

УДК 548.732

## РЕНТГЕНОДИФРАКЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ РАДИУСА КРИВИЗНЫ ОТРАЖАЮЩИХ АТОМНЫХ ПЛОСКОСТЕЙ МОНОКРИСТАЛЛОВ

В.К. МИРЗОЯН, С.Н. НОРЕЯН, В.Р. КОЧАРЯН

Институт прикладных проблем физики НАН Армении

(Поступила в редакцию 21 ноября 2003 г.)

Предложен рентгенодифракционный метод для определения радиуса кривизны отражающих атомных плоскостей, вызванной температурным градиентом. В методе используются кривые качания от разных участков монокристалла кварца при двухволновой дифракции рентгеновского излучения в геометрии Лауэ.

Одним из важных вопросов в процессе исследования проходящего и отраженного рентгеновского излучений является изучение полуширины кривой качания отражающих атомных плоскостей кристалла в зависимости от параметров внешнего воздействия. Исследование процесса дифракции рентгеновских лучей в геометрии Лауэ в совершенных монокристаллах кварца под действием температурного градиента показало, что при определенных условиях ( $\mu t \sim 1$ , где  $t$  – толщина кристалла,  $\mu$  – линейный коэффициент поглощения кристалла для данной длины волны рентгеновского излучения) наблюдается полная переброска излучения из направления прохождения в направление отражения [1]. Для объяснения механизма данного явления представляет интерес визуализация искажений отражающих атомных плоскостей, вызванных температурным градиентом в образце. Результаты таких исследований важны и в связи с разработкой и созданием новых научных приборов, работающих на основе явления полной переброски [2-4].

С целью изучения зависимости полуширины кривой качания и радиуса изгиба отражающих атомных плоскостей монокристалла кварца от величины температурного градиента нами использовалась плоская монохроматическая рентгеновская волна с расходимостью в одну угловую секунду. Для получения плоской монохроматической рентгеновской волны использована схема асимметричного отражения  $\text{MoK}_\alpha$  излучения от отражающих атомных плоскостей (220) Si с углом асимметрии  $7^\circ$ .

В качестве исследуемых образцов использовались кварцевые пластинки X-среза (толщина их варьировалась от 0.25 мм до 3 мм), для которых отражающими атомными плоскостями являлись плоскости  $(10\bar{1}1)$ . Образцы

кварца закреплялись на специальной гониометрической головке, что давало возможность сканирования кристалла в направлении вектора дифракции ( $\mathbf{g}$ ) и автономного вращения вокруг вертикальной и горизонтальной осей. Это позволяло обеспечить отражение от любого участка монокристалла кварца. Искажения кристаллической решетки создавались с помощью температурного градиента, направленного перпендикулярно отражающим атомным плоскостям ( $10\bar{1}1$ ). Величина температурного градиента в кристалле изменялась от 0 до 160 град/см.

После точной юстировки образцов в положении отражения от атомных плоскостей ( $10\bar{1}1$ ) последние вращались вокруг вертикальной оси с угловой скоростью 1/32 град/мин, а скорость передвижения бумаги самописца составляла 720 мм/час. Снимались кривые качания отраженного и проходящего рентгеновских пучков от величины температурного градиента по схеме ( $\lambda, -m$ ) в геометрии Брэгга-Лауэ при антипараллельном расположении вектора градиента ( $\mathbf{B}$ ) и вектора дифракции ( $\mathbf{g}$ ) ( $\mathbf{B} \uparrow \downarrow \mathbf{g}$ ). Для каждой толщины образца снималась серия кривых качания в зависимости от величины температурного градиента. Наряду с этим снимались кривые качания от различных участков кристалла, на разных расстояниях от нагревателя. Как известно [5], под воздействием температурного градиента, приложенного к образцам монокристалла кварца, полуширина кривой качания увеличивается в десятки раз. В теории Пеннинга и Полдера [6] искажение кристалла описывается параметром эффективной деформации

$$\beta = \frac{\operatorname{tg} \theta}{C |\chi_{rh}|} \left( \cos^2 \theta \frac{\partial^2 u}{\partial z^2} - \sin^2 \theta \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} \right), \quad (1)$$

где  $\chi_{rh}$  – действительная часть коэффициента Фурье-разложения поляризованности,  $\theta$  – угол Брэгга,  $C$  – фактор поляризации,  $u$  – смещение. Первое слагаемое в скобках характеризует изгиб отражающей атомной плоскости, второе – изменение межплоскостного расстояния вдоль вектора обратной решетки. В рассматриваемом случае изменение межплоскостного расстояния вдоль вектора обратной решетки в пределах ширины рентгеновского пучка несущественно, поэтому в формуле (1) вторым слагаемым можно пренебречь

$$\beta = \frac{\operatorname{tg} \theta}{R |\chi_{rh}|}, \quad (2)$$

где  $R = (\alpha \operatorname{grad} T)^{-1}$  – радиус изгиба отражающих атомных плоскостей. Следовательно, в нашем случае параметр эффективной деформации полностью определяется температурным градиентом:

$$\beta = \frac{\alpha \operatorname{tg} \theta}{|\chi_{rh}|} \operatorname{grad} T, \quad (3)$$

где  $\alpha$  – коэффициент теплового расширения.

На рис.1 приведены кривые качания, полученные от образца толщиной 1.55 мм для отраженного  $I_{отр.}$  и проходящего  $I_{пр.}$  пучков в точке А (удаленной от нагревателя на 2 мм) при различных величинах температурного градиента. Из этих кривых качания можно рассчитать радиус изгиба отражающих атомных плоскостей монокристалла кварца. Схема вычисления радиуса изгиба отражающих атомных плоскостей показана на рис.2.

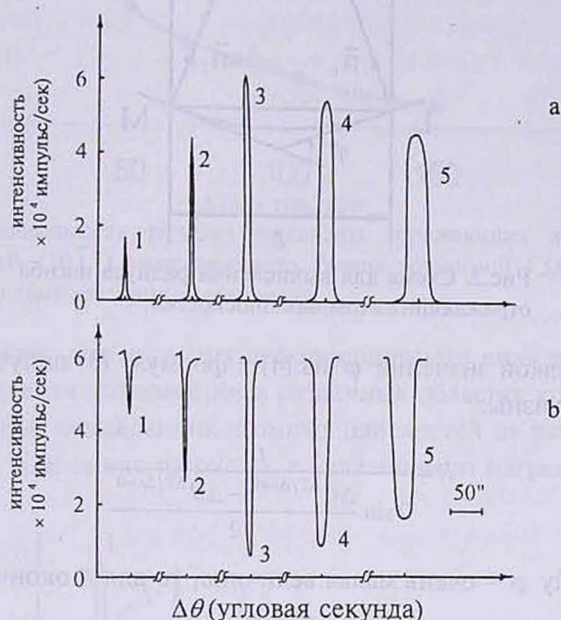


Рис.1. Кривые качания отраженного (а) и проходящего (б) пучков для отражающих атомных плоскостей  $(10\bar{1}1)$  монокристалла кварца при различных величинах температурного градиента: 1)  $\Delta T/\Delta x = 0$  град/см; 2)  $\Delta T/\Delta x = 5$  град/см; 3)  $\Delta T/\Delta x = 20$  град/см; 4)  $\Delta T/\Delta x = 125$  град/см; 5)  $\Delta T/\Delta x = 150$  град/см.

Как видно из этого рисунка, падающая плоская рентгеновская волна в процессе качания монокристалла находится в условии Брэгга: от угла  $\theta_x - (\varphi/2 + \Delta\theta)$  до угла  $\theta_x + (\varphi/2 + \Delta\theta)$ , где  $\varphi$  – угол между нормальными  $\mathbf{n}_1$  и  $\mathbf{n}_2$ , проведенными в точках L и M отражающей атомной плоскости,  $\Delta\theta$  – полуширина столика Дарвина. С помощью полуширины кривых качания кристалла измеряем угол  $\varphi$ , что дает возможность определить радиус изгиба отражающей атомной плоскости (hkil):

$$\varphi = \Delta\theta^{\Delta T/\Delta x \neq 0} - \Delta\theta^{\Delta T/\Delta x = 0}, \quad (4)$$

где  $\Delta\theta^{\Delta T/\Delta x \neq 0}$  – полуширина кривой качания кристалла при наличии температурного градиента, а  $\Delta\theta^{\Delta T/\Delta x = 0}$  – в отсутствие температурного градиента. Из треугольника LOM следует:

$$t = 2R \sin(\varphi/2). \quad (5)$$

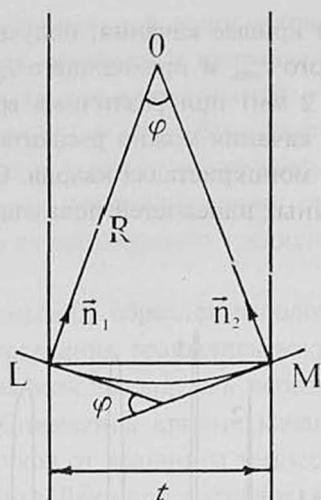


Рис.2. Схема для вычисления радиуса изгиба отражающих атомных плоскостей.

Подстановкой значения  $\varphi$  из (4) в формулу (5) получается выражение для радиуса кривизны:

$$R = \frac{t}{2 \sin \frac{\Delta\theta^{\Delta T/\Delta x \neq 0} - \Delta\theta^{\Delta T/\Delta x = 0}}{2}} \quad (6)$$

Поскольку  $\varphi$  — очень малая величина, то для  $R$  окончательно имеем:

$$R = t / \varphi \quad (7)$$

На основе этих формул и полученных экспериментальных данных были проведены расчеты радиуса изгиба для отражающих атомных плоскостей  $(10\bar{1}1)$  монокристалла кварца. На рис.3 приведена зависимость радиуса изгиба отражающих атомных плоскостей  $(10\bar{1}1)$  кварца от величины температурного градиента.

Как видно из полученных кривых качания (см. рис.1), наличие температурного градиента в кристалле приводит к изгибу отражающих атомных плоскостей, вследствие чего уширяются кривые качания и интенсивность отражающего пучка увеличивается до насыщения за счет проходящего пучка. Дальнейшее увеличение величины температурного градиента приводит к уменьшению интенсивности отражающего пучка, несмотря на то, что полуширины кривых качания отражающих атомных плоскостей монотонно увеличиваются.

Результаты исследований показывают, что по мере увеличения величины температурного градиента, созданного в монокристалле кварца, радиус изгиба отражающих атомных плоскостей уменьшается, и при определенных величинах радиуса изгиба имеет место полная переброска рентгеновского излучения от направления прохождения в направление отражения.

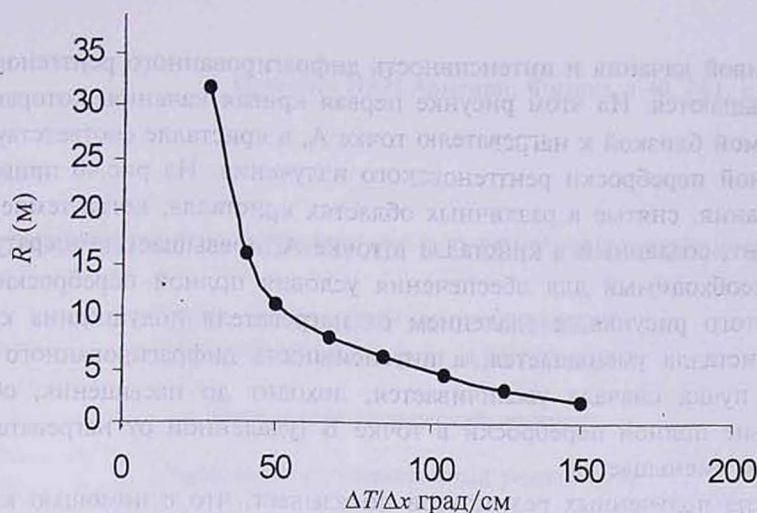


Рис.3. Зависимость радиуса кривизны отражающих атомных плоскостей ( $10\bar{1}1$ ) монокристалла кварца толщиной 1.55 мм от величины температурного градиента.

В дальнейшем, для изучения деформационного поля кристаллической решетки, т.е. градиента деформации в различных областях кристалла, снимались кривые качания отражающих атомных плоскостей на разных расстояниях от нагревателя. Как видно из рис.4а, с удалением от нагревателя, полуши-

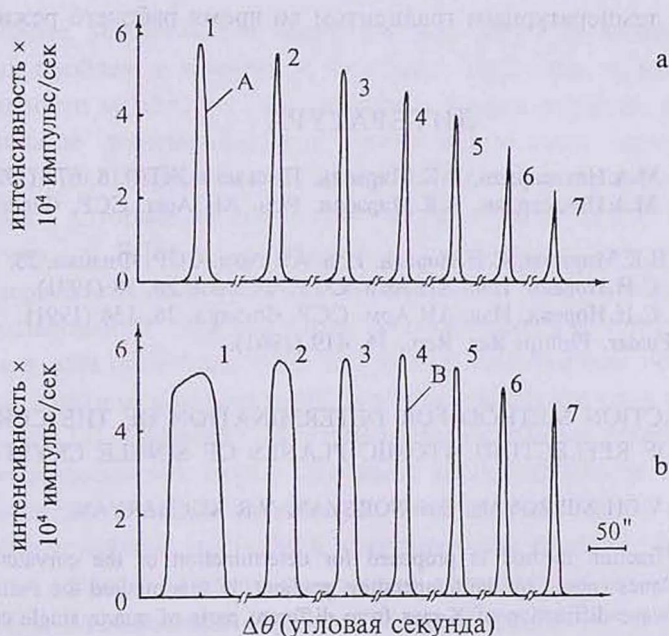


Рис.4. Кривые качания отражающих атомных плоскостей ( $10\bar{1}1$ ) монокристалла кварца на разных расстояниях от нагревателя по направлению нормали отражающих атомных плоскостей при обеспечении условия полной переборки (а) в точке А и (б) в точке В: 1)  $l=2$  мм, 2)  $l=3.5$  мм, 3)  $l=5$  мм, 4)  $l=6.5$  мм, 5)  $l=8$  мм, 6)  $l=9.5$  мм, 7)  $l=11$  мм.

ширина кривой качания и интенсивность дифрагированного рентгеновского пучка уменьшаются. На этом рисунке первая кривая качания, которая снималась в самой близкой к нагревателю точке А, в кристалле соответствует условию полной переброски рентгеновского излучения. На рис.4б приведены кривые качания, снятые в различных областях кристалла, когда температурный градиент, созданный в кристалле в точке А, превышает температурный градиент, необходимый для обеспечения условия полной переброски. Как видно из этого рисунка, с удалением от нагревателя полуширина кривой качания кристалла уменьшается, а интенсивность дифрагированного рентгеновского пучка сначала увеличивается, доходит до насыщения, обеспечивая условие полной переброски в точке В (удаленной от нагревателя на 8мм), а затем уменьшается.

Анализ полученных результатов показывает, что с помощью кривых качания, снятых в различных областях кристалла, можно определить радиус изгиба отражающих атомных плоскостей и тем самым определить градиент деформации в кристалле. С помощью формы кривых качания и коэффициента усиления можно определить температуру кристалла в зависимости от координаты по направлению нормали отражающих атомных плоскостей, когда известна температура на одном конце кристалла по данному направлению. Результаты данных исследований можно использовать в микроэлектронике как метод экспрессного определения деформационного поля в кристалле, вызванного температурным градиентом во время рабочего режима монокристалла.

## ЛИТЕРАТУРА

1. А.Р.Мкртчян, М.А.Навасардян, В.К.Мирзоян. Письма в ЖТФ, 8, 677 (1982).
2. А.Р.Мкртчян, М.А.Навасардян, В.К.Мирзоян. Изв. АН Арм. ССР, Физика, 21, 340 (1986).
3. А.Р.Мкртчян, В.К.Мирзоян, С.Н.Нореян. Изв. АН Арм. ССР, Физика, 25, 51 (1990).
4. В.К.Мирзоян, С.Н.Нореян. Изв. АН Арм. ССР, Физика, 26, 38 (1991).
5. В.К.Мирзоян, С.Н.Нореян. Изв. АН Арм. ССР, Физика, 26, 154 (1991).
6. P.Penning, D.Polder. Phillips Res. Rep., 16, 419 (1961).

## X-RAY DIFFRACTION METHOD FOR DETERMINATION OF THE CURVATURE RADIUS OF REFLECTING ATOMIC PLANES OF SINGLE CRYSTALS

V.GH. MIRZOYAN, S.N. NOREYAN, V.R. KOCHARYAN

An X-ray diffraction method is proposed for determination of the curvature radius of reflecting atomic planes caused by the temperature gradient. In this method the swinging curves plotted at the two-wave diffraction of X-rays from different parts of quartz single crystal in the Laue geometry are used.