

Формирование изображения краевой дислокации в поглощающем кристалле

© И.А. Смирнова, Э.В. Суворов, Е.В. Шулаков*

Институт физики твердого тела Российской академии наук,
142432 Черноголовка, Московская обл., Россия

* Институт проблем технологии микроэлектроники Российской академии наук,
142432 Черноголовка, Московская обл., Россия

E-mail: irina@issp.ac.ru, e.suvorov@chgnnet.ru

(Поступила в Редакцию 10 октября 2006 г.)

Экспериментально и методом компьютерного моделирования исследовались особенности формирования дифракционного изображения единичной краевой дислокации в условиях, когда область дефекта может быть размещена в различных участках треугольника рассеяния. Эксперимент включал в себя съемку дислокации на различных длинах волн и для разных отражений. Исследована геометрия дифракции, когда линия дислокации перпендикулярна поверхности образца, вектор Бюргерса параллелен или перпендикулярен вектору обратной решетки. На основании анализа экспериментальных данных и расчетных изображений сделаны выводы относительно симметрии изображений, углового разрешения и чувствительности метода секционной топографии к формированию изображения дислокации. Особое внимание уделено влиянию на контраст и размеры изображений длины волны излучения, модуля вектора обратной решетки и величины интерференционного поглощения.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (гранты № 06-02-16536 и 06-02-17406).

PACS: 61.10.Nz, 61.72.Ff, 61.72.Dd

1. Введение

Методы рентгеновской дифракционной микроскопии достаточно давно и успешно применяются для оценки структурного совершенства кристаллов большого объема и площади. Тем не менее существует серьезная проблема, связанная с тем, что для большинства экспериментальных ситуаций возможен лишь качественный анализ наблюдаемого изображения дефектов.

Дислокационные линии в монокристаллах обычно имеют весьма сложную форму и ориентацию в пространстве образца, поэтому анализ характера контраста таких дислокаций в общем случае является достаточно трудной задачей. Обычно удается полностью решить задачу лишь для особых положений дислокаций, когда их линия прямолинейна и направлена по одному из выделенных в кристалле направлений. Ими могут быть нормаль к поверхности кристалла или вектор обратной решетки, что соответствует расположению дислокации параллельно или перпендикулярно поверхности кристалла. Для того чтобы разобраться, как же происходит образование изображения, необходимо получить экспериментальные изображения дислокаций для этих особых положений, построить для них соответствующие модели рассеяния. Этот подход был использован нами для изучения механизмов образования изображения дислокаций.

В работе [1] были рассмотрены механизмы образования изображения дислокаций, расположенных в плоскости рассеяния перпендикулярно вектору дифракции. Было установлено, что при рассеянии рентгеновских лучей в ближнем поле дислокаций возникают новые

оптические эффекты, аналогичные внутреннему отражению от поверхностей раздела [2,3] и дифракционному волноводному эффекту [4,5], впервые наблюдавшихся для дефектов упаковки. Как отмечалось ранее, эти эффекты аналогичны интерференционному сжатию рассеянной волны в кристаллах с ультразвуковым полем [6]. Нами было установлено, что они играют определяющую роль в формировании дифракционного изображения, связанного с быстро изменяющимся упругим полем вблизи ядра дислокации.

Сопоставление изображений с разной ориентацией дислокации в треугольнике Бормана позволяет оценить роль различных эффектов, определяемых интерференцией волновых полей, образованных идеальной матрицей и локальной сильно искаженной областью кристалла [7,8]. Однако, несмотря на то что общая картина рассеяния понятна, остается открытым вопрос о роли поглощения в образовании дислокационного контраста.

2. Формирование дифракционного изображения

2.1. Идеальный кристалл. Дифракционный контраст секционных топограмм идеальных кристаллов формируется интерференционным взаимодействием динамических волновых полей и определяется отношением толщины кристалла к экстинкционной глубине. При симметричной дифракции по Лауэ распределение интенсивности на выходной поверхности кристалла для точечно-

го источника излучения описывается выражением [9,10]

$$I(x) = \exp(-P) J_0^2[\pi t / \tau_R (1 + i\delta)(1 - s^2)^{1/2}]. \quad (1)$$

Здесь J_0 — цилиндрическая функция Бесселя нулевого порядка; t — толщина кристалла; θ — брэгговский угол; $\tau_R = \lambda \cos \theta / C |\chi_{Hr}|$ — действительная часть экстинкционной глубины τ ; C — поляризационный множитель, равный 1 и $|\cos 2\theta|$ для σ - и π -поляризации соответственно, $\delta = \chi_{Hi} / \chi_{Hr}$, где χ_H — комплексный H -коэффициент Фурье-разложения поляризуемости кристалла. Безразмерный параметр $s = x/t \operatorname{tg} \theta$ изменяется внутри палатки Бормана от -1 до 1 . Для оценки степени нормального поглощения будем использовать параметр $P = \mu t / \cos \theta$, где μ — линейный коэффициент фотоэлектрического поглощения.

Из (1) видно, что фактор нормального поглощения $\exp(-P)$ определяет интенсивность интерференционной картины, но не влияет ни на характер распространения излучения в кристалле, ни на контраст топограмм. Поэтому далее под термином поглощение будем понимать только его интерференционную часть. По виду аргумента функции Бесселя можно оценить характер изменения режима рассеяния в зависимости от толщины кристалла: 1) $P < \pi/3\varepsilon C$ — тонкий кристалл, 2) $P > 4\pi/\varepsilon C$ — толстый кристалл, параметр $\varepsilon = \chi_{Hi}/\chi_{oi}$. Для отражения $\text{Si}(2\bar{2}0)$ и излучений $\text{CuK}_{\alpha 1}$ и $\text{MoK}_{\alpha 1}$ параметр $\varepsilon = 0.96$. Соответственно, для σ -поляризации области тонкого и толстого кристалла определяются условиями: 1) $P < 1.1$, 2) $P > 13.1$. Для отражения $\text{Si}(004)$ и излучений $\text{CuK}_{\alpha 1}$ и $\text{MoK}_{\alpha 1}$ параметр $\varepsilon = 0.92$. Области тонкого и толстого кристалла определяются условиями: 1) $P < 1.14$, 2) $P > 13.7$.

2.2. Формирование изображения дефектов. Изображение дефектов в кристаллах высокого совершенства определяется двумя типами контраста: динамическим и кинематическим. Динамический контраст дефектов проявляется как картина интерференционных полос вокруг прямого изображения дефекта. На проекционных топограммах этот контраст будет размываться, так как геометрия и структура этих полос зависит от положения дефекта в палатке Бормана. Динамические интерференционные полосы очень чувствительны к степени совершенства кристалла и определяются дальними полями напряжений, вызванных дефектами.

Кинематический (или экстинкционный) контраст связан со значительными вариациями межплоскостного расстояния и ориентации отражающих плоскостей вблизи ядра дефекта. Кинематическое изображение переносится на выходную поверхность образца вдоль направления дифрагированной волны. Фактически кинематическое изображение является прямым изображением искаженной области. Оно привязано к локальной области образца и соответственно воспроизводится на топограммах сканирования.

3. Методика эксперимента

Все эксперименты были выполнены на микрофокусном источнике с оптическим размером фокуса $30 \times 30 \mu\text{m}$. Топограммы снимались на спектрометре А-4 фирмы Rigaku Denky. Положение кристалла в пучке рентгеновского излучения фиксировалось с точностью до $10 \mu\text{m}$ при помощи специального концевое микрометра. Это позволяло достаточно точно перемещать область кристалла с дислокацией внутри треугольника рассеяния. На рис. 1 показана геометрия дифракции. Излучение падает на кристалл под точным углом θ_B . \mathbf{K}_0 и \mathbf{K}_H — волновые векторы падающей и рассеянной волн, t — толщина кристалла, D — линия дислокации, (x_0, y_0) — координаты дислокации на поверхности образца. Ось \mathbf{X} в лабораторной системе координат направлена вдоль вектора обратной решетки \mathbf{H} , ось \mathbf{Y} перпендикулярна плоскости рисунка, а ось \mathbf{Z} направлена в глубь кристалла, вдоль направления [110].

Были рассмотрены две ориентации расположения дислокации в кристалле. Случай I: вектор обратной решетки параллелен вектору Бюргерса, отражение $\text{Si}(2\bar{2}0)$. Случай II: вектор обратной решетки перпендикулярен вектору Бюргерса, отражение $\text{Si}(004)$. Для этих двух отражений были получены секционные топограммы с дислокациями, расположенными в разных участках треугольника рассеяния и длин волн $\text{MoK}_{\alpha 1}$ и $\text{CuK}_{\alpha 1}$.

Отметим, что все топограммы, приведенные в статью, получены на одном образце толщиной $t = 1810 \mu\text{m}$ на одной и той же дислокации. Переход от случая I к случаю II проводился поворотом образца вокруг оси \mathbf{Z}

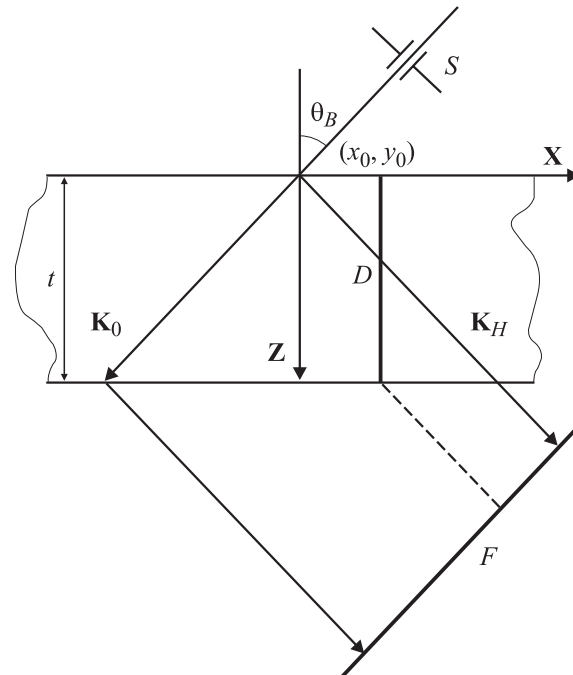


Рис. 1. Геометрия дифракции. D — линия дислокации, S — входная щель, F — плоскость регистрации.

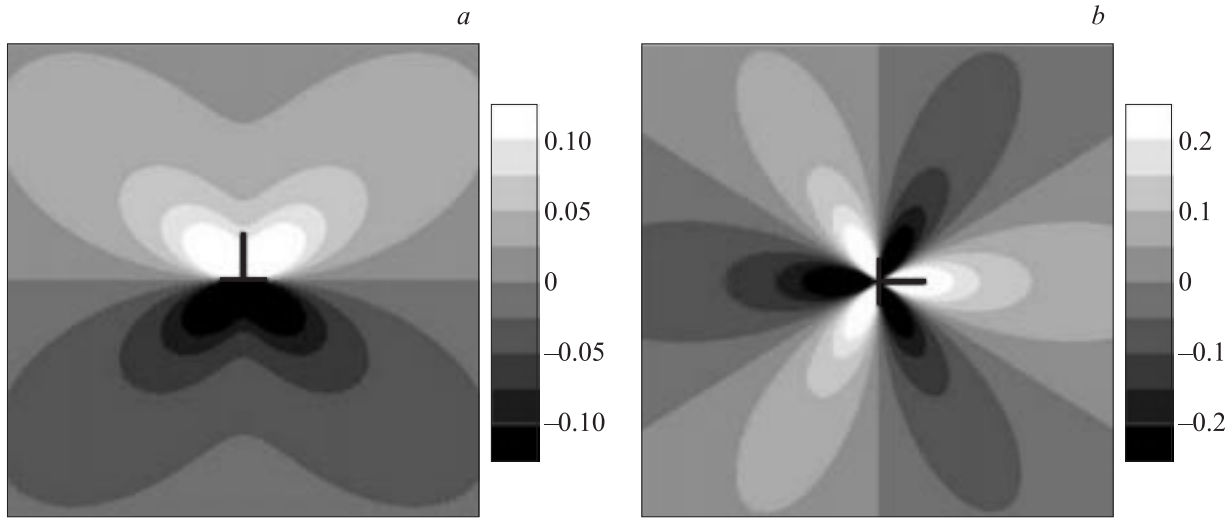


Рис. 2. Розетки эффективных угловых разориентаций $\beta(x, y)$. Линия дислокации направлена вдоль $[110]$, излучение $\text{CuK}\alpha_1$, $\nu = 0.22$. Значок в центре поля показывает положение дополнительной полуплоскости краевой дислокации. Линейная шкала серых оттенков представлена в угловых секундах. Размер изображений $100 \times 100 \mu\text{m}$. *a* — случай I, *b* — случай II.

на 90° . Размер палатки Бормана на выходной поверхности образца равен $L_b = 2t \operatorname{tg} \theta$, для $\text{MoK}\alpha_1$ излучения $680 \mu\text{m}$ ($2\bar{2}0$) и $980 \mu\text{m}$ (004), для $\text{CuK}\alpha_1$ $1585 \mu\text{m}$ ($2\bar{2}0$) и $2494 \mu\text{m}$ (004). Ширина изображения дислокации на выходной поверхности образца в плоскости рассеяния зависит от величины смещений x_0 от центра треугольника рассеяния и равна $L_d = L_b - 2x_0$.

4. Моделирование

Для теоретического описания рентгеновского дифракционного изображения дислокации в кристаллах используется система дифференциальных уравнений Такаги [11,12]

$$\begin{cases} \frac{\partial \psi_0}{\partial s_0} = -i\pi K C \chi_H \psi_H, \\ \frac{\partial \psi_H}{\partial s_H} = -i\pi K C \chi_H \psi_0 + i2\pi K \beta_H \psi_H. \end{cases} \quad (2)$$

Здесь ψ_0 и ψ_H — амплитуда прошедшей и дифрагированной волн, $K = 1/\lambda$, χ_H — коэффициенты поляризуемости кристалла, \mathbf{s}_0 и \mathbf{s}_H — единичные векторы вдоль направлений падающей и рассеянных волн, C — поляризационный фактор. Функция β_H описывает отклонение рассеянной волны от угла Брэгга и связана с полем смещений внутри кристалла $\mathbf{U}(x, y)$ соотношением

$$\beta_H = -\frac{1}{K} \frac{\partial(\mathbf{H}\mathbf{U})}{\partial s_H} = -\frac{\lambda^2}{2d^2} \frac{\partial U_x}{\partial x}. \quad (3)$$

Розетки эффективных угловых разориентаций, рассчитанные по формуле (3) для отражений $\text{Si}(2\bar{2}0)$ и $\text{Si}(004)$, показаны на рис. 2. Распределение величины

разориентации на рис. 2, *a*, *b* симметричны относительно дополнительной полуплоскости.

При решении задачи (2) использовалась дислокационная модель Пайерлса–Набарро [13]. Для этой модели выражение для $\mathbf{U}(x, y)$, описывающее поле смещений от прямолинейной дислокации в периодической среде, имеет вид

$$\text{случай I: } U_x = \frac{b}{2\pi} \left\{ \operatorname{arctg} \frac{y}{x} + \frac{xy}{2(1-\nu)(x^2+y^2)} \right\} + \frac{b}{4} \operatorname{sign}(x),$$

$$\text{случай II: } U_x = \frac{b}{2\pi} \left\{ \frac{2\nu-1}{4(1-\nu)} \ln(x^2+y^2) - \frac{y^2-x^2}{4(1-\nu)(x^2+y^2)} \right\}.$$

Здесь \mathbf{b} — вектор Бюргерса, ν — коэффициент Пуассона.

Следует отметить, что область ядра реальной дислокации находится за пределами применимости уравнений Такаги, поэтому при моделировании дифракционной задачи учитывался размер ядра порядка десяти межатомных расстояний, согласно [13].

При расчетах изображений дислокации приведение системы (2) к уравнениям в конечных разностях осуществлялось неявным методом второго порядка точности. Граничные условия задавались, как было предложено в [14]. Степень почернения на изображениях пропорциональна логарифму интенсивности дифрагированного излучения.

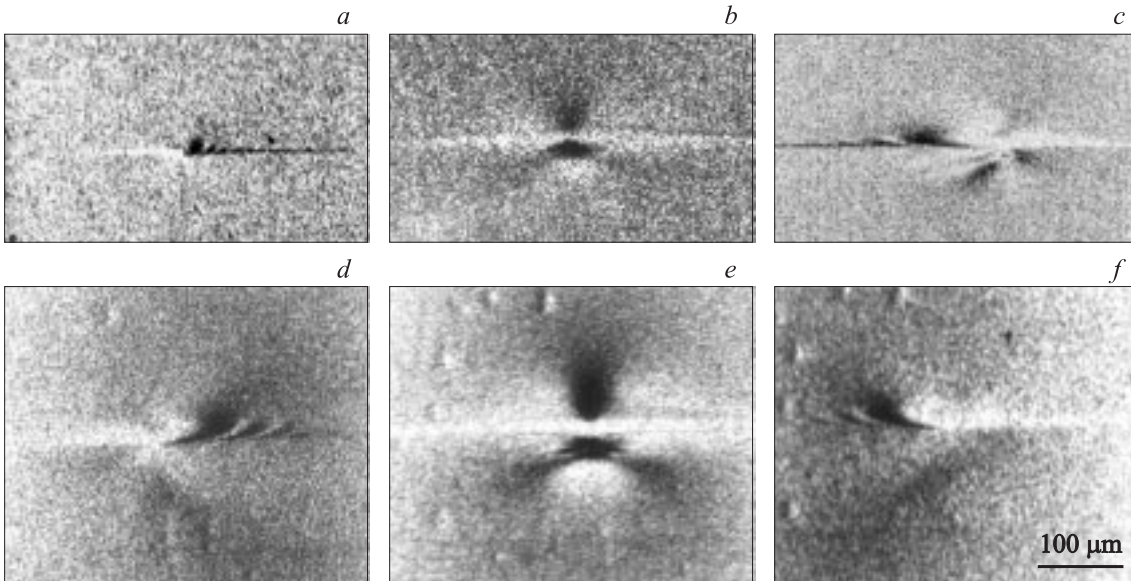


Рис. 3. Фрагменты секционных изображений краевой дислокации: Si ($\bar{2}20$), случай I. Излучение $\text{CuK}_{\alpha 1}$, смещения $x_0 = -140$ (a), 0 (b) и $60 \mu\text{m}$ (c). Излучение $\text{MoK}_{\alpha 1}$, смещения $x_0 = -100$ (d), 0 (e) и $100 \mu\text{m}$ (f).

5. Полученные результаты и обсуждение

Контраст дислокации на топограмме определяется интерференцией волновых полей, рассеянных различными участками палатки Бормана. При изменении положения дислокации ее изображение формируется волновыми пакетами, прошедшими другие оптические пути. В результате контраст дислокации зависит от ее положения в треугольнике рассеяния.

На рис. 3, a–c представлены фрагменты топограмм Si($\bar{2}20$), полученные в излучении $\text{MoK}_{\alpha 1}$ при смещении образца вдоль направления X. Параметр P равен 2.69 и соответствует промежуточному случаю интерференционного поглощения. Маятниковые полосы уже отсутствуют, однако в рассеянии принимает участие вся палатка Бормана, размер которой в плоскости регистрации равен $L_b \cos \theta$ или $669 \mu\text{m}$.

Рассмотрим рис. 3, a. Слева расположена область пониженной интенсивности, справа — цепочка темных пятен. Центр изображения соответствует выходу линии дислокации на нижнюю поверхность образца. Картина на рис. 3, c в целом имеет элементы зеркальной симметрии относительно рис. 3, a (отметим, что дислокации на этих рисунках расположены на разных расстояниях относительно точки $x_0 = 0$). Более явно этот тип симметрии выражен на рис. 3, d, f и 5, a, c, на которых дислокации находятся на одинаковых расстояниях от центра палатки Бормана. Таким образом, изображения дефектов, расположенных симметрично относительно оси Y, связаны между собой элементами зеркальной симметрии. Изображение дислокации на рис. 3, b, расположенной

в центре палатки Бормана, симметрично относительно оси Y.

Топограммы на рис. 3, d–f получены в излучении $\text{CuK}_{\alpha 1}$. Параметр $P = 28.4$ соответствует области явно выраженного эффекта Бормана. В этом случае размеры изображения меньше ширины палатки Бормана, а его границы явно не выражены. Кроме того, область эффекта Бормана характеризуется сужением углового спектра $\Delta\theta$ рассеянных волн. При переходе от $\text{MoK}_{\alpha 1}$ излучения к $\text{CuK}_{\alpha 1}$ угловая область отражения кристалла уменьшается в 3 раза. Изображения дислокации на рис. 3, d–f в целом повторяют серию на рис. 3, a–c. Топограммы, полученные в медном излучении, отличаются в основном большими размерами изображения дислокации и имеют более высокое угловое разрешение. Эти обстоятельства связаны с двумя факторами. Во-первых, с увеличением длины волны излучения „сила дефекта“ β_H возрастает пропорционально λ^2 в соответствии с выражением (3). Чувствительность к слабым искажениям увеличивается в 4.7 раза. Это приводит к росту видимых размеров изображения дислокации. Во-вторых, уменьшение интервала $\Delta\theta$ повышает угловое разрешение топограмм.

На рис. 4 представлены фрагменты топограмм Si(004), полученные в излучениях $\text{MoK}_{\alpha 1}$ и $\text{CuK}_{\alpha 1}$ при смещении образца вдоль направления X. В связи с увеличением угла θ параметр $P = 2.74$ для $\text{MoK}_{\alpha 1}$ - и 31.6 для $\text{CuK}_{\alpha 1}$ -излучения. Эти изменения не носят принципиального характера, т. к. режимы рассеяния для соответствующих изображений на рис. 3 и 4 одинаковые. С другой стороны, в розетке эффективных угловых разориентаций (рис. 2, b) исчезает симметрия относительно оси Y и появляется симметрия относительно оси X. Все изображения на рис. 4 отличаются друг от друга, но обладают

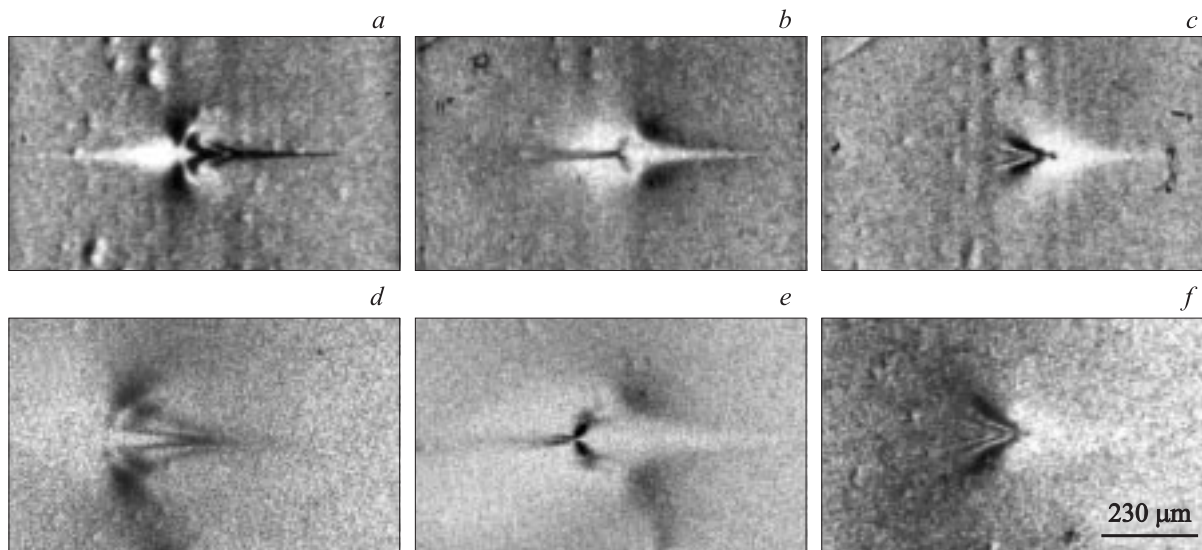


Рис. 4. Фрагменты секционных изображений краевой дислокации: Si (004), случай II. Излучение $\text{MoK}_{\alpha 1}$, смещения $x_0 = -70$ (a), 10 (b) и $90 \mu\text{m}$ (c). Излучение $\text{CuK}_{\alpha 1}$, смещения $x_0 = -100$ (d), 0 (e) и $150 \mu\text{m}$ (f).

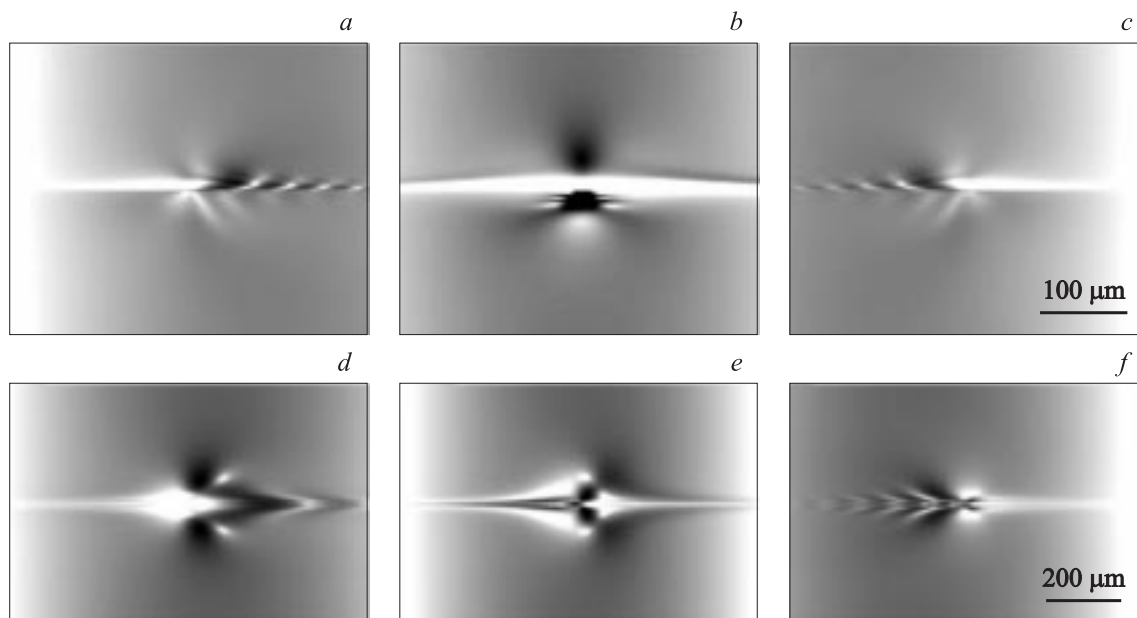


Рис. 5. Моделирование дифракционного эксперимента: σ -поляризация, излучение $\text{CuK}_{\alpha 1}$. Si ($2\bar{2}0$), случай I, смещения $x_0 = -100$ (a), 0 (b) и $100 \mu\text{m}$ (c). Si (004), случай II, смещения $x_0 = -70$ (d), 0 (e) и $150 \mu\text{m}$ (f).

общим свойством: все они симметричны относительно оси X.

Сравним фрагменты топограмм рис. 4 с соответствующими изображениями на рис. 3. Обратим внимание на то, что размеры изображения дислокации на рис. 4 больше, чем на рис. 3. Это связано с зависимостью параметра β_H от межплоскостного расстояния d_{hkl} . Согласно (3), „сила дефекта“ при переходе от отражения ($2\bar{2}0$) к (004) возрастает в отношении $(d_{004}/d_{2\bar{2}0})^2$, т.е. в 2 раза.

Для анализа экспериментальных топограмм были рассчитаны различные ситуации расположения дислокаций в треугольнике рассеяния для различных величин поглощения. На рис. 5 представлены результаты моделирования. На всех теоретических топограммах точка выхода дислокации на выходную поверхность кристалла находится в центре изображения. Видно, что результаты моделирования дифракционных изображений качественно согласуются с экспериментальными топограммами.

На теоретических изображениях можно заметить достаточно большое количество тонких деталей, которые не видны на экспериментальных топограммах. Это обстоятельство связано с различным линейным разрешением топограмм. Теоретические изображения имеют субмикронное разрешение, тогда как для экспериментальных топограмм линейное разрешение определяется шириной входной щели, расходимостью и спектральным составом первичного пучка, а также разрешением фотоэмульсии. Теоретическая оценка линейного разрешения для топограмм, представленных на рис. 3 и 4, составляет $17 \mu\text{m}$. Кроме того, экспериментальные изображения получены в неполяризованном излучении, тогда как теоретические изображения соответствуют σ -поляризации.

Сравнение теоретических и экспериментальных топограмм показывает, что моделирование дифракционного эксперимента передает характерные черты формирования изображения прямолинейной дислокации в методе секционной топографии.

Следует подчеркнуть, что полученные секционные изображения дислокаций не передают вид розетки эффективных угловых разориентаций. В то же время в методах аномального прохождения рентгеновского излучения и электронной микроскопии изображение дислокаций практически соответствует розетке эффективных угловых разориентаций [15,16].

6. Заключение

В работе рассмотрены особенности формирования изображения краевой дислокации, расположенной перпендикулярно поверхности образца в методе секционной топографии. На основании анализа экспериментальных и расчетных изображений, приведенных в работе, сделаны следующие выводы.

Изображение краевой дислокации на секционной топограмме зависит от ее положения в треугольнике рассеяния и ориентации вектора Бюргерса. Максимальный размер изображения в плоскости рассеяния равен $L_d \cos \theta$. Видимые размеры дислокации и контраст изображения определяются временем экспозиции и параметром $\beta_H(x, y)$.

С ростом длины волны излучения и модуля вектора обратной решетки увеличивается чувствительность рентгеновского излучения к искажениям, создаваемым дислокацией в кристаллической матрице, пропорционально $(\lambda/d_{hkl})^2$.

С увеличением величины интерференционного поглощения при переходе к бормановскому режиму рассеяния улучшается угловое разрешение топографического изображения дислокации.

В поглощающем кристалле в случае I при $x_0 \neq 0$ изображение дислокации не имеет элементов симметрии. Изображения дислокаций, расположенных симметрично относительно дополнительной полуплоскости, связаны

между собой зеркальной симметрией. В случае I при $x_0 = 0$, а также в случае II изображения дислокации симметричны относительно дополнительной полуплоскости.

Список литературы

- [1] Э.В. Суворов, И.А. Смирнова, Е.В. Шулаков. Поверхность. Рентген., синхротрон. и нейтрон. исслед. **9**, 64 (2004).
- [2] Е.В. Шулаков, И.А. Смирнова, Э.В. Суворов. Поверхность. Рентген., синхротрон. и нейтрон. исслед. **7**, 32 (1996).
- [3] Е.В. Шулаков, И.А. Смирнова, Э.В. Суворов. Поверхность. Рентген., синхротрон. и нейтрон. исслед. **1**, 101 (2002).
- [4] В.Л. Инденбом, Ф.Н. Чуховский. Кристаллография **19**, 35 (1974).
- [5] В.Л. Инденбом, И.Ш. Слободецкий. Кристаллография **19**, 42 (1974).
- [6] И.А. Смирнова, Е.В. Шулаков, Э.В. Суворов, О.П. Алежко-Ожевский. Поверхность. Рентген., синхротрон. и нейтрон. исслед. **1**, 99 (2000).
- [7] A. Authier. Dynamical theory of X-ray diffraction. Oxford Science Publ. (2001).
- [8] Э.В. Суворов, И.Л. Шульпина. Поверхность. Рентген., синхротрон. и нейтрон. исслед. **7**, 3 (2001).
- [9] N. Kato. Acta Cryst. **14**, 526; 627 (1961).
- [10] З.Г. Пинскер. Рентгеновская кристаллооптика. Наука, М. (1982). 392 с.
- [11] S. Takagi. J. Phys. Soc. Jap. **26**, 1239 (1969).
- [12] D. Toupin. Acta Cryst. **23**, 25 (1967).
- [13] Дж. Хирт, И. Лоте. Теория дислокаций. Атомиздат, М. (1972). 598 с.
- [14] Y. Epelboin, P. Riglet. Phys. Stat. Sol. (a) **54**, 547 (1979).
- [15] В.Л. Инденбом, Ф.Н. Чуховский. УФН **107**, 229 (1972).
- [16] В.И. Альшиц, В.Л. Инденбом, И.А. Русакова. Кристаллография **22**, 1157 (1977).