ISSN 0002-306Х. Изв. НАН РА и ГИУА. Сер. ТН. 2014. Т. LXVII, № 3.

УДК 537. 531

МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ

А.О. АБОЯН

РЕНТГЕНОИНТЕРФЕРОМЕТРИЧЕСКОЕ ИЗОБРАЖЕНИЕ ДИСЛОКАЦИЙ В ЗАВИСИМОСТИ ОТ НАПРАВЛЕНИЯ ПАДЕНИЯ ПЕРВИЧНОГО ПУЧКА В КРАТНЫХ ИНТЕРФЕРОМЕТРАХ

Топографическим и интерферометрическим методами исследовано изображение дислокаций в зависимости от направления падения первичного пучка от семейства и ориентации отражающих плоскостей. Теоретическими расчетами подтверждены экспериментальные результаты. Показано, что периоды муаровых картин, созданных дислокацией, зависят от направления падения первичного пучка.

Ключевые слова: топографические и интерферометрические картины, кристалл кремния, трехкристальный двукратный интерферометр, дислокация, муаровые картины, полосы сегрегации.

Введение. Как известно [1-4], рентгеновские интерферометры чрезвычайно чувствительны к структурным ориентационным нарушениям в кристаллах. Однако однозначная интерпретация рентгеноинтерферометрических изображений структурных несовершенств в кристаллах в общем случае представляет собой довольно сложную задачу. Сложность расшифровки этих картин обусловлена не только тем, что они сильно зависят от условий эксперимента, а именно – спектрального состава, коллимации первичного излучения и параметров интерферометра, но и тем, что высокая чувствительность рентгеноинтерферометрических приборов способствует тому, что даже ничтожные деформации различного рода и ориентационные изменения кристаллических решеток приводят к заметным изменениям рентгеноинтерферометрических картин. Из–за наложения друг на друга различных элементарных интерференционных картин общая интерференционная картина осложняется.

Необходимо различать топографические изображения несовершенств в кристаллах от рентгеноинтерферометрических картин этих несовершенств.

Топографические картины, позволяющие прямое наблюдение дефектов в кристаллах, являются прямыми изображениями несовершенств, а интерферометрические картины представляют собой интерференционные узоры, вызванные полем деформации нарушений кристаллической решетки; будучи внешне не похожими на области искажений, эти картины дают возможность судить о них. Однако разрешение и чувствительность интерферометрических методов гораздо больше, чем топографических, более того, топографическими методами трудно обнаружить однородные деформации в отдельных кристаллах. С другой стороны, кроме перечисленных зависимостей, интерферометрические картины несовершенств зависят от того, падает ли первичный пучок со стороны первого или последнего кристалла, и от ориентации данного семейства отражающих плоскостей, что также сильно осложняет однозначную интерпретацию этих картин.

Целью настоящей работы является исследование топографических и интерферометрических изображений дислокаций в зависимости от направления падения первичного пучка в кратных интерферометрах и ориентации отражающих плоскостей кристалла.

Кратность интерферометра, как увидим ниже, определяется числом семейств отражающих плоскостей, принадлежащих одному и тому же комплексу симметрично эквивалентных плоскостей, удобно расположенных (ориентированных) для получения отражений.

1. Экспериментальное исследование изображений несовершенств кристаллов в зависимости от направления падения первичного пучка в кратных интерферометрах. Изображения дислокаций были исследованы в изготовленном из кристаллов кремния трехкристальном ЛЛЛ интерферометре, взаимно перпендикулярные семейства отражающих плоскостей (110) и (1 $\overline{1}$ 0) которого были ориентированы так, как показано на рис. 1. Исследовано изображение дислокаций в зависимости от направления падения первичного пучка и ориентации отражающих плоскостей. Получены интерферометрические топограммы отражения 220, когда первичная волна падает на первый (рис. 1а, 2а) и третий кристаллы (рис. 16, 26). Получены также интерферометрические топограммы отражением $2\overline{20}$, когда первичная волна падает на первый (рис. 1в, 2в) и третий кристаллы (рис. 1г, 2г). Для получения интерферометрических топограмм были закрыты (задержаны) все пучки, выходящие из интерферометра, за исключением пучка *T* (рис. 1а– г).



Рис. 1. Трехкристальный двукратный интерферометр: отражение 220, первичный пучок падает: а – слева, б – справа; отражение 220, первичный пучок падает: в – слева, г – справа

Как видно из рис. 2а –г, изображения дислокаций сильно зависят как от направления падения первичного пучка, так и от ориентации отражающих плоскостей. Более того, из этих картин трудно восстановить вид, ориентацию и месторасположение дислокаций. Из рис. 2а, б видно, что дислокации создали как дилатационные, так и ротационные искажения относительно плоскости (110), а изображения на рис. 2в и г показали, что они создали очень сложную деформационную картину относительно плоскости (1 $\overline{10}$).



Рис. 2. Интерферометрические топограммы отражения 220 и (2 2 0): отражение 220, первичный пучок падает: а – слева, б – справа; отражение (2 2 0), первичный пучок падает: в – слева, г – справа

Для определения вида и места нахождения дислокаций нами использован простой топографический метод. С целью выяснения, в каком блоке расположены дислокации, и определения их вида нами получены топограммы после первого, второго и третьего кристаллов. В случае, когда первичная волна падает на первый кристалл, предварительно закрыв (задержав) ее после прохождения через первый кристалл, получены топограммы после первого, второго и третьего кристаллов; когда первичная волна падала на третий кристалл, предварительно закрыв ее после прохождения через третий кристалл, получены топограммы после третьего, второго и первого кристаллов (рис. 3а, 4а).



Рис. 3. Изображение дислокации, полученной отражением 220 (а - первичный пучок падает на первый кристалл): б, в и г - после первого, второго и третьего кристаллов соответственно



Рис. 4. Изображение дислокации, полученной отражением 220 (а - первичный пучок падает со стороны третьего кристалла): б, в и г - после третьего, второго и первого кристаллов соответственно

Эти топограммы, приведенные на рис. 36 –г и рис. 46 –г, показывают, что когда первичная волна падает на первый кристалл, то изображение дислокаций получается как после первого, так и после второго и третьего кристаллов (рис. 36 – г), а когда падает на третий кристалл, то изображение дислокаций получается только после первого кристалла (рис. 46 – г). Таким образом, можем считать однозначно доказанным, что в нашем интерферометре есть только одна дислокационная линия, и то она расположена в первом кристалле (в первом блоке).

Неинтерферометрические топограммы были получены и с помощью плоскостей (1 $\overline{1}$ 0). В этом случае как на интерферометрических (рис. 2в, г), так и на неинтерферометрических топограммах картины осложняются тем, что на изображение дислокаций налагаются линии сегрегации (рис. 2в, г; 5б – г; 6б– г).



Рис. 5. Изображение дислокации, полученной отражением 220 (а - первичный пучок падает со стороны первого кристалла): б, в и г – после первого, второго и третьего кристаллов соответственно



Рис. 6. Изображение дислокации, полученной отражением 220 (а - первичный пучок падает со стороны третьего кристалла): б, в и г – после третьего, второго и первого кристаллов соответственно

Для дальнейшего обсуждения вопроса полезно учесть следующие факторы [5-9]:

- контраст (видимость) дислокационной линии сильно зависит от ориентации вектора Бюргерса относительно отражающих плоскостей: дислокация дает максимальный контраст, когда вектор Бюргерса перпендикулярен отражающим плоскостям, и она невидима, когда этот вектор параллелен отражающим плоскостям;

 контраст полос сегрегации зависит от ориентации отражающих плоскостей относительно оси роста кристалла: они наблюдаются с максимальным контрастом, когда дифракционный вектор параллелен оси роста кристалла; когда же дифракционный вектор перпендикулярен оси роста, то полосы сегрегации невидимы;

 когда в сегрегированных областях кристалла одновременно имеются и выделения, то полосы сегрегации наблюдаются независимо от величины угла между дифракционным вектором и осью роста кристалла.

Как видно из рис. 2а - г, интерференционные картины, полученные от плоскостей (110) и (1 $\overline{10}$) во втором порядке отражения, зависят от того, падает ли первичная волна на первый или третий кристалл. Казалось бы, при симметричных Лауэ-отражениях интерферометрическая картина не должна зависеть от падения первичной волны на первый или третий кристалл, так как в обоих случаях облучаются одни и те же места кристаллов интерферометра, однако при наличии дефектов в блоках интерферометра происходит смещение дифрагированных пучков, зависящих от направления падения первичной волны. В таких случаях интерференционная картина зависит от направления падения, как это показано экспериментально на рис. 2а – г. В этом легко убедиться при помощи графического способа исследования расположения волновых векторов в обратном пространстве.

2. Теоретическое (графическое) исследование зависимости изображения несовершенств кристаллов от направления первичного пучка. Рассмотрим двухкристальный ЛЛ интерферометр с симметричными отражениями, межплос-

костные расстояния отражающих плоскостей первого кристалла которого отличаются от межплоскостных расстояний отражающих плоскостей второго кристалла (рис. 7).

Покажем, что в таком интерферометре при обращении направления первичного пучка, т.е. в зависимости от того, падает ли первичный пучок на первый кристалл (рис. 7 слева) или второй (рис. 7 справа), для периодов муаровых картин получаем разные значения, причем если $d_1 > d_2$, то при падении первичного пучка со стороны первого кристалла периоды муаровых полос Δ_1 получаются меньше, чем при падении со стороны второго кристалла Δ_2 .



Рис. 7. Ход лучей в двухкристальном интерферометре при падении первичного пучка со стороны первого и второго кристаллов



Рис. 8. Расположение волновых векторов в двухкристальном интерферометре в случае $d_1 > d_2$ при падении первичного пучка: а – со стороны первого кристалла, б – со стороны второго кристалла

Этот важный результат, впервые полученный нами, дает возможность найти знак разности $d_1 - d_2 = \Delta d$, измерив Δ_1 и Δ_2 , и, следовательно, величину и месторасположение дилатационного искажения.

Перейдем к доказательству этого положения. Допустим, что первичная волна с волновым вектором \vec{K}_0^{1i} падает со стороны первого кристалла под точным углом Брэгга на отражающие плоскости первого кристалла (см. рис. 8a и 11).

Тогда из первого кристалла выходят волны с волновыми векторами \vec{K}_{0}^{1t} и \vec{K}_{h}^{1t} , которые отчасти налагаются друг на друга на входной поверхности второго кристалла. Однако, так как межплоскостные расстояния отражающих плоскостей второго кристалла отличаются от межплоскостных расстояний первого кристалла, то волны с волновыми векторами \vec{K}_{0}^{1t} и \vec{K}_{h}^{1t} падают на отражающие плоскости второго кристалла под углами скольжения, отличающимися от точного угла Брэгга отражающих плоскостей второго кристалла. В рассматриваемом случае из второго кристалла в направлении падения выходят волны с волновыми векторами \vec{K}_{00}^{1t} и \vec{K}_{hh}^{1t} , а в направлении отражения – волны с волновыми векторами \vec{K}_{0h}^{1t} и \vec{K}_{hh}^{1t} .

Таким образом, для периода муаровых картин, когда первичная волна падает со стороны первого кристалла, получим

$$\Delta_2 = \frac{\cos \theta_2}{\Delta H} \,. \tag{1}$$

Действительно, как видно из рис. 8a и 12, в этом случае период муаровых полос равен

$$\Delta_2 = \frac{1}{\left|\vec{K}_{h0}^{1t} - \vec{K}_{0h}^{1t}\right|} = \frac{1}{\left|\vec{K}_{00}^{1t} - \vec{K}_{hh}^{1t}\right|},$$

что с помощью рис. 12 можно привести к виду

$$\Delta_2 = \frac{1}{EF} = \frac{\cos \theta_2}{AB} = \frac{\cos \theta_2}{\Delta H},$$

где

$$\Delta H = H_2 O_2 - H_1 O_1.$$
286

Теперь допустим, что первичная волна \vec{K}_{0}^{2i} падает со стороны второго кристалла под точным углом Брэгга. Тогда из второго кристалла выходят волны с волновыми векторами \vec{K}_{0}^{2t} и \vec{K}_{h}^{2t} , которые падают на отражающие плоскости первого кристалла под углами скольжения, отличающимися от точного угла Брэгга отражающих плоскостей первого кристалла (см. рис. 86). В этом случае из первого кристалла выходят в направлении падения волны с волновыми векторами \vec{K}_{00}^{2t} и \vec{K}_{hh}^{2t} , а в направлении отражения – волны с волновыми векторами \vec{K}_{h0}^{2t} и \vec{K}_{h0}^{2t} . Таким образом, когда первичная волна падает на двух-кристальный интерферометр со стороны второго кристалла, для периода муаровых картин получаем (см. рис. 12)

$$\Delta_1 = \frac{\cos \theta_1}{\Delta H}.$$
(2)

Как видно из (1) и (2), при разных межплоскостных расстояниях отражающих плоскостей первого и второго кристаллов двухкристального интерферометра период муаровых картин, полученных от этого интерферометра, действительно зависит от направления падения первичной волны, т.е. от того, какое из межплоскостных расстояний этих двух кристаллов больше.

На рис. 9 показано расположение волновых векторов для случая, когда точки O_1 и O_2 обратных решеток первого и второго кристаллов совпадают друг с другом. Как видно из этого рисунка, и в этом случае для Δ_1 и Δ_2 получаются значения (1) и (2).



Рис. 9. Расположение волновых векторов для случая, когда точки 0₁ и 0₂ обратных решеток первого и второго кристаллов совпадают друг с другом

Теперь перейдем к рассмотрению трехкристального интерферометра. Исследуем случаи, когда:

а) межплоскостные расстояния первого и второго кристаллов одинаковы, а расстояние третьего кристалла – отличается от них: $d_1 = d_2 \neq d_3$;

б) межплоскостные расстояния второго и третьего кристаллов одинаковы, а расстояние первого кристалла – отличается от них: $d_1 \neq d_2 = d_3$;

в) межплоскостные расстояния первого и третьего кристаллов одинаковы, а расстояние второго кристалла – отличается от них: $d_1 = d_3 \neq d_2$.

Нетрудно убедиться в том, что случаи "а" и "б" соответствуют двухкристальному интерферометру, когда межплоскостные расстояния отражающих плоскостей его первого и второго кристаллов отличаются друг от друга, причем если случай "а" соответствует тому, что первичная волна падает со стороны первого кристалла, то случай "б" соответствует падению первичной волны со стороны второго кристалла. Можно показать, что и в случаях "а" и "б" двухкристального интерферометра период муаровых картин зависит от того, падает ли первичная волна со стороны первого или третьего кристалла (см. рис. 10). На рис. 10а показан случай, когда межплоскостные расстояния отражающих плоскостей первого и второго кристаллов одинаковы, а расстояние третьего кристалла – меньше их: $d_1 = d_2 > d_3$, а на рис. 11 - расположение волновых векторов волн, дифрагированных в трехкристальном интерферометре. Как видно из этих рисунков, когда на первый кристалл точно под углом Брэгга падает волна с волновым вектором \vec{K}_0^i , то из этого кристалла выходят волны с волновыми векторами \vec{K}_0^t и \vec{K}_h^t , которые под точным углом Брэгга падают на второй кристалл, откуда также под углом Брэгга выходят волны с волновыми векторами \vec{K}_{0h}^{t} и \vec{K}_{hh}^{t} , налагающиеся друг на друга на входной поверхности третьего кристалла, из которого выходят волны с волновыми векторами \vec{K}_{0hh}^{t} , \vec{K}_{hh0}^{t} , \vec{K}_{hhh}^{t} и \vec{K}_{0h0}^{t} . Так как межплоскостные расстояния третьего кристалла отличаются от межплоскостных расстояний первого и второго кристаллов, то волны \vec{K}_{0h}^{t} и \vec{K}_{hh}^{t} падают на отражающие плоскости третьего кристалла под углами, отличающимися от точного угла Брэгга этих плоскостей.





Рис. 10. Расположение волновых векторов в трехкристальном интерферометре в случае $d_1 = d_2 > d_3$ при падении первичного пучка: a - coстороны первого кристалла, $\delta - co$ стороны третьего кристалла

Рис. 11. Расположение волновых векторов в трехкристальном интерферометре в случае d₂=d₃>d₁

В результате волновые векторы \vec{K}_{0hh}^{t} и \vec{K}_{hh0}^{t} несколько отличаются направлениями, что приводит к возникновению муаровых картин. Аналогичная картина возникает между волновыми векторами \vec{K}_{0h0}^{t} и \vec{K}_{hhh}^{t} .

На рис. 10б показан случай, когда межплоскостные расстояния второго и третьего кристаллов одинаковы, а расстояние первого – меньше их: $d_1 < d_2 = d_3$.

Нетрудно убедиться в том, что рассматриваемый случай соответствует случаю "а", когда первичная волна падает со стороны третьего кристалла (рис. 10б). Поэтому здесь мы рассмотрим геометрию, когда первичная волна в случае "а" падает со стороны третьего кристалла. Расположение волновых векторов для этого случая показано на рис. 10б. Как видно, при геометрии $d_1 < d_2 = d_3$ период муаровых полос больше, чем при $d_1 = d_2 > d_3$. Действительно, как видно

из рис. 10а, б и 12, для периодов Δ_a (при падении со стороны первого кристалла) и Δ_{δ} (при падении со стороны второго кристалла) получаются выражения, аналогичные (1) и (2).







Рис. 13. Расположение волновых векторов в трехкристальном интерферометре в случае $d_1 = d_3 > d_2$

Теперь перейдем к исследованию случая "в": $d_1 = d_3 > d_2$. Расположение волновых векторов для этого случая показано на рис. 13. Это симметричный случай, когда отражающие плоскости крайних (первого и третьего) кристаллов имеют одинаковые межплоскостные расстояния, которые отличаются от межплоскостного расстояния среднего (второго) кристалла. Здесь под точным углом Брэгга на первый кристалл падает первичная волна \vec{K}_0^i , а выходящие из этого кристалла волны \vec{K}_0^t и \vec{K}_h^t падают на второй кристалл под углами, отличающимися от точного угла Брэгга. Волны с волновыми векторами \vec{K}_{0h}^t и \vec{K}_{hh}^t , выходящие из второго кристалла, падают на третий кристалл не под точным углом Брэгга, поэтому углы между волновыми векторами \vec{K}_{hh0}^t и \vec{K}_{0hh}^t , а также между \vec{K}_{0h0}^t и \vec{K}_{hhh}^t гораздо больше, чем в случаях "а" и "6", т.е. в рассматриваемом случае периоды муаровых картин не зависят от направления падения первичной волны (рис. 13). Из рис. 13 видно, что в случае "в" независимо от того, первичная волна падает со стороны первого или третьего кристалла, для периодов муаровых картин получаем

$$\Delta_{s} = \frac{1}{\left|\vec{K}_{0hh}^{t} - \vec{K}_{hh0}^{t}\right|} = \frac{1}{\left|\vec{K}_{0h0}^{t} - \vec{K}_{hhh}^{t}\right|}$$

Таким образом, приходим к следующим важным выводам:

1. В двухкристальных интерферометрах, когда межплоскостные расстояния отражающих плоскостей первого и второго кристаллов отличаются друг от друга, период муаровых картин зависит от того, падает ли первичная волна со стороны первого или последнего кристалла.

2. В трехкристальных интерферометрах, когда межплоскостные расстояния отражающих плоскостей первых двух (первого и третьего) кристаллов одинаковы, но отличаются от межплоскостных расстояний оставшегося (третьего или первого) кристалла, период муаровых картин зависит от того, падает ли первичная волна со стороны первого или третьего кристалла.

3. В трехкристальных интерферометрах, в которых межплоскостные расстояния первого и третьего кристаллов одинаковы, но межплоскостные расстояния второго кристалла отличаются от них, период муаровых картин не зависит от того, падает ли первичная волна со стороны первого или третьего кристалла.

4. Изменения периодов муаровых картин, указанные в пунктах "а" и "б", имеют следующий характер: в случае, когда первичная волна падает на интерферометр со стороны кристалла, межплоскостное расстояние отражающих плоскостей которого больше, чем межплоскостное расстояние выходного кристалла, периоды муаровых картин получаются меньше, чем в случае, когда первичная волна падает со стороны кристалла с меньшим межплоскостным расстоянием.

5. Как видно из рис. 2а - г, линии сегрегации отражением от плоскости (110) не получаются, а от плоскости (1 $\overline{10}$) - получаются, следовательно, во-первых, дифракционный вектор $2\overline{20}$ отражения параллелен оси роста кристалла, а дифракционный вектор отражения 220 - перпендикулярен этой оси; во-вторых, в кристаллах интерферометра в областях сегрегации выделения отсутствуют.

6. Как видно из рис. 2а и б (см. пункт 4), когда первичная волна падает на интерферометр со стороны кристалла, межплоскостные расстояния которого больше, периоды муаровых картин уменьшаются, а когда первичный пучок падает со стороны кристалла с меньшим межплоскостным расстоянием, то периоды муаровых картин увеличиваются, что находится в согласии с теоретическими данными.

Исходя из вышеизложенного, предложен метод определения знака и месторасположения дилатационных нарушений в рентгеноинтерферометрических системах.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- 1. Bons U., Hart M. // Appl. Phys. Letters. -1965. V. 6. -P. 155 -156.
- 2. Абоян А.О. // Известия НАН Армении. Физика. 2012. Т. 47.- С. 56 -63.
- 3. Aboyan A.O. // Proceedings of Engineering Academy of Armenia.-2010.-V.7.- P. 503-507.
- Абоян А.О., Дрмеян Г.Р. Вестник Инженерной академии Армении. 2009.- Т. 6, N2.- С. 269-277.
- 5. Schwuttke G.H. // J. Appl. Phys.-1962.- V. 33.- P. 2760 2768.
- 6. Schwuttke G.H.. // J. Electrochem. Soc. 1962. V. 109.- P. 27-35.
- 7. Schwuttke G.H. // J. Electrochem. Soc.-1961.- V. 108.- P. 163-170.
- 8. Struthers J.D. // J. Appl. Phys.-1956.- V. 97.- P. 1560 -1564.
- 9. Spitzer W.G., Trumbore F.A., Logan R.A. // J. Appl. Phys.-1961.- V. 32.- P.1822 –1828.

ГИУА (ПОЛИТЕХНИК). Материал поступил в редакцию 05.05.2014.

Ա.Հ. ԱԲՈՅԱՆ

ԴԻՍԼՈԿԱՑԻԱՆԵՐԻ ՌԵՆՏԳԵՆԱԻՆՏԵՐՖԵՐԱՉԱՓԱԿԱՆ ՊԱՏԿԵՐԸ՝ ԿԱԽՎԱԾ ԲԱԶՄԱՊԱՏԻԿ ԻՆՏԵՐՖԵՐԱՉԱՓՆԵՐՈՒՄ ԱՌԱՋՆԱՅԻՆ ՓՆՋԻ ԱՆԿՄԱՆ ՈՒՂՂՈՒԹՅՈՒՆԻՑ

Տեղագրական և ինտերֆերաչափական մեթոդներով հետազոտվել է դիսլոկացիաների պատկերի կախվածությունն առաջնային փնջի անկման ուղղությունից, անդրադարձնող հարթությունների ընտանիքից և կողմնորոշումից։ Տեսական հաշվարկներով հաստատվել են փորձնական արդյունքները։ Ցույց է տրվել, որ դիսլոկացիաներով առաջացրած մուարի պատկերների պարբերությունները կախված են առաջնային փնջի անկման ուղղությունից։

Առանցքային բառեր. տեղագրական և ինտերֆերաչափական պատկերներ, սիլիցիումի բյուրեղ, կրկնակի եռաբյուրեղ ինտերֆերաչափ, դիսլոկացիա, մուարի պատկերներ, սեգրեգացիայի շերտեր։

A.O. ABOYAN

THE X - RAY INTERFEROMETRIC IMAGE OF DISLOCATIONS DEPENDING ON THE DIRECTION OF INCIDENCE OF THE PRIMARY BEAM IN MULTIPLE INTERFEROMETERS

The image of dislocations depending on the direction of the primary beam incidence, and on the family and orientation of the reflecting planes is investigated by topographic and interferometric methods. The obtained experimental results are confirmed by theoretical calculations. It is shown that the periods of Moire patterns created by dislocations, depend on the direction of the primary beam incidence.

Keywords: topographic and interferometric pictures, silicon crystal, double three crystal interferometer, dislocations, moire patterns, segregation lines.