

07

©1993 г.

ВЛИЯНИЕ РАСХОДИМОСТИ И КОГЕРЕНТНОСТИ ПСЕВДОПЛОСКОЙ ВОЛНЫ НА ИЗОБРАЖЕНИЕ ДЕФЕКТОВ

В.Н. Ингал, Е.А. Беляевская

Изучается влияние параметров падающей волны на изображение дефектов в методе плосковолновой топографии. Описаны методы экспериментального определения расходимости волны и даны сравнительные характеристики бездисперсионных схем $(n, -n)$ и $(n, -n, n)$. Показано, что спектральная ширина волны, как и угловая, связанные длиной когерентности, должны учитываться при моделировании изображений дефектов в монокристаллах.

Высокая чувствительность метода двухкристальной плосковолновой топографии служит эффективным средством выявления микродефектов (МД) и других источников слабых деформаций в почти совершенных монокристаллах. По оценкам Е.Мейера [1] чувствительность плосковолновой топографии к относительному изменению межплоскостного расстояния $\delta d/d$ близка 10^{-8} . Хорошо известны экспериментальные работы по наблюдению методом плосковолновой топографии МД и дислокаций в монокристаллах кремния (см., например, [2-5]) и по моделированию этих изображений, проведенному численным решением уравнений Такаги-Топена [6,7] или их приближений [8,9]. Известно также, что не всегда моделирование изображения дает хорошее согласие с экспериментом [6]. Разумеется, причиной этому может быть и недостаточно точная модель дефекта, однако существенную роль, несомненно, играют и параметры падающей на кристалл псевдоплоской волны.

В настоящее время существуют две достаточно разработанные теории формирования изображения МД в псевдоплоской волне [7-9]. Обе теории вводят в рассмотрение расходимость или угловой спектр первичной волны. Согласно теории, сформулированной в [8,9], наличие расходимости α в первичной волне приводит к тому, что интерференционные эффекты на изображениях МД сохраняются лишь при условии залегания дефекта в приповерхностном слое толщиной $z = \Lambda/4\alpha$, где Λ — экстинкционная длина.

Согласно второй теории [7], наличие расходимости приводит к увеличению общего размера изображения дефекта и потере контраста его интерференционного изображения. Однако до сих пор отсутствовали экспериментальные данные в пользу той или иной теории. Практически во

всех экспериментах расходимость первичной волны α оценивалась расчетным путем, исходя из знания полуширины кривой отражения ω_0 и коэффициента асимметрии отражающей плоскости b : $\alpha = b^{-1}\omega_0$.

Однако в работе [10] было показано, что реальные значения расходимости весьма отличаются от расчетных. Существенно также, что изменение расходимости псевдоплоской волны связано с изменением спектрального состава этой волны. Их взаимосвязь хорошо отражает такое эффективно используемое при изучении интерференционных явлений в оптике понятие, как длина когерентности излучения.

Для рентгеновского диапазона измерение длины когерентности псевдоплоской волны, сформированной несколькими отражениями от асимметричных отражающих плоскостей кристаллов-монокроматоров, было проведено в работе [11], в которой показано, что поперечная составляющая длины когерентности больше d_t , а продольная больше d_l . Эти величины определяются соотношениями

$$d_t = \frac{2t|y| \sin \theta}{\sqrt{1 + y^2}}, \quad d_l = \frac{2t|y| \sin \theta \operatorname{tg} \theta}{\sqrt{1 + y^2}}, \quad (1)$$

где t — толщина клиновидного образца, до которой наблюдаются интерференционные полосы равной толщины в угловом положении образца в пределах кривой отражения, определяемом величиной y ; θ — угол Брэгга.

Поперечная составляющая длины когерентности при этом связана со спектральной шириной, а продольная — с угловой шириной волны. Сделанные в работе оценки показывают, что составляющие длины когерентности излучения от синхротронного источника после формирования волн двумя отражениями с общей асимметрией 250 превышали соответственно $d_t = 220$ мкм и $d_l = 40$ мкм.

В представленной работе влияние расходимости и спектрального состава первичной волны на контраст дефектов изучалось в сравнительных экспериментах, которые проводились на двухкристальном и трехкристальном топографических спектрометрах в схемах (220, -220) и (220, -220, 220) в $\text{MoK}_{\alpha 1}$ -излучении на монокристаллах кремния. Величина расходимости во всех случаях определялась экспериментально двумя способами. В двухкристальном спектрометре волна формировалась одним кристаллом-монокроматором и расходимость определялась по погасанию полос равной толщины, наблюдаемых на клиновидном образце при уходе по склону кривой отражения [10]. Оцененная таким образом величина α для волны, формируемой отражением от асимметричной ($b = 25$) плоскости (110), оказалась равной $0.52''$ против расчетных $0.4''$.

В трехкристальном спектрометре псевдоплоская волна формировалась двумя отражениями от асимметричных плоскостей кристаллов-монокроматоров ($b_1 = 25, b_2 = 30$). Расчетная величина расходимости составила $\alpha = \sqrt{b_1} \cdot b_2 \omega_0 = 0.013''$. Однако численное моделирование кривой отражения, проведенное с учетом поглощения и поляризации по формуле (4.77) из монографии [12], показало, что экспериментальная и расчетная кривые совпадают, только если учесть расходимость α как полуширину гауссова распределения интенсивности в сформированном монокроматорами пучке при $\alpha = 0.08''$ (рис. 1).

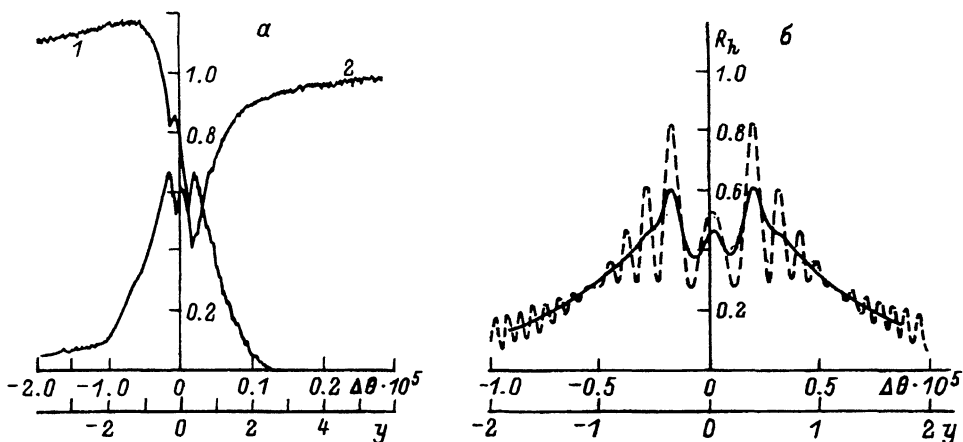


Рис. 1. Кривые дифракционного отражения от монокристалла Si толщиной 395 мкм в $\text{MoK}_{\alpha 1}$ -излучении.

a — экспериментальные кривые отражения R_h (1) и прохождения R_0 (2);
б — кривые дифракционного отражения, рассчитанные по формуле (4.77) из [12] при нулевой расхожимости (штриховая линия) и при $\alpha = 4 \cdot 10^{-7} = 0.08''$ (сплошная линия).

В трехкристалльной схеме с другими кристаллами-монокроматорами ($b_1 = 25, b_2 = 10$) определенная таким образом расхожимость волны составила $\alpha \approx 0.2''$ против расчетных $0.04''$. Эти измерения дополнительно показывают, что расхожимость псевдоплоской волны, формируемой в методе плосковолновой топографии, может значительно отличаться от расчетной, что, по-видимому, определяется качеством кристаллов, из которых изготовлены монокроматоры, обработкой поверхности и механической стабильностью узлов гониометра.

Измерения длины когерентности волны проводились по методике, описанной в [11], и показали, что в двухкристалльной схеме поперечная составляющая длины когерентности больше 121.0 ± 18.5 мкм, а продольная больше 22.3 ± 2.9 мкм. Поскольку в измерениях использовалась неполяризованная волна, то погасание полос маятникового решения оказывало влияние также взаимодействие σ - и π -поляризаций, поэтому точность измерений была меньшей, чем в [11]. Переход к трехкристалльной схеме изменил не только угловую расхожимость, но и спектральную ширину псевдоплоской волны, поскольку второй кристалл-монокроматор отражал только 1/13 часть спектральной ширины линии $\text{MoK}_{\alpha 1}$. Это, естественно, отразилось и на длине когерентности пучка, ее поперечная составляющая оказалась больше 197 ± 25.6 мкм, а продольная больше 34 ± 4.4 мкм.

В указанных рентгенооптических схемах исследовалась пластина из монокристалла кремния, выращенного методом бестигельной зонной плавки, легированного нейтронами и отожженного при 900°C . Она содержала мелкие (< 2 мкм) дислокационные петли, расположенные в плоскости (110) с вектором Бюргерса $b = 1/2a[1\bar{1}0]$, крупные (от 20 до 100 мкм) дислокационные петли, содержащиеся внутри выделения, и 60° -ные дислокации, наклоненные к поверхности кристалла. Кристалл был срезан по плоскости (100) и имел толщину 395 мкм.

На рис. 2 и 3 приведены топограммы, снятые с двух участков упомянутого образца при различной расхожимости падающей волны. Участок, показанный на рис. 2, содержит мелкие дислокационные петли и две круп-

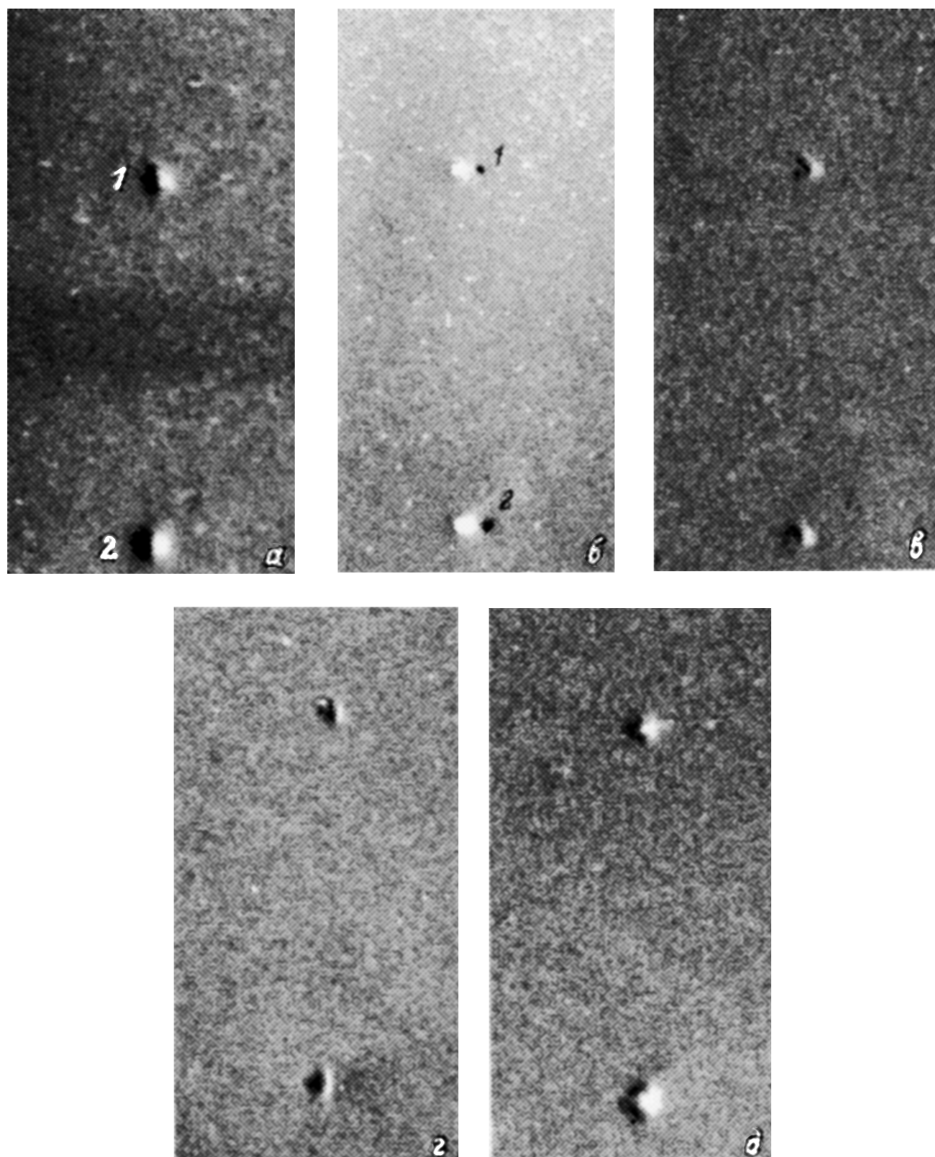


Рис. 2. Топограммы участка монокристалла Si, содержащего микродефекты.

Сняты в бездисперсионной схеме в $\text{MoK}_{\alpha 1}$ -излучения при $\alpha = 0.52''$, $y = 0$ (a); $\alpha = 0.52''$, $y = -1$ (б); $\alpha = 0.08''$ (в-д); положение рабочей точки на кривой отражения указано под фотографиями.

ные петли с включениями размером ≈ 100 мкм. Участок, представленный на рис. 3, содержит дислокацию, наклоненную к поверхности, и дислокационные петли размерами < 2 и ≈ 20 мкм. Дислокация концом D_0 пересекает входную поверхность образца, а концом D_1 — выходную. Как было установлено съемкой стереопар, дефект 1 расположен на расстоянии 140 мкм, а дефект 2 — на расстоянии 180 мкм от выходной поверхности. Мелкие дислокационные петли расположены по всей толщине кристалла.

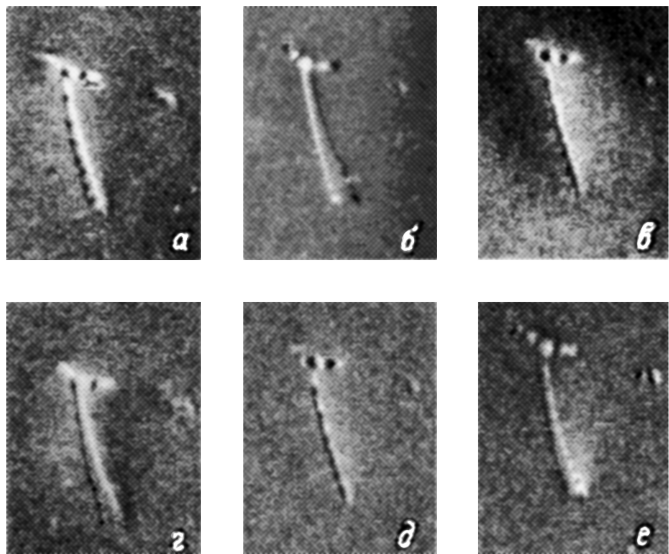


Рис. 3. Топограммы участка монокристалла, содержащего дислокацию, наклоненную к поверхности.

Сняты в бездисперсионной схеме при $\alpha = 0.52''$, $y = 0$ (а); $\alpha = 0.52''$, $y = -1$ (б); $\alpha = 0.2''$, $y = 0$ (в); $\alpha = 0.2''$, $y = -1$ (г); $\alpha = 0.08''$, $y = -0.1$ (д); $\alpha = 0.08''$, $y = -1$ (е).

Топограммы показывают, что уменьшение расходимости падающей волны приводит к повышению разрешения рентгенооптической схемы, что в первую очередь сказывается на изображениях крупных дефектов, которые обретают дополнительную структуру (рис. 2). Одновременно сужаются изображения дислокаций, изображения мелких дислокационных петель также уменьшаются и теряют контраст. Такой неожиданный результат, заключающийся в потере контраста на дислокациях и дислокационных петлях размером менее 2 мкм, можно объяснить, обратившись к дисперсионной поверхности, показанной на рис. 4.

Рассмотрим процесс межветвевое рассеяния, наблюдающийся в области дефекта. Отражающая плоскость в наших экспериментах сим-

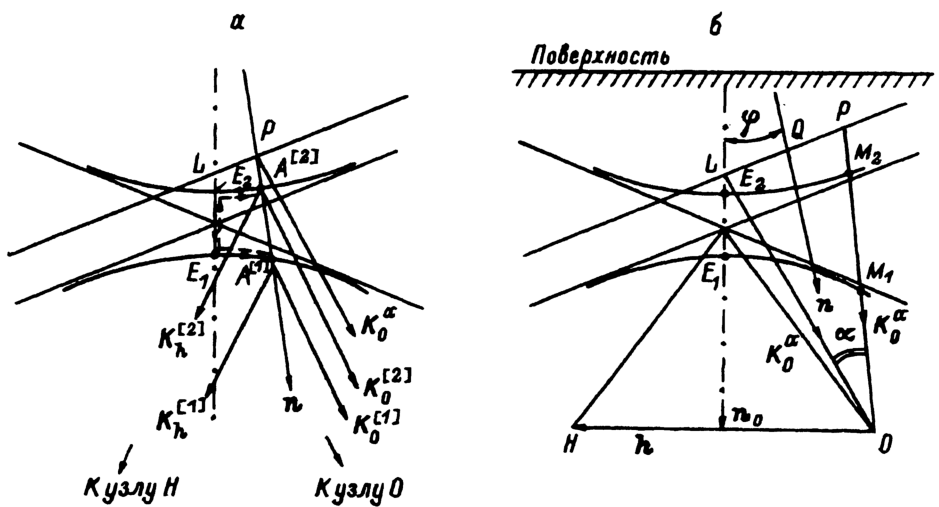


Рис. 4. Дисперсионная поверхность, иллюстрирующая процесс межветвевое рассеяния (а), и соотношение величин углов расходимости α и разворота плоскостей φ , связанного с деформацией (б).

метрична, n_0 — нормаль к поверхности образца, лежащая в отражающей плоскости, n — нормаль к поверхности при уходе от точного брэгговского положения на угол φ , совпадающий с характерным разворотом плоскостей в области деформаций, связанных с дефектом. Угол α характеризует расходимость падающей на кристалл волны, а LP представляет собой участок дисперсионной поверхности на круге падения (рис. 3, б), возбуждающейся при этом. Чем меньше расходимость α , тем меньше размер LP и соответственно меньше интегральная интенсивность дифрагированного пучка.

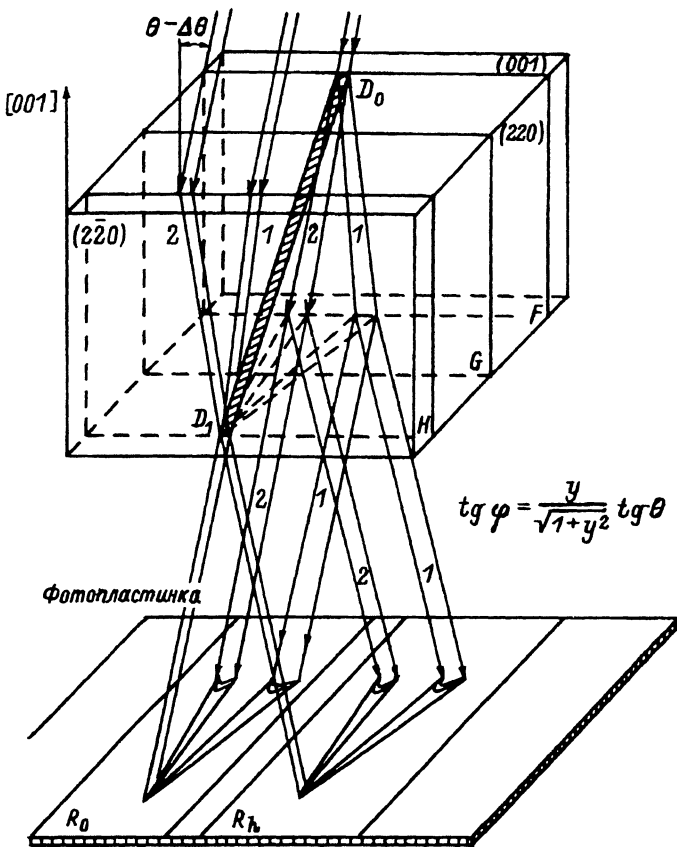
Межветвевое рассеяние, выражающееся в перескоке рабочей точки с одной ветви дисперсионной поверхности на другую, происходит в месте максимального сближения этих поверхностей — в области E_1E_2 (рис. 3, а). Однако процесс между точками $A^{[1]}$ и $A^{[2]}$ будет идти, если все точки дисперсионной поверхности на участке E_1A^1 [1] и E_2A^2 [2] возбуждены, т.е. если $LP \approx LQ$, иными словами, если $\alpha \approx \varphi$. В том случае когда $\alpha \ll \varphi$, лишь часть точек дисперсионной поверхности, расположенная в области E_1M_1 и E_2M_2 , будет участвовать в межветвевом рассеянии и давать вклад в интегральную интенсивность, рассеянную дефектом.

Нельзя, однако, также забывать о том, что в области дефекта псевдоплоская волна получает дополнительную расходимость, которая зависит от мощности и размера дефекта. Моделирование процесса углового уширения волны в однородно деформированном монокристалле было рассмотрено в работе [13]. Аналогичный процесс происходит и в окрестности изолированного дефекта, что, как будет показано ниже, скажется на величине длины когерентности, которую можно оценить в области протяженного дефекта, каковым является дислокация, наклоненная к поверхности кристалла.

Очевидно, что наилучшие условия наблюдения складываются, если $\alpha \approx \varphi$. Если размер изображения дефекта при этом составляет несколько десятков мкм, то разрешающая способность фотоматериала позволяет наблюдать интерференционные изображения деталей его структуры. Если же размер изображения дефекта < 10 мкм, то наблюдаются просто уменьшение размера и падение контраста изображения.

Кроме описанного уменьшения размера и контраста на изображении дислокации (рис. 3), наклоненной к поверхности образца, наблюдаются следующие особенности: в точном брэгговском положении ее изображение имеет периодический черно-белый контраст, причем число периодов этого изображения совпадает с числом экстинкционных длин, укладываемых на толщине кристалла. Этот результат совпадает с полученным в работе [5]. При уходе от точного брэгговского положения наблюдаются, во-первых, разделение изображения на два: черное и белое, расходящиеся веером от точки пересечения линии дислокации с выходной поверхностью, и, во-вторых, постепенное погасание периодических изменений интенсивности, которое начинается с центра кристалла и распространяется к его поверхностям при увеличении $|y|$. Так, при $\alpha = 0.52''$ и $y = -1$ интерференционные изменения контраста наблюдаются до глубин ≈ 100 мкм от обеих поверхностей кристалла. Уменьшение расходимости падающей волны приводит к тому, что описанное погасание наступает при больших величинах $|y|$: при $\alpha = 0.08''$ и $y = -1$ интерференционные изменения контраста наблюдаются еще по всей толщине кристалла. Привлечение к рассмотрению механизма межветвевое рассеяния и понятия когерентности первичной волны позволяет объяснить эти закономерности.

а



$$\operatorname{tg} \varphi = \frac{y}{\sqrt{1+y^2}} \operatorname{tg} \theta$$

б

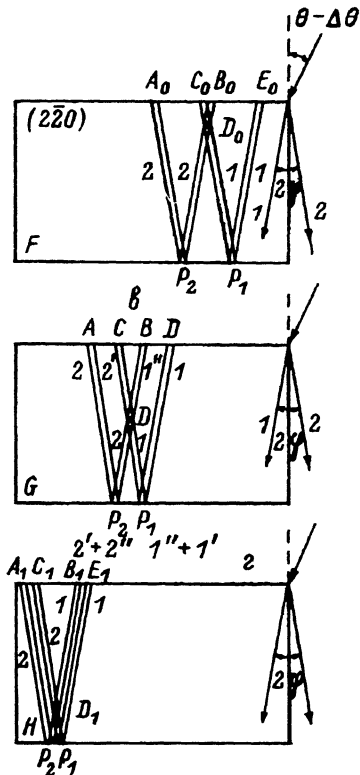


Рис. 5. Схема формирования изображения 60%-ной дислокации, наклоненной к поверхности.

а — формирования четырех изображений, обусловленных межветвевым рассеянием: двух в пучке R_0 и двух в R_h ;

б-г — влияние длины когерентности на формирование изображений дислокации.

сти, в частности и тот факт, что погасание интерференции начинается с области дислокации, расположенной в центре кристалла.

Обратимся к рис. 5,а, на котором представлена дислокация D_0D_1 , наклоненная к поверхности кристалла, в угловом положении, отличном от точного брэгговского. В этом положении области деформации, окружающие дислокацию D_0D_1 , дают изображения в волновых полях 1 и 2, принадлежащие разным ветвям дисперсионной поверхности. Так, на малом угле наклона кривой отражения, согласно модели, описывающей рождение новых волновых полей [14], со стороны 0-пучка формируется изображение в поле 2 — точка P_2 (рис. 5,б). Оно возникает в результате интерференции старого поля $2'$ и нового $2''$, рожденного из поля $1''$ в деформированной области. Таким же образом со стороны h -пучка формируется изображение в поле 1 — точка P_1 (рис. 5,б). На большеугловом склоне принадлежность черного и белого изображений полям 1 и 2 из-

меняется. При увеличении $|y|$ черное и белое изображения дислокации расходятся, а вблизи точного брэгговского положения они образуют одно интерференционное изображение.

Влияние когерентности падающей псевдоплоской волны на изображение дислокаций показано на рис. 5,б-г, на котором изображены плоскости F , G и H , пересекающие линию дислокации в точках, близких входной и выходной поверхностям D_0 и D_1 , а также в середине дислокации D . В формировании изображения в точке на выходной поверхности P_2 принимают участие волны, приходящие в нее из точек A , C и B на входной поверхности (рис. 5,е) (аналогично из точек A_0 и A_1 , B_0 и B_1 , C_0 и C_1 на рис. 5,б и г соответственно). Расстояние между этими точками увеличивается при увеличении $|y|$, так как угол φ между направлениями распространения волновых полей 1 и 2 связан с углом Брэгга следующим образом:

$$\operatorname{tg} \varphi = \frac{y}{\sqrt{1 + y^2}} \operatorname{tg} \theta. \quad (2)$$

Если расстояния между двумя из трех указанных точек меньше длины когерентности, то рождающиеся в них поле $2'$ (из точек A и C), а также поле $2''$ (из точки B на входной поверхности) будут связаны четкими фазовыми соотношениями и, следовательно, будут взаимодействовать, формируя интерференционное изображение.

Вблизи точки D_0 (рис. 5,б — это поле $2'$, пришедшее из точки C_0 , и поле $2''$, образованное полем $1''$ из точки B_0). Их интерференция формирует изображение дислокации. Вблизи точки D_1 (рис. 5,г) интерференционное изображение в P_2 формируется полями 2, пришедшими из точек A_1 и C_1 на входной поверхности. Вблизи точки D (рис. 5,е) расстояния между точками A , B и C могут оказаться большими длины когерентности падающей волны, и тогда интерференционное изображение наблюдаться не будет.

Переход от съемок в двухкристальной схеме к съемкам в трехкристальной, как было показано выше, изменяет и спектральную, и угловую ширины сформированной волны и, как следствие, ее длину когерентности. Это подтвердили измерения на клине. В результате при $y = -1$ периодические изменения контраста изображения рассматриваемой дислокации наблюдались по всей толщине кристалла.

При $y = -1$ интерференционное изображение дислокации наблюдается вплоть до глубин ≈ 100 мкм от обеих поверхностей кристалла, а в экспериментах с клиновидным монокристаллом в том же угловом положении интерференционная картина наблюдалась до толщины кристалла $t \approx 400$ мкм. По-видимому, этот результат свидетельствует о частичной потере когерентности, другими словами, об увеличении расходимости волны в области деформаций, связанных с дефектом.

Из экспериментальных результатов можно заключить следующее: в изображении МД при $y \neq 0$ выделяются два четких изображения — черное и белое, сформированные волнами, принадлежащими разным ветвям дисперсионной поверхности. Расстояние между этими изображениями зависит от глубины залегания МД, оно минимально для дефектов, расположенных у выходной поверхности, и увеличивается по мере их приближения в входной. Расстояние между изображениями также растет при увеличении y .

До тех пор пока изображения, сформированные волнами, принадлежат более слабому полю, наблюдаются, а это имеет место при $y < 3$, глубина залегания дефекта z_d связана с размером его изображения l формулой

$$z_d = t_0 - \frac{l \sqrt{1+y^2}}{2y}, \quad (3)$$

где t_0 — толщина кристалла.

Величину l следует измерять как расстояние между центрами черного и белого изображений. Формулу (3) невозможно применять при $|y| > 3$ и $y \simeq 0$, так как в первом случае одно изображение отсутствует, а во втором результат не имеет физического смысла.

Кроме изображений, сформированных в полях 1 и 2, наблюдаются также интерференционные изображения дефектов, окаймляющие два основных. Они также наблюдаются вплоть до $|y| \approx 3$ вне зависимости от глубины залегания дефекта, их контраст в большинстве случаев близок контрасту, полученному в компьютерных экспериментах, описанных в [8].

Увеличение расходимости падающей волны приводит к увеличению размера изображения дефекта в каждом из полей, что не противоречит выводам теории, сформулированной в [7], однако никаких интерференционных изображений при $y = 4$ наблюдать не удастся, при этих условиях (интенсивность в дифрагированной волне составляет 3–5% от максимальной) остается изображение в одном поле, обычно именуемое кинематическим. Отметим, однако, что моделирование изображения в [7] проводилось для случая тонкого кристалла (толщина около трех экстинкционных длин) и сравнение может быть неправомерным.

Список литературы

- [1] Meieran E.S. // *Charact. Cryst. Growth Defects by X-Ray Methods*. New York; London: Plenum Press, 1980. P. 1–27.
- [2] Крылова Н.О., Ковьев Э.К., Шульпина И.Л. // *ЖЭТФ*. 1983. Т. 53. Вып. 9. С. 1750–1753.
- [3] Крылова Н.О., Мелинг В., Шульпина И.Л., Шейхет Э.Г. // *ФТТ*. 1986. Т. 28. Вып. 2. С. 440–446.
- [4] Ishida K., Kobayashi Y., Kato H., Takagi S. // *Jap. J. Appl. Phys.* 1983. Vol. 22. N 3. P. L151–L159.
- [5] Ishikawa T., Kikuta S., Kohra K. // *Jap. J. Appl. Phys.* 1985. Vol. 24. N 7. P. L559–L561.
- [6] Ishida H., Miyamoto N., Ishikawa T., Kohra K. // *Z. Natur Forsch.* 1982. Vol. 37a. P. 650–659.
- [7] Петрашень П.В. // *Металлофизика*. 1988. Т. 10. № 1. С. 18–25.
- [8] Indembom V.L., Kaganer V.M. // *Phys. Stat. Sol. (a)*. 1985. Vol. 87. P. 253–265.
- [9] Кaganер В.М., Инденбом В.Л. // *Кристаллография*. 1986. Т. 31. № 1. С. 29–34.
- [10] Петрашень П.В., Ингал В.Н., Беляевская Е.А. // Тез. II Всесоюз. конф. по межвузовской комплексной программе “Рентген”. Ереван, 1987. С. 92–93.
- [11] Ishikawa T. // *Acta Cryst.* 1988. Vol. A44. P. 496–499.
- [12] Пинскер Э.Г. Рентгеновская кристаллооптика. М.: Наука, 1982. С. 79–82.
- [13] Malgrange C., Gronkowskii J. // *Phys. Stat. Sol. (a)*. 1984. Vol. 85. P. 389–397.
- [14] Balibar F., Chuchovskii F.N., Malgrange C. // *Acta Cryst.* 1983. Vol. A39. P. 387–399.

Поступило в Редакцию
10 октября 1990 г.
В окончательной редакции
2 октября 1991 г.