

[4] Ландау Л.Д., Лифшиц Е.М. Механика сплошных сред. М.: Гостехиздат, 1954.

Институт оптики атмосферы  
СО АН СССР, Томск

Поступило в Редакцию  
26 июня 1987 г.

Письма в ЖТФ, том 14, вып. 1

12 января 1988 г.

### ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПАРАМЕТРОВ РЕШЕТКИ МОНОКРИСТАЛЛОВ МЕТОДОМ БОНДА В УСЛОВИЯХ ЭКСТРЕМАЛЬНОЙ ( $\theta \approx \pi/2$ ) ДИФРАКЦИИ

Ю.П. Стецко, С.А. Кшевецкий,  
И.П. Михайлюк

Точность рентгенографического определения параметров кристаллической решетки методом Бонда возрастает по мере увеличения угла дифракции  $\theta$ . Это связано с возрастанием чувствительности углового положения кривых отражения к изменению межплоскостного расстояния  $d$ , как и к изменению длины волны  $\lambda$  падающего излучения

$$\Delta\theta = \operatorname{tg} \theta (\Delta\lambda/\lambda - \Delta d/d). \quad (1)$$

Предельно возможная чувствительность углового положения, а также формы кривых отражения достигается в области углов  $\theta \approx \pi/2$  [1-3]. Однако при подходе к указанной области возникают экспериментальные трудности, связанные с необходимостью разделить пространственно практически совпадающие падающий на кристалл и отраженный от него пучки.

Такое разделение осуществлено в разработанной нами рентгенооптической схеме эксперимента, представленной на рис. 1. На примере монокристалла  $\text{Ge}$  с использованием  $\text{CoK}\alpha_1$  излучения удалось экспериментально подтвердить указанную чувствительность и апробировать метод Бонда в условиях экстремальной ( $\theta \approx \pi/2$ ) дифракции.

Высокая спектральная чувствительность оказывает и отрицательное влияние на точность определения параметров решетки, связанное с существенным уширением кривых отражения за счет дисперсии. Поэтому для уменьшения влияния этого фактора осуществлялась предварительная монохроматизация падающего на исследуемый кристалл излучения.

Рентгенооптическая схема эксперимента реализована на установке ДРОН-2. С помощью кристаллов 3 и 5 достигалась монохроматизация ( $\approx 8.2 \cdot 10^{-5} \text{ \AA}$ ) и коллимация ( $\approx 15.4$  угл. сек.) первичного пучка. Для разделения падающего на исследуемый кристалл 6- $\text{Ge}$  (620) и отраженного от него пучков использовалась тонкая

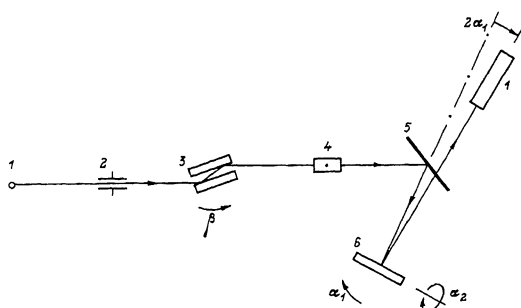


Рис. 1. Рентгенооптическая схема эксперимента. 1 - рентгеновская трубка; 2 и 4 - щели, 3 - П-образный монокристалл  $Ge(III)$ ; 5 - тонкая монокристаллическая пластина  $Si(333)$ ; 6 - исследуемый монокристалл  $Ge(620)$ , 7 - детектор.

толщиной 50 мкм полупрозрачная пластина 5 -  $Si(333)$ , область брэгговского отражения которой на два порядка меньше таковой исследуемого кристалла [1-5]. Поворот кристалла 6 осуществлялся вокруг двух взаимноперпендикулярных осей вращения  $\alpha_1$  и  $\alpha_2$ , первая из которых является осью вращения гониометра ГУР-5. Это позволило в пошаговом (шаг - 18 угл. сек) режиме получить профиль кривых отражения  $Ge(620)$ .

Использование метода Бонда в условиях экстремальной ( $\theta \approx \pi/2$ ) дифракции (помимо предельной чувствительности) обладает по сравнению с традиционными случаями ( $\theta \ll \pi/2$ ) еще и рядом технических преимуществ, сказывающихся на точности измерения параметров решетки монокристаллов.

1. В области  $\theta \approx \pi/2$  существенно меньше ошибка определения углового положения кривых отражения, связанная с неперпендикулярностью (отклонение на угол  $\beta'$ ) падающего пучка оси вращения кристалла, определяемая формулой

$$\delta\theta \approx \text{tg}^2 \beta' \text{tg}(\pi/4 - \theta/2). \quad (2)$$

2. Область отражения кристалла 6 в плоскости  $\alpha_1, \alpha_2$  представляет собой кольцо с центром в точке  $\alpha_1 = \alpha_2 = 0$ , где величина  $(\alpha_1^2 + \alpha_2^2)^{1/2} = \alpha \approx \pi/2 - \theta$  является углом падения пучка на

кристалл, для  $\alpha_1, \alpha_2 \approx 0$ . В области  $\theta \approx \pi/2$  возникла технически простая возможность сканирования области отражения как по оси  $O\alpha_1$  при фиксированном угле  $\alpha_2$ , так и по оси  $O\alpha_2$  при фиксированном  $\alpha_1$ . Это позволило с точностью до нескольких угловых секунд установить нулевое положение кристалла по оси  $O\alpha_2$ . Это практически свело к нулю ошибку определения углового положения кривых отражения, связанную с отклонением от условия компланарности падающего и дифрагированного в двух положениях кристалла пучков.

3. За счет небольших (несколько градусов) углов поворота кристалла уменьшается ошибка, связанная с неточностями лимба гониометра.

Кристалл 6 помещался в термостат, термоэлектрическая система которого позволила с точностью 0.02 К поддерживать в исследуемом интервале 16–45 °С. Результаты, представленные на рис. 2, показывают, что незначительное изменение параметра решетки  $\Delta a/a$ , вызванное тепловым расширением кристалла приводит к существенному, порядка нескольких десятков угловых минут, изменению углового положения, а также изменению формы кривых отражения. Так, из сравнения формы кривых 7 и 8 визуально различимо изменение температуры на 0.5 К, что соответствует изменению  $\Delta a/a \sim 3 \cdot 10^{-6}$ . Это позволяет реализовать высокоточный, отличающийся экспрессностью метод определения параметра решетки легированных примесями кристаллов из сравнения с формой кривой отражения эталонного образца.

Значительное, более чем в 100 раз, уширение области отражения при  $\theta \approx \pi/2$ , снижает точность определения положения точки максимума кривых отражения, используемое в традиционном методе Бонда. Поэтому для уточнения параметра решетки кристалла необходимо сравнение экспериментальных и вычисленных теоретических профилей кривых. Для используемой схемы эксперимента коэффициент отражения рассчитывался по формуле

$$R(\alpha_1, \alpha_2, \beta, \Delta a/a) = \int I(\Delta\lambda/\lambda) R_1^2(\beta - \alpha_1' - \alpha_2'^2 \operatorname{tg} \theta_1/2 - D_1 \Delta\lambda/\lambda) \times \\ \times P(\alpha_2') R_2(\alpha_1' - \alpha_2'^2 \operatorname{tg} \theta_2/2 - D_2 \Delta\lambda/\lambda) R_3 \{[(\alpha_1 - \alpha_1')^2 + (\alpha_2 - \alpha_2')^2] / 2 - \\ - \Delta\lambda/\lambda + \Delta a/a\} d\alpha_1' d\alpha_2' d\Delta\lambda, \quad (3)$$

где  $I(\Delta\lambda/\lambda)$  – профиль  $\operatorname{CoK}\alpha_1$  – линии,  $R_1(\Delta\lambda/\lambda)$ ,  $R_2(\Delta\lambda/\lambda)$ ,  $R_3(\Delta\lambda/\lambda)$  – спектральная зависимость коэффициентов отражения кристаллов 3; 5 и 6,  $P(\alpha_2')$  – функция щели 4, ограничивающей вертикальную расходимость пучка,  $\theta_1$ ,  $\theta_2$  и  $D_1$ ,  $D_2$  – углы дифракции и двухволновые дисперсии кристаллов 3 и 5 соответственно.

Сравнение экспериментальных (точки) и теоретических (непрерывные кривые) профилей кривых отражения, представленных на рисунке 2, дало для  $\lambda = \operatorname{const}$  точность определения  $\Delta a/a \sim 4 \cdot 10^{-7}$  или точность  $1.3 \cdot 10^{-6}$  определения величины  $a/\lambda$ , что более чем на порядок выше соответствующих значений, полученных традиционным методом Бонда [6].

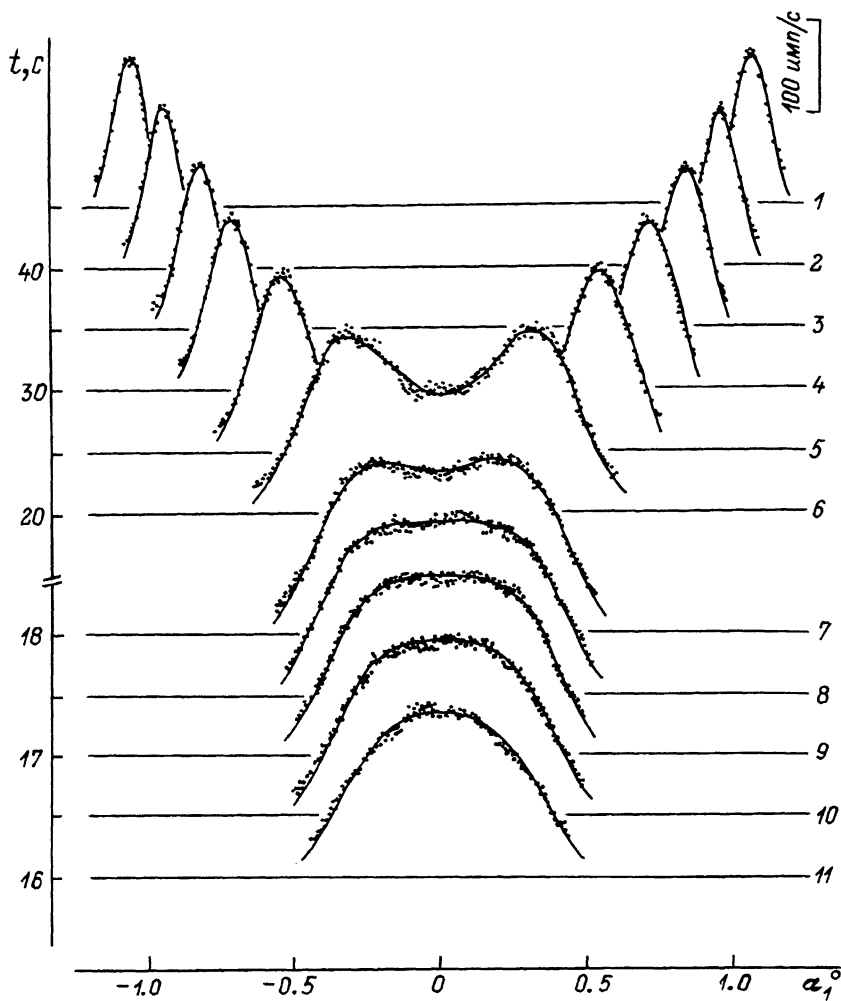


Рис. 2. Экспериментальные (точки) и расчетные (непрерывные) кривые отражения  $Ge$  (620) в области  $\theta \approx \pi/2$ , расположенные таким образом, что уровень фона соответствует температуре исследуемого кристалла.

Наличие гониометрического устройства (ось  $\theta_3$  на рис. 1) для кристалла 3 позволило в схеме двухкристального (кристаллы 3 и 5) спектрометра с точностью  $\sim 2 \cdot 10^{-5}$  Å зафиксировать длину волны, соответствующую максимуму  $CoK_{\alpha_1}$ -линии. Измеренная величина  $a/\lambda_c$ , где  $\lambda_c$  - длина волны выходящая из спектрометра, составила  $a/\lambda_c = 3.162571 \pm 1.3 \cdot 10^{-6}$  для температуры кристалла  $25^\circ C$ . Полученные в рассматриваемом температурном интервале

результаты позволили уточнить коэффициент термического расширения

$$\alpha(t) = 5.89 \cdot 10^{-6} + 9.6 \cdot 10^{-9}(t - 25^\circ\text{C}). \quad (4)$$

Измерение абсолютного значения параметра решетки предложенным способом со столь же высокой точностью затруднено, т. к. необходима высокоточная привязка к характерным точкам (максимум, центр тяжести) спектра излучения и в конечном счете необходимо со столь же высокой точностью определение длины волны, падающей на исследуемый кристалл.

Таким образом, в настоящей работе впервые удалось продемонстрировать в условиях экстремальной ( $\theta \approx \pi/2$ ) дифракции предельную чувствительность углового положения и формы кривых отражения к изменению параметров решетки монокристаллов и на ее основе увеличение в методе Бонда точности их определения. Предложенный прецизионный метод может быть с успехом использован для решения ряда задач физического материаловедения (тепловое расширение тел, макронапряжения, фазовые превращения и т. д.), технологических разработок полупроводникового приборостроения (гетерозепитаксия, легирование, микронапряжения, дефекты и т. д.).

В заключение авторы выражают благодарность А.М. Афанасьеву за интерес к работе и полезные обсуждения.

#### Л и т е р а т у р а

- [1] B r u m m e r O., H o s c h e H.R., N i e b e r J. - Phys. Stat. Sol. (a), 1979, v. 53, N 2, p. 565-570.
- [2] C a t i c h a A., C a t i c h a - E l l i s S. - Phys. Rev. B, 1982, v. 25, N 2, p. 971-983.
- [3] К ш е в е ц к и й С.А., С т е ц к о Ю.П. - Деп. в Укр НИИТИ, № 1408, УК-Д83, 1983, 14 с.
- [4] К о h r a K., M a t s u s h i t a Y. - Z. Naturforsch., 1972, v. 27a, N 3, p. 484-487.
- [5] К у ш н и р В.И., С у в о р о в Э.В. - Письма в ЖЭТФ, 1986, т. 44, в. 4, с. 205-207.
- [6] Л и с о й в а н В.И. Измерение параметров элементарной ячейки на однокристалльном спектрометре, Новосибирск; Наука, 1982, 126 с.

Поступило в Редакцию  
23 июля 1987 г.