

06;15

Новый высокочувствительный рентгеновский метод определения локальных деформаций поверхности кристаллов с помощью „изгибных интерференционных полос“

© Э.В. Суворов, И.А. Смирнова

Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка, Московская область
E-mail:suvorov@issp.ac.ru

Поступило в Редакцию 30 марта 2016 г.

Предложен новый высокочувствительный метод для исследования локальных деформаций поверхности, обусловленных дефектами кристаллов. Метод основан на анализе формы „интерференционных деформационных полос“ в геометрии брэгговской дифракции рентгеновских лучей. Полученные результаты показывают, что метод „интерференционных полос“ позволяет количественно оценивать очень слабые локальные деформации поверхности. Показано, что удастся измерять локальные изгибы кристаллографических плоскостей от десятков до нескольких сотен метров.

„Интерференционные деформационные полосы“ в геометрии брэгговской рентгеновской дифракции были обнаружены и описаны в работе [1]. В работах [2–4] авторы теоретически и экспериментально исследовали этот тип полос и указали на возможность определения изгиба кристалла из измерения смещения полос относительно следа брэгговского отражения. В последующих работах [5–11] „Интерференционные деформационные полосы“ были изучены более подробно как в экспериментальном, так и в теоретическом плане. Установлено, что эти полосы возникают на секционных топограммах в геометрии Брэгга только при изгибе кристалла. В литературе пока нет устоявшегося термина для названия этих полос, поэтому в данной работе используются кавычки. Механизм образования этих полос до конца не изучен, но его суть становится понятна из анализа рис. 1, где представлены результаты моделирования волнового поля в идеальном и изогнутом кристалле.

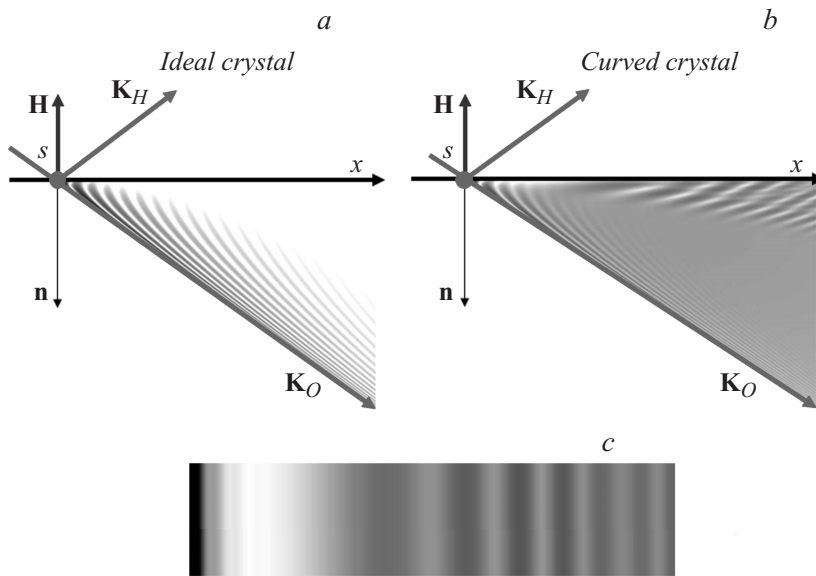


Рис. 1. Численное моделирование волнового поля для идеального (*a*) и изогнутого кристалла (*b*) путем решения уравнений Такаги–Топена. \mathbf{K}_O и \mathbf{K}_H — волновые вектора падающей и дифрагированной волн; \mathbf{H} — вектор обратной решетки; n — нормаль к системе отражающих плоскостей; s — точка падения рентгеновского пучка на кристалл. Смоделированная секционная топограмма изогнутого кристалла (*c*), яркая полоса в левой части топограммы — след брэгговского отражения первичного пучка.

В идеальном кристалле (рис. 1, *a*) обычные интерференционные (маятниковые) полосы быстро затухают. В случае изогнутого кристалла (рис. 1, *b*) возникает новый эффект, по-видимому, связанный с интерференцией старого волнового поля с новым, образованным внутри кристалла за счет межветвевое рассеяния на неоднородностях упругого поля, возникшего в результате изгиба (область сжатия с одной стороны кристалла и область растяжения с другой). На рис. 1, *b* наблюдается образование таких новых изгибных контуров в правой части рисунка на поверхности кристалла. На рис. 1, *c* показана численная секционная топограмма для этой ситуации. Видно, что обычные маятниковые

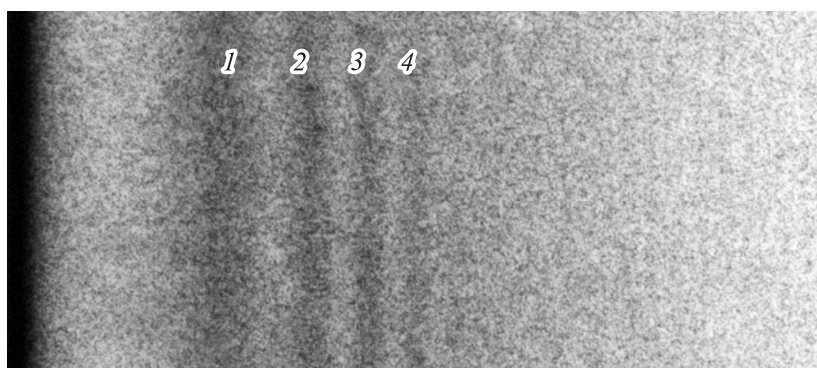


Рис. 2. Фрагмент секционной топограммы, полученной в брэгговской геометрии для изогнутого монокристалла кремния. Радиус изгиба = 147 ± 0.5 м. Отражение (400), излучение $\text{MoK}_{\alpha 1}$, размеры фокуса рентгеновской трубки $25 \times 30 \mu\text{m}^2$, щель, формирующая падающий на кристалл пучок, составляет $10 \mu\text{m}$ [10].

осцилляции очень слабые и быстро затухают. Они наблюдаются в левой части топограммы вблизи следа брэгговского отраженного пучка рентгеновских лучей.

На рис. 2 в качестве примера показан фрагмент экспериментальной секционной топограммы изогнутого монокристалла кремния в брэгговской геометрии. На топограмме наблюдаются интерференционные полосы, образовавшиеся в результате изгиба кристалла, который измерялся на рентгеновском дифрактометре с монохроматором по стандартной методике. На топограмме наблюдается серия интерференционных полос 1, 2, 3 и т.д. Темная полоса с левой стороны топограммы — это след брэгговского отраженного пучка рентгеновских лучей. Согласно работам [2–4], положения максимумов интенсивности на выходной поверхности кристалла описываются выражением

$$x_n = [16\pi(2n - 1)/5B^2]^{1/3}, \quad (1)$$

где x_n — расстояние от следа брэгговского отражения до полосы вдоль поверхности кристалла, нормированное на π/Λ , $n = 1, 2, 3 \dots$ — номер полосы, $\Lambda = \lambda \sin \theta / C\chi_H$ — экстинкционная длина для случая Брэгга,

θ — брэгговский угол, B — градиент деформации кристалла вдоль нормали к поверхности:

$$B = \frac{\Lambda^2}{4\pi^2 \sin^2 \theta} \frac{\partial^2(\mathbf{H}\mathbf{U})}{\partial s_O \partial s_H}. \quad (2)$$

Здесь \mathbf{H} — вектор обратной решетки, \mathbf{U} — вектор поля смещений в изогнутом кристалле, s_O и s_H — направления падающей и дифрагированной волн. Для равномерного кругового изгиба кристалла формула (1) принимает простой вид

$$x_1 = AR^{2/3}. \quad (3)$$

Здесь x_1 — кратчайшее расстояние между первой интерференционной линией и осью первичного пучка, параметр $A = \text{Const}$ определяется при подстановке в выражение (2) вида поля смещения или может быть определен экспериментально при непосредственном измерении радиуса изгиба на дифрактометре. Сопоставление экспериментальных результатов и моделирования дифракционного эксперимента подтверждает приведенную выше формулу (3) зависимости положения первого интерференционного максимума x_1 от радиуса изгиба R [7–11].

Приведенные соотношения показывают, что новые интерференционные полосы очень чувствительны к слабым деформациям. Однако до настоящего времени в литературе не обсуждалась возможность использования „изгибных интерференционных полос“ для исследования локальных деформаций, связанных с поверхностными дефектами. Необычно высокая чувствительность изгибных интерференционных контуров к локальным деформациям делает их чрезвычайно привлекательными для исследования слабых локальных поверхностных деформаций. Эти полосы образуются в области топограммы, где интенсивность обычных маятниковых полос для идеального кристалла практически равна нулю. Обычные интерференционные полосы в брэгговской геометрии быстро затухают и на экспериментальной топограмме (рис. 2) практически не видны. С уменьшением радиуса изгиба кристалла „полосы“ сгущаются и сдвигаются в сторону меньших расстояний от брэгговского максимума. Увеличение радиуса изгиба, наоборот, приводит к смещению интерференционных полос в сторону от брэгговского максимума. При этом уменьшается их яркость, и полосы постепенно сливаются с фоном (при радиусах изгиба более 500 м).

На секционном изображении дефектов в геометрии Брэгга в связи с практическим отсутствием обычных маятниковых полос формируется только кинематическое изображение, что ограничивает возможности анализа. В однородно изогнутом кристалле изображение дефектов складывается из кинематического изображения и „изгибных интерференционных полос“ вокруг прямого изображения дефекта [7–11]. Проведенные эксперименты показывают, что величина смещения изгибных контуров вблизи дефектов, позволяет определять локальные изгибы отражающих плоскостей в широких пределах с радиусами в несколько десятков и даже сотен метров.

В представленной работе в качестве иллюстрации метод „изгибных интерференционных контуров“ применен для исследования локальных деформаций поверхности, обусловленных квазиточечными дефектами. Полученные результаты показывают, что этот метод может быть использован для измерений очень слабых деформаций поверхности. Эксперименты были выполнены на камере Ланга А-3 (японская фирма Rigaku Denky) на неполяризованном излучении $MoK_{\alpha 1}$, кристаллы изгибались во время эксперимента на специально сконструированном устройстве [12].

Экспериментальные изображения сопоставлялись с численным моделированием дифракционного эксперимента. Для описания дифракции в пространственно неоднородной среде использовалось численное решение системы уравнений Такаги. Моделировалась двухволновая дифракция с полем смещений для поверхностного дефекта „квазиточечного типа“ в однородно изогнутом кристалле.

Дефекты на входной грани кристалла создавались уколом индентора Виккерса при нагрузках от 1 до 5 g. Для описания дефекта использовалась модель упругопластического внедрения. В данной модели предполагается, что смещения под поверхностью образца радиальны по отношению к точке контакта, а поверхности равных деформаций имеют полусферическую форму. Размер полусферического ядра оценивался из микротвердости по Виккерсу. Так, например, при нагрузке 5 g радиус ядра составлял $1.45 \mu m$ и хорошо согласовывался с оптическими измерениями.

Изображение дефектов в кристаллах определяется двумя типами контраста: кинематическим и динамическим. Кинематический контраст связан со значительными вариациями межплоскостного расстояния и ориентации отражающих плоскостей вблизи ядра дефекта и наблюда-

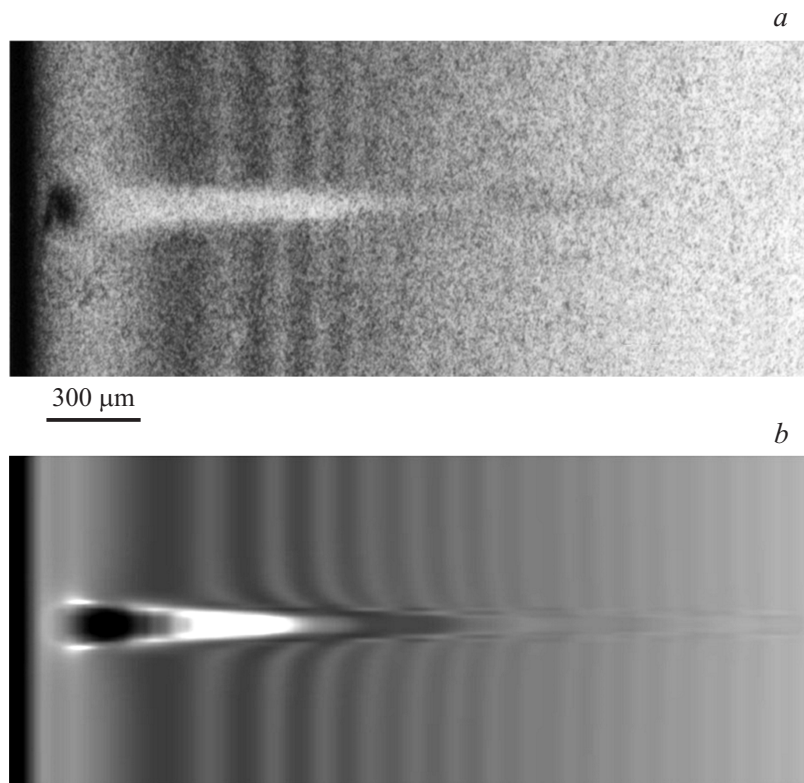


Рис. 3. *a* — фрагмент секционной топограммы, монокристалл кремния, брэгговское отражение (400), излучение $MoK_{\alpha 1}$, радиус изгиба кристалла 150 м, расстояние от дефекта до следа брэгговского отраженного пучка $x = 190 \mu\text{m}$; *b* — соответствующая численная топограмма, полученная путем решения уравнений Такаги–Топена.

ется в виде контрастного темного пятна на топограмме в левой ее части вблизи следа брэгговского отражения. Динамический контраст дефектов проявляется как картина интерференционных полос вокруг прямого изображения дефекта. „Интерференционные деформационные полосы,, очень чувствительны к степени совершенства кристалла и определяются дальними полями напряжений, вызванных дефектами.

Изображение квазиточечного дефекта в однородно изогнутом кристалле представлено на рис. 3. Слева видна яркая вертикальная полоса шириной $20\ \mu\text{m}$, которая является брэгговским максимумом. Изображение точечного дефекта представляет собой кинематический выброс интенсивности в виде черной точки справа от брэгговского максимума и тянущегося белого следа поперек интерференционных полос. Расстояние от дефекта до следа брэгговского отраженного пучка составляет $190\ \mu\text{m}$. Сопоставление экспериментальной и расчетной топограмм показывает, что на расчетной топограмме более четко просматриваются интерференционные полосы, их смещение и изгиб контуров в деформационном поле дефекта. Дело в том, что в эксперименте использовались фотопластинки типа МР с толщиной эмульсии $12\ \mu\text{m}$ и разрешением $250\ \text{lines/mm}$ (к сожалению, даже этот фотоматериал в нашей стране уже не производится). Для отчетливого наблюдения смещений деформационных полос вблизи дефектов такого линейного разрешения недостаточно. На видимость полос влияют также нелинейность денситометрической функции используемого фотоматериала и геометрия рентгеновского эксперимента (размер фокуса составляет $25 \times 30\ \mu\text{m}$). Тем не менее величину смещения удастся оценивать по полосе в максимуме вблизи прямого изображения. Оценки смещения первой интерференционной полосы вблизи дефекта соответствуют локальному радиусу изгиба отражающей плоскости $R \approx 540\ \text{m}$.

Проведенные эксперименты показывают, что „интерференционные деформационные полосы“ вблизи квазиточечных дефектов заметно смещаются. Изображение приповерхностных дефектов состоит из кинематической части — локального выброса интенсивности и осциллирующего динамического „хвоста“. Смещения изгибных интерференционных полос в поле дефекта позволяют определять величины локальных изгибов кристаллографических плоскостей с радиусами от нескольких десятков до нескольких сотен метров, что на языке относительных деформаций соответствует величинам порядка 10^{-4} .

Анализ работ [2–4,9–11] показывает, что имеется несколько факторов, от которых может зависеть точность определения параметров деформации. Для выяснения роли этих факторов потребуются дальнейшие экспериментальные и теоретические исследования. Так, например, формула (3), связывающая расстояние между интерференционной полосой и следом брэгговского пучка, была получена для случая равномерного кругового изгиба кристалла. Однако до настоящего времени

не исследовалось, будет ли эта зависимость справедлива для более сложного деформационного поля. С другой стороны, величина смещений „изгибных интерференционных контуров“ зависит от величины расстояния между дефектом и следом отраженного брэгговского пучка. Эксперимент показывает, что с увеличением этого расстояния величина смещений интерференционных полос уменьшается.

Список литературы

- [1] *Zaumseil P.* // *Krist. Tech.* 1978. V. 13. P. 983
- [2] *Шульпина И.Л., Петрашень П.В., Чуховский Ф.Н., Габриэлян К.Т.* // Тез. докл. IV Всесоюзного совещания „Дефекты структуры в полупроводниках“. Новосибирск: Изд-во СО АН СССР, 1984. Т. 2. С. 114.
- [3] *Петрашень П.В., Чуховский Ф.Н., Шульпина И.Л., Кютт Р.Н.* // *ФТТ.* 1987. Т. 29. В. 5. С. 1608–1611.
- [4] *Chukhovskii F.N., Petrashen' P.V.* // *Acta Cryst. A.* 1988. V. 44. P. 8.
- [5] *Tomoe Fukamachi, Masahiko Tohyama et al.* // *Acta Cryst. A.* 2010. V. 66. P. 421.
- [6] *Yan H., Kalenci O., Noyn I.C.* // *J. Appl. Cryst.* 2007. V. 40. P. 322.
- [7] *Смирнова И.А., Суворов Э.В., Шулаков Е.В.* // *ФТТ.* 2011. Т. 53. В. 1. С. 35.
- [8] *Sukswat Jongswat, Tomoe Fukamachi, Dongying Ju.* // *J. Appl. Cryst.* 2013. V. 46. P. 1.
- [9] *Суворов Э.В., Смирнова И.А.* // Труды XIX Междунар. симпоз. „Нанофизика и нанoeлектроника“. Нижний Новгород, Россия, 2015. Т. 1. С. 376–377.
- [10] *Смирнова И.А., Суворов Э.В.* // Сб. материалов VII Междунар. науч. семинара „Современные методы анализа дифракционных данных и актуальные проблемы рентгеновской оптики“. Великий Новгород, Россия, 2015. С. 226–229.
- [11] *Смирнова И.А., Суворов Э.В., Шулаков Е.В.* // *ФТТ.* 2007. Т. 49. В. 6. С. 1050–1055.
- [12] *Суворов Э.В., Смирнова И.А., Образова А.С.* // *ПТЭ.* 2015. № 1. С. 178–180.