгеновского излучения решеткой монокристаллов алмаза // *Металлофизика и новой. техн.* – 2002. – **24**, №7. – С.949-955.
14. *Fodchuk I.M., Ravansky M.D., Gultay L.L., Tkach O.O.* The features of anomalous multiple X-ray transmission in Ge crystals with distortions // *J. Phys. D: Applied Physics.* – 2001. – **34**. – P.93-97.
15. *Mayo W.E.* The generalized equation of pseudo-Kossel lines // *J. Appl. Cryst.* – 1986. – **19**. – P.77-79.
16. *Lang R., Pang G.* A possible new route to precise lattice-parameter measurement of perfect crystals using the divergent-X-ray-beam method // *J. Appl. Cryst.* – 1995. – **28**. – P.61-64.
17. *Shinohara T., Kurokawa T., Yoshiyama T., Itoh T., Sogami I.S., Ise N.* Structure of colloidal crystals in sedimenting mixed dispersions of latex and silica particles // *Physical Review E.* – 2004. – **70**. – P.062401.
18. Basics of EBSD [Електронн. ресурс]. – режим доступу: <http://www.ebsd.com/index.htm>.
19. *Goehner R.P., Michael J.R.* Phase identification in a scanning electron microscope using backscattered electron Kikuchi patterns // *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology.* – 1996. – **101**. – P.301-308.
20. *Langer E., Kurt R., Dabritz S.* KOPSKO: a computer program for generation of Kossel and pseudo Kossel diffraction patterns // *Crys. Res. Technol.* – 1999. – **34**, No.7. – P.801-816.
21. *Fowler H.A., Marton L.* Widths of Kikuchi lines in Germanium // *J. Appl. Phys.* – 1967. – **38**. – P.1735.
22. *Geier S., Schreck M., Hessmer R., Rauschenbach B., Stritzker B., Kunzea K., Adams B.L.* Characterization of the near-interface region of chemical vapor deposited diamond films on silicon by backscatter Kikuchi diffraction // *Appl. Phys. Lett.* – 1994. – **65**. – P.1781.
23. *Sur B., Rogge R.B., Hammond R.P., Anghel V.N.P., Katsaras J.* Observation of Kossel and Kikuchi lines in thermal neutron incoherent scattering // *Physical Review Letters.* – 2002. – **88**, No.6. – P.065505-10.
24. *Борча М.Д., Баловсяк С.В., Гарабажив Я.Д., Ткач В.М., Фодчук И.М.* Определение структурной однородности искусственных алмазов методом Кикучи - дифракции // *Металлофизика и новейшие технологии.* – 2009. – **31**, №2. – С.52-65.
25. *Fodchuk I.M., Tkach V.M., Ralchenko V.G.* et all Distribution in angular mismatch between crystallites in diamond films // *Diamond and Related Materials* – 2010. – **19**. – P.409-412.
26. *Gontar A.G., Tkach V.N., Romanko L.A.* Cathodoluminescent microtopography and spectroscopy of diamond produced by CVD and other methods // *Jorn. of Chemical Vapor Deposition.* – 1995. – **4**. – P.70-84.
27. *Бушнев Л.С., Колобок Ю.Р., Мышляев М.М.* Основы электронной микроскопии. – Томск: Изд. Томского ун-та, 1990.
28. *Ткач С.В., Кузьменко Е.Ф., Ткач В.Н. Гонтарь А.Г., Шульженко А.А.* Возможности цифровой растровой микроскопии высокого разрешения при исследовании структуры режущей двухслойной пластины // *Сверхтвердые материалы.* – 2003. – №5. – С.24-30.
29. *Анисимов Б.В., Курганов В.Д. Злобин В.К.* Распознавание и цифровая обработка изображений. – М.: Высш. шк., 1983.
30. *Кутковецький В.Я.* Розпізнавання образів: Навчальний посібник. – Миколаїв: Вид-во МДГУ, 2003.
31. *Баловсяк С.В., Гарабажив Я.Д., Фодчук И.М.* Програмный комплекс для анализа линий Кикучи // *Вісник Хмельницького національного університету.* – 2009. – Вип. 137, №4. – С.68-73.
32. *Баловсяк С.В., Фодчук И.М.* Алгоритми і програми забезпечення розв'язку деяких задач розсіяння електронів та Х-променів // *Науковий вісник ЧНУ.* Вип. 438: Фізика. Електроніка. – Чернівці: ЧНУ, 2009. – С.11-19.
33. *Bubert H., Jenett H.* Surface and thin film analysis. – Wiley-VCH Verlag, 2002.
34. *Vlasov I., Ralchenko V., Zakharov D., Zakharov N.* Intrinsic stress origin in high quality CVD diamond films // *Phys. Stat. Sol. (a).* – 1999. – **174**. – P.11.
35. *Nistor L., Van Landuyt J., Ralchenko V., Vlasov I.* Structural aspects of CVD diamond wafers grown at different hydrogen flow rates // *Phys. Stat. Sol. (a).* – 1999. – **174**. – P.5.
36. *Pickles C.S.J.* The fracture stress of chemical vapour deposited diamond // *Diamond Relat. Mater.* – 2002. – **11**. – P.1913.
37. *Mao W., Zhu H., Chen L., Feng H., Lu F.* Grain orientation dependence on distance to surface of CVD diamond film // *Mater. Sci. Technol.* – 2005. – **21** P.1383.
38. *Chen H.-W., Rudolph V.* The 3-D structure of polycrystalline diamond film by electron backscattering diffraction (EBSD) // *Diamond Relat. Mater.* – 2003. – **12**. – P.1633.
39. *Liu T., Raabe D.* Influence of nitrogen doping on growth rate and texture evolution of chemical vapor deposition diamond films // *Appl. Phys. Lett.* – 2009. – **94**. – P.94.
40. *Van der Drift A.* Zinc oxide films growth mechanism // *Philips Res. Rep.* – 1967. – **22**. – P.267.
41. *Wild C., Koidl P., Mueller-Sebert W.* et all Chemical vapor deposition and characterization of smooth {100}-faceted diamond films // *Diamond Relat. Mater.* – 1993. – **2** P.158.