

УДК 548.733

ВЛИЯНИЕ ВНЕШНИХ ВОЗДЕЙСТВИЙ НА БРЭГГ-ЛАУЭВСКУЮ ДИФРАКЦИЮ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ

Л.Г. ГАСПАРЯН, В.П. МКРТЧЯН, А.Г. ГРИГОРЯН,
М.К. БАЛЯН, С.А. ВАЛАСАНЯН

Ереванский государственный университет

(Поступила в редакцию 3 февраля 1999 г.)

Экспериментально исследована брэгг-лауэвская дифракция рентгеновских лучей в конечных кристаллах при наличии внешних воздействий (ультразвук, температурный градиент). Установлено, что внешние воздействия ухудшают качество кристалла, что приводит к уширению кривых качания и к резкому уменьшению интенсивности в центре угловой области полного отражения.

Динамическая теория дифракции рентгеновских лучей показывает, что вблизи полного отражения на совершенном кристалле часть энергии проникает внутрь кристалла и распространяется по вполне определенной траектории, являющейся функцией угла падения [1,2]. В работе [3] экспериментально доказано существование этого явления. Найдены выражения [4,5] для интенсивностей пучков, выходящих из торцевой поверхности кристалла для поглощающего и непоглощающего кристаллов, соответственно. В работе [6] исследованы кривые качания пучков, выходящих из торцевой поверхности кристалла. Показано, что максимумы этих кривых смещены относительно максимума кривой качания брэгговского отражения на 2-2,5 угловые секунды. В [7] рассмотрено явление дифракции в конечных кристаллах для симметричной и асимметричной геометрии дифракции, а в работах [8-10] исследовано влияние ультразвука на дифракцию и модуляцию рентгеновских волн.

В настоящей работе исследовано влияние внешнего воздействия (ультразвук, температурный градиент) на поток энергии, дифрагированной по Брэггу. Исследования подобного рода важны, поскольку аномально проходящий пучок в случае Брэгга можно использовать для исследования межатомных решеточных дефектов, для измерения решеточных параметров таких кристаллов, которые подвергнуты ионной

имплантации или поверхность которых имеет разные решеточные параметры. В этом случае решеточные параметры поверхности, подвергнутой внешним воздействиям, можно определить, измеряя смещение между максимумами отражения пучков, дифрагированных от поверхности кристалла и от торцевой части.

В связи с тем, что полупроводниковые приборы часто работают в условиях внешних воздействий, представляет интерес исследование влияния ультразвуковых колебаний и температурного градиента на брэгг-лауэвское (БЛ) отражение рентгеновских лучей, т.е. исследование пучков, выходящих из торцевой поверхности монокристалла в зависимости от внешних воздействий.

Для исследования влияния ультразвука на поток энергии волн, дифрагированных по Брэггу и Лауэ, был изготовлен составной осциллятор, который представляет собой стержень, состоящий из трех частей: пьезокварца, исследуемого образца и промежуточного склеивающего слоя (рис.1).

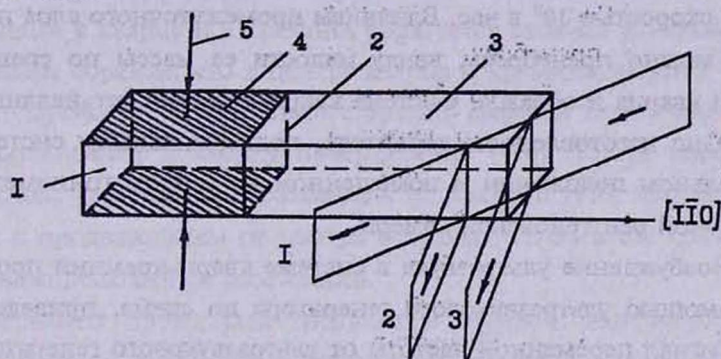


Рис.1. Двойной резонансный осциллятор: 1 – пьезокварц, 2 – клей, 3 – кремниевый образец, 4 – серебряные электроды, 5 – кварцодержатель.

Пьезокварц среза $XY + 18^{\circ}31'$ вырезался в форме бруска с размерами $L \times d \times H$ ($L = 23$ мм, $d = 10,4$ мм, $H = 9,4$ мм). На поверхности, перпендикулярной оси OX , с помощью напыления были нанесены серебряные контакты. Система кварц-образец закреплялась в геометрических центрах посеребренных поверхностей кварца с помощью держателя, который служил также и для подачи на кварц переменного электрического напряжения. Частота собственного колебания пьезокварца вычисляется по формуле

$$f_0 = \frac{V_{\text{дм}}}{2L},$$

где $V_{L[hkl]}$ — скорость распространения продольных механических волн в кристалле по направлению $[hkl]$.

Исследуемые образцы изготавливались из монокристалла кремния и имели такую же ширину и высоту, что и кварц, а длина выбиралась таким образом, чтобы собственная частота образца совпадала с собственной частотой пьезокварца, т.е. выполнялось следующее соотношение:

$$f_{0(Si)} = f_{0(Kb)} \Rightarrow L_{Si} = \frac{V_{L(Si)}}{2f_{0(Kb)}}.$$

При таком выборе длины образца система кварц-кремний колеблется с собственной частотой $f_0 = 128,5$ кГц.

Акустический контакт между кварцом и образцом создавался при помощи тонкого промежуточного слоя клея. Склеенные кварц и образец помещались в печь и выдерживались при температуре 120° С в течение 3 – 4 часов для полимеризации клея, затем медленно охлаждались со скоростью 10° в час. Влиянием промежуточного слоя при измерениях можно пренебречь, ввиду малости ее массы по сравнению с массами кварца и образца. Система кварц-кремний устанавливалась на специально изготовленном держателе, поддерживавшем систему в горизонтальном положении и помещенном на втором гониометре двухкристалльной рентгеновской камеры.

Возбуждение ультразвука в системе кварц-кремний производится с помощью ультразвукового генератора по схеме, приведенной на рис.2. Сигнал переменной частоты от ультразвукового генератора 1 подается на обкладки пьезокварца К и с помощью осциллографа 4 регистрируется резонансное состояние системы. Напряжение на выходе генератора контролируется вольтметром 2, а частота сигнала, подаваемая на кварц от генератора, измеряется частотомером 3.

При приложении внешнего электрического поля в кварце, а следовательно, и в образце возникают продольные вынужденные механические колебания. В теории метода принимается, что торцевая поверхность кварца движется подобно поршню, совершающему возвратно-поступательное движение. Это предположение точнее соответствует истинному распределению смещений по торцевой поверхности, если кварц срезан под углом $18^\circ 31'$ к оси ОУ, при сохранении ориентации относительно оси ОХ [7]. В наших экспериментах, как было сказано выше, кристалл пьезокварца соответствует этой геометрии.

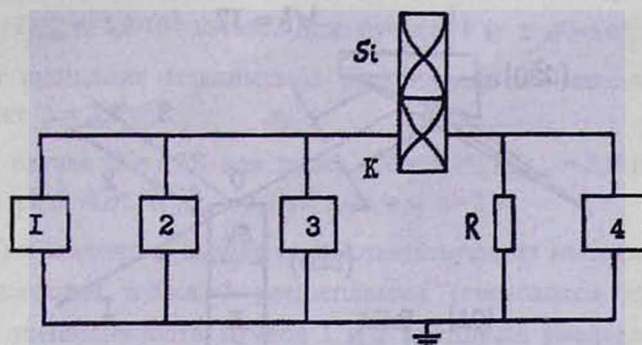


Рис.2. Блок-схема экспериментальной установки для регистрации резонансного состояния осциллятора и измерений параметров резонанса. 1 – звуковой генератор, 2 – вольтметр, 3 – частотомер, 4 – осциллограф.

Для резонансного возбуждения продольных колебаний в осцилляторе необходимо, чтобы по длине образца укладывалось целое число полуволн. Кристалл пьезокварца работает на первой гармонике, т.е. на всей длине кварца устанавливается лишь одна полуволна ($\lambda/2$). Во время резонанса в кварце и в кремнии образуется стоячая ультразвуковая волна таким образом, что в центре кварца и кремния имеется узел, а по краям – пучности. Кремниевый стержень вырезан таким образом, что он прикрепляется к кварцу поверхностью (110). Таким образом, межплоскостные расстояния отражающих плоскостей (110) постепенно изменяются с продвижением от центра к краям, т.е. имеется градиент изменения межплоскостных расстояний.

Эксперимент проводился следующим образом: лентообразный пучок рентгеновских лучей после прохождения системы щелей падал на асимметричный монохроматор, после чего узкий параллельный пучок плоских волн падал на торцевую поверхность кремниевого стержня (рис.3).

После дифракции в кристалле дифрагированные пучки падали на детектор, интенсивность пучков регистрировалась интенсивметром и самописцем. Снимались кривые качания дифрагированных пучков. Вследствие близости пучков 2 и 3, одновременная регистрация этих пучков в условиях эксперимента невозможна. Поэтому сначала регистрировались кривые качания пучков 1 и 3, а потом – пучков 1 и 2, и после этого они сравнивались друг с другом. Вначале снимались кривые качания пучков 1, 2 и 3 без возбуждения ультразвуковых волн и в системе кварц-кремний.

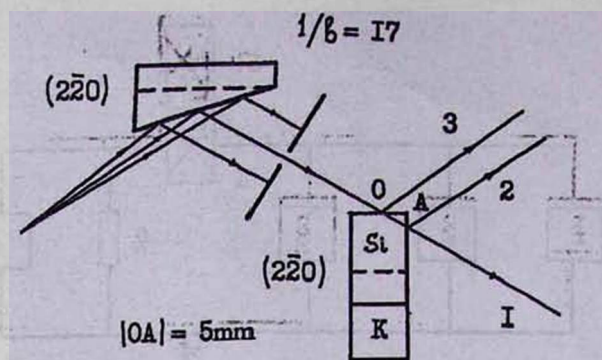


Рис. 3. Схема эксперимента.

Экспериментально было установлено, что максимумы кривых качания пучков 1 и 2 смещены на 2,5 угловые секунды относительно максимума кривой качания пучка 3. Затем включался ультразвуковой генератор, и система приводилась в резонансное состояние. Далее снимались кривые качания этих пучков при разных значениях амплитуды подаваемого сигнала. Кривая качания пучка 3 при $U = 15V$ приведена на рис.4.

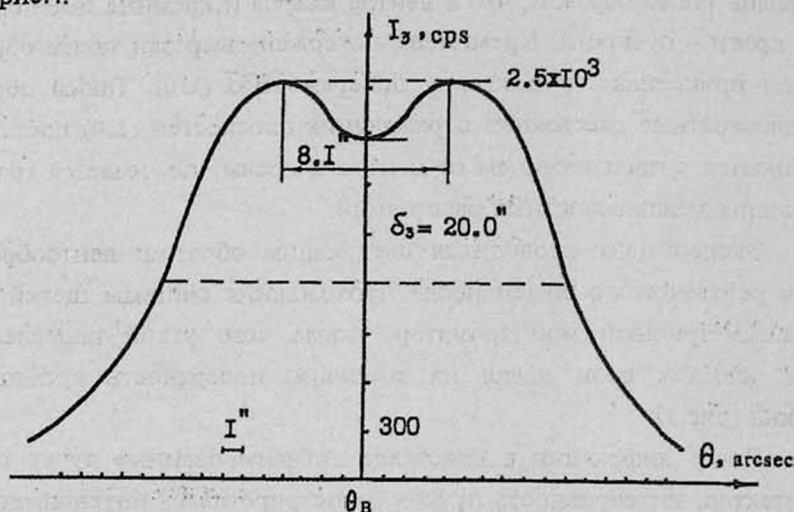


Рис.4. Кривая качания пучка 3 при $U = 15 V$.

В резонансном состоянии с увеличением амплитуды ультразвука интенсивности пучков 1, 2 и 3 уменьшаются, полуширина кривых качания увеличивается, а смещение между максимумами кривых качания брегговского и лауэвских компонентов не изменяется. Например, при амплитуде ультразвука $U = 7V$ для пучка 3 полуширина кривой качания

$\delta = 5,6''$, $I_{3\max} = 5,8 \cdot 10^3$ имп/с. Для пучков 1 и 2 $\delta = 5,0''$, $I_{1,2\max} = 5,2 \cdot 10^2$ имп/с и смещение максимумов этих пучков от максимума пучка 3 составляет $\Delta = 2,5''$.

В случае $U = 12$ В для пучка 3 $\delta = 8,1''$, $I_{3\max} = 2,9 \cdot 10^9$ имп/с. Для пучков 1 и 2 $\delta = 8,0''$, $I_{1,2\max} = 3,4 \cdot 10^2$ имп/с и $\Delta = 2,5''$.

При значениях амплитуд, соответствующих напряжению $U \geq 15$ В, кривая качания пучка 3 расщепляется (становится дублетом) (см. рис.4), а интенсивности пучков 1 и 2 настолько уменьшаются, что их регистрация становится невозможной.

Поскольку кривые качания пучков 3 и 2 частично перекрывают друг друга, то при увеличении фактора асимметрии b значение p (параметр отклонения от угла Брэгга) увеличивается, т.е. увеличивается угловое смещение между максимумами пучков 2 и 3 (что обнаружено экспериментально) и точка p удаляется от области полного отражения. В результате этого удаления интенсивность пучка 3 падает и значительная часть интенсивности падающего пучка проникает в кристалл, увеличивая интенсивность пучков 1 и 2.

Как уже указывалось, в резонансном состоянии в системе кварц-кремний образуется стоячая ультразвуковая волна, которая создает в кремнии градиент изменения межплоскостного расстояния отражающих плоскостей ($1\bar{1}0$). Такого же результата можно ожидать и при приложении к образцу температурного градиента. Таким образом, возникает необходимость исследования влияния температурного градиента на БЛ отражение рентгеновских лучей. Опыты проводились следующим образом. Образец, который был вырезан из бездислокационного кристалла кремния, имел вид пластинки, большая поверхность которой ($1\bar{1}0$). Этот образец большой стороной прикреплялся к особо изготовленному металлическому резервуару, через который подавалась вода для охлаждения прикрепленной стороны. Образец с подставкой устанавливался на второй головке двухкристальной камеры. Температурный градиент создавался за счет того, что один конец образца охлаждался проточной водой, а другой конец нагревался с помощью нагревателя (см. рис.5а). Таким образом, на краях образца поддерживалась постоянная разность температур. Температура измерялась с помощью медь-константановой термопары. Один конец термопары постоянно держался при температуре 0°C , а другой конец поочередно прижимался к краям образца. С помощью потенциометра регистрировалось напря-

жение, а с помощью градуированной шкалы определялась температура блока образца.

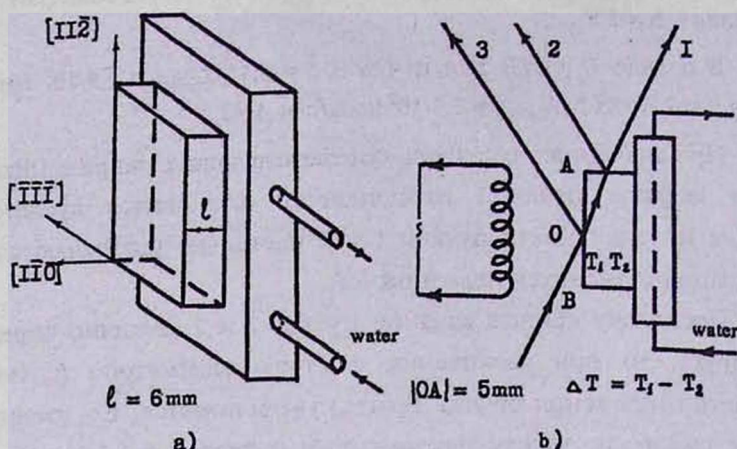


Рис.5. а) Образец с подставкой, б) схема эксперимента.

После отражения от асимметричного монохроматора лентообразный пучок рентгеновских лучей падал на поверхность образца АВ и после дифракции в образце снимались кривые качания пучков 1, 2 и 3 (рис.5б). Измерения проводились при разных значениях температурного градиента, результаты для которых приведены в таблице 1 и на рис.6.

С увеличением температурного градиента максимальные значения кривых качания пучков 1, 2 и 3 уменьшаются, полуширина кривых качания увеличивается, а угловое смещение между брэгговским и лауэвскими отражениями уменьшается. Например, при отсутствии градиента ($\Delta T = 0$ К) смещение указанных пучков составляло $2,5''$. При $\Delta T = 9$ К смещение было равно $1''$, а при $\Delta T = 29$ К $0,5''$. При дальнейшем увеличении температурного градиента (например, при $\Delta T = 49$ К) происходит расщепление кривой качания пучка 3, т.е. появление дублета на этой кривой (см. рис.6).

При этом происходило совпадение максимума кривой качания пучка 1 с минимумом кривой качания пучка 3. Отметим также, что кривая качания 3 симметрична относительно точки минимума в области расщепления, а расстояние между максимумами увеличивается с увеличением ΔT . Таким образом, при больших значениях температурного градиента угловое смещение между брэгговским и лауэвскими отражениями исчезает.

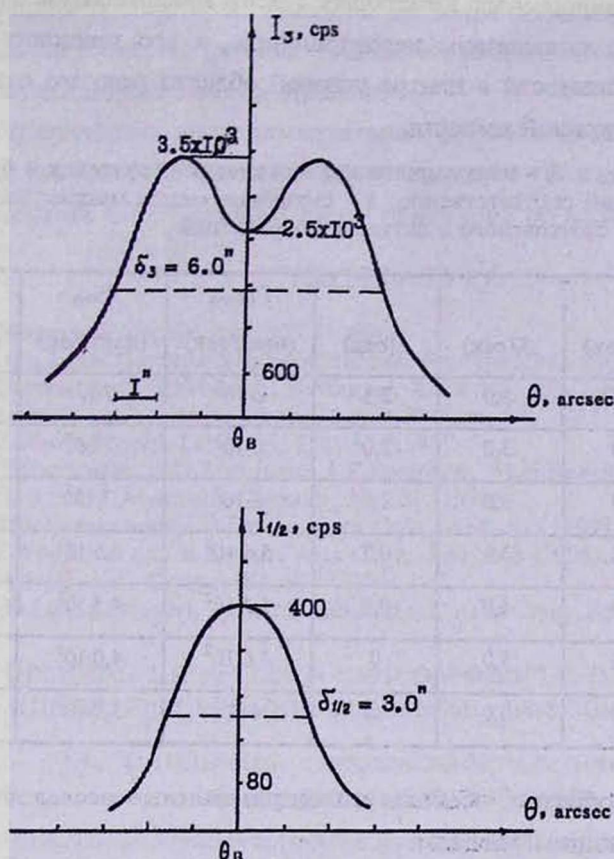


Рис.6. Кривые качания пучков 1, 2 и 3 при $\Delta T = 49\text{K}$.

При этом происходило совпадение максимума кривой качания пучка 1 с минимумом кривой качания пучка 3. Отметим также, что кривая качания 3 симметрична относительно точки минимума в области расщепления, а расстояние между максимумами увеличивается с увеличением ΔT . Таким образом, при больших значениях температурного градиента угловое смещение между брэгговским и лауэвскими отражениями исчезает.

Вышеприведенные результаты можно объяснить ухудшением качества кристалла под действием ультразвуковых колебаний и температурного градиента. Действительно, во-первых, ухудшение качества кристалла (появление дилатационных и ротационных несовершенств) даже при плоской первичной волне приводит к уширению кривых качаний. Во-вторых, ухудшение качества кристалла резко уменьшает интенсивность в центре угловой области полного отражения, где экс-

тинкция в совершенных кристаллах имеет максимальное значение и уменьшается с появлением несовершенств, а это приводит к уменьшению интенсивности в центре угловой области полного отражения – расщеплению кривой качания.

Таблица 1. $\delta_{1,2}$ и δ_3 – полуширины кривых качания лауэвских и брэгговских отражений соответственно; Δ – смещение между максимумами кривых качания брэгговского и лауэвских отражений.

ΔT (К)	$\delta_{1,2}$ (сек)	δ_3 (сек)	Δ (сек)	$I_{1,2\max}$ (имп/сек)	$I_{3\max}$ (имп/сек)	$I_{3\min}$ (имп/сек)
0	2,0	3,0	2,5	$6 \cdot 10^2$	$7 \cdot 10^3$	–
6	2,0	3,0	2,0	$6 \cdot 10^2$	$7 \cdot 10^3$	–
9	2,0	3,0	1,0	$6 \cdot 10^2$	$7 \cdot 10^3$	–
19	2,2	3,4	0,7	$5,6 \cdot 10^2$	$5,5 \cdot 10^3$	–
29	2,4	4,0	0,5	$5,3 \cdot 10^2$	$4,5 \cdot 10^3$	–
41	2,6	5,0	0	$4,6 \cdot 10^2$	$4,0 \cdot 10^3$	$3,5 \cdot 10^3$
49	3,0	6,0	0	$4 \cdot 10^2$	$3,5 \cdot 10^3$	$2,5 \cdot 10^3$

Таким образом, обобщая вышеприведенные исследования, приходим к следующим выводам:

1. При сочетаниях брэгг-лауэвских геометрий отражения, когда на кристалл падает плоская волна, качание кристалла приводит к возникновению трех пучков.
2. Между максимумами кривых качания этих компонентов существует угловое отклонение $\approx 2,5^\circ$. Лауэвские компоненты возникают вследствие малости коэффициента поглощения в окрестности точки $p = +1$.
3. Как в случае ультразвуковых колебаний, так и в случае температурного градиента в кристалле кривые качания БЛ отражений уширяются, а их максимальные значения уменьшаются, и тем больше, чем больше амплитуда ультразвуковых колебаний и температурного градиента.
4. Величина углового смещения между брэгговскими и лауэвскими отражениями с увеличением амплитуды ультразвуковых колебаний не изменяется.
5. При наличии температурного градиента в кристалле, угловое смещение между брэгговским и лауэвскими отражениями уменьшается с увеличением величины температурного градиента.

6. Начиная с некоторых больших значений амплитуды ультразвуковых колебаний и температурного градиента, наблюдается расщепление кривой качания брэгговского отражения.
7. Из полученных экспериментальных результатов следует, что влияние ультразвуковых колебаний и температурного градиента на форму кривых качания БЛ отражений почти одинаково по характеру.

ЛИТЕРАТУРА

1. H.Wagner. Z. Physik, 146, 127 (1956).
2. M.von Laue. Rontgenstrahlinterferenzen. Frankfurt/M., 1960.
3. G.Borrmann, G.Hildebrandt, H.Wagner. Z. Physik, 142, 406 (1955).
4. A.Authier. Le Journal de Physique et le Radium, 23, 961 (1962).
5. G.J.Wach. Physics Letters A, 121, 45 (1987).
6. Л.Г.Гаспарян, В.П.Мкртчян, А.Г.Григорян, М.К.Балаян, С.А.Валасанян. Известия НАН Армении, Физика, 34, 162 (1999).
7. G.Thorkildsen and H.B.Larsen, Acta Cryst., A54, 416 (1998); *ibid*, A55, 1 (1999).
8. E.Zolotoyabko and B.Sander, Acta Cryst., A51, 163 (1995).
9. E.M.Iolin, Acta Cryst., A51, 897 (1995).
10. K.-D.Liss, A.Magerl, A.Rehof, and R.Hock, Acta Cryst., A53, 181 (1997).

ԱՐՏԱՔԻՆ ԱԶԴԱԿՆԵՐԻ ԱԶԴԵՑՈՒԹՅՈՒՆԸ ՌԵՆՏԳԵՆՅԱՆ ՃԱՍՏԱՊԱՅԹՆԵՐԻ ԲՐԵԳ-ԼԱՈՒԵՅԱՆ ԴԻՖՐԱԿՑԻԱՅԻ ՎՐԱ

Լ.Գ. ԳԱՍՊԱՐՅԱՆ, Վ.Պ. ՄԿՐՏՉՅԱՆ, Ա.Գ. ԳՐԻԳՈՐՅԱՆ,
Մ.Կ. ԲԱԼՅԱՆ, Ս.Ա. ՎԱԼԱՍԱՆՅԱՆ

Փորձնականորեն ուսումնասիրված է Բրեգ-Լաուեյան դիֆրակցիան վերջավոր չափի բյուրեղներում արտաքին ազդակների առկայությամբ: Հաստատված է, որ արտաքին ազդակները վատացնում է բյուրեղի որակը, ինչը բերում է ճոճման կորերի լայնացմանը և լրիվ անդրադարձման անկյունային տիրույթի կենտրոնում ինտենսիվության կտրուկ անկմանը:

INFLUENCE OF EXTERNAL ACTIONS ON THE BRAGG-LAUE DIFFRACTION OF X-RAYS

L.G. GASPARYAN, V.P. MKRTCHYAN, A.G. GRIGORYAN,
M.K. BALYAN, S.A. VALASANYAN

The Bragg-Laue diffraction in finite size crystals under the influence of external actions (ultrasound, temperature gradient) is investigated experimentally. It is established that external actions "change for the worse" the crystal quality which leads to the broadening of the rocking curves and to the sharp decrease of intensity in the center of the reflection angular range.