

© 1998 р. М.Д. Раранський, І.М. Фодчук, С.М. Новіков,
С.В. Бобровник, П.Є. Мармус

Чернівецький державний університет ім.Ю.Федьковича, Чернівці

ДИФРАКЦІЙНІ ЗОБРАЖЕННЯ МІКРОДЕФЕКТІВ НА СЕКЦІЙНИХ ТОПОГРАМАХ В АКУСТИЧНО ЗБУДЖЕНОМУ КРИСТАЛІ

На основі чисельного розв'язку системи рівнянь Такагі досліджено вплив параметрів поперечної ультразвукової хвилі на формування дифракційного контрасту мікродефектів на секційних топограмах, а також на інтегральні характеристики структурної досконалості реальних кристалів.

The influence of ultrasonic cross wave on the formation of the diffraction microdefect's images on section topograms, as well as on integral characteristics of real crystal structural imperfection are investigated. The research was carried out on the basis of numerical solution algorithm of Takagi equations.

На даний час проведено досить багато експериментальних і теоретичних робіт по дифрактометрії і топографії акустично збуджених кристалів з мікродефектами, в яких ультразвукове деформаційне поле використовувалось для розділення когерентної і дифузної складових розсіяння [1-8]. Це дозволило оцінити як розміри, так і концентрацію точкових дефектів у кристалах Si після відпау.

Метою даної роботи є дослідження впливу параметрів ультразвуку, як своєрідного зонду, на підсилення дифракційного контрасту і на збільшення розмірів дифракційної області проявлення мікродефектів, які є невидимими у звичайних умовах експерименту. Такі дослідження важливі з огляду на вивчення впливу комбінованих спотворень структури (короткодіючі поля деформацій від мікродефектів і макроскопічні пружні деформації від ультразвуку) на динамічне розсіяння рентгенівських променів.

Рівняння, що описують динамічне розсіяння рентгенівських променів у реальних кристалах є гіперболічними рівняннями в часткових похідних [9]. При наявності в кристалі неоднорідностей у вигляді локальних чи розподілених в об'ємі пружних деформацій характер рентгенівського хвильового поля, що розповсюджується у площині розсіяння, можна описати рівняннями Такагі, які в прямокутній системі координат $\{x, y, z\}$ мають вигляд [10]:

$$\begin{cases} \left(\frac{\partial}{\partial \tilde{z}} + \frac{\partial}{\partial \tilde{x}} \right) D_0 = -i\pi k C \chi_h^- D_h \\ \left(\frac{\partial}{\partial \tilde{z}} - \frac{\partial}{\partial \tilde{x}} \right) D_h = i\pi k C \chi_h D_0 + 2i\pi k \alpha(\vec{r}) D_h \end{cases}, \quad (1)$$

де D_0 і D_h - амплітуди заломленої і дифрагованої хвилі, $\tilde{x} = kx/\sin\theta$, $\tilde{z} = kz/\cos\theta$ - безрозмірні координати, k - модуль хвильового вектору падаючої на кристал хвилі, χ_h - коефіцієнти Фур'є-поляризуємості, θ - кут Брєга,

$$\alpha(\vec{r}) = \alpha_0 - 2 \left(\frac{\partial}{\partial \tilde{z}} + \frac{\partial}{\partial \tilde{x}} \right) \vec{H} \vec{U}(\vec{r}) = \alpha_0 - \alpha_u(z) -$$

функція розподілу локальних розорієнтацій, α_0 - відхилення від точного берегівського положення, \vec{H} - вектор дифракції, $\vec{U}(\vec{r})$ - вектор зміщення атомних площин, C - фактор поляризації.

У випадку одномірного акустичного поля [1]:

$$U = U(U_0 \cos(|\vec{k}_s| z + \psi), 0, 0), \quad (2)$$

де $\psi=0$ або $\pi/2$, \vec{k}_s - хвильовий вектор акустичної хвилі. Враховуючи (2) для $\alpha_u(\vec{r})$ отримаємо

$$\begin{aligned} \alpha_u(z) &= \frac{1}{k} |\vec{H}| |\vec{k}_s| U_0 \sin(|\vec{k}_s| z + \psi) = \\ &= P \sin(|\vec{k}_s| z + \psi). \end{aligned} \quad (3)$$

У загальному випадку система рівнянь (1) не має аналітичного розв'язку. Тому використовуються чисельні методи розв'язку диференціальних рівнянь. Принцип чисельного розрахунку полягає у рішенні задачі Коші для рівнянь в часткових похідних першого порядку. На даний час найбільш розповсюдженим є метод похідної на половині кроку інтегрування [10].

Моделювання проводились при наступних концентраціях мікродефектів: $n=6,2 \cdot 10^5 \text{ см}^{-3}$ - розподілених у певному порядку в різних площинах розсіяння і $n=2,5 \cdot 10^7 \text{ см}^{-3}$ - хаотично розподілених по кристалу. Такий вибір кількості і розміщення мікродефектів мав на меті створити

найбільш сприятливі умови для дослідження механізмів впливу параметрів ультразвукової хвилі на формування дифракційних зображень і на відбивну здатність кристалу. Товщина кристалу $t=300$ мкм. Орієнтація вхідної поверхні (001), відбивання (220) і (440) MoK_{α} і CuK_{α} -випромінювання. Включення задаються сферично симетричним пружним полем із зміщенням у вигляді:

$$\vec{u}(\vec{r}) = \frac{C_v}{r^3} \vec{r}, \quad (4)$$

де C_v - параметр деформації, який пропорційний об'єму когерентного сферичного включення.

Дослідження проводились в трьох областях довжин ультразвукового поля: довгохвильовій ($\lambda > \lambda_{рез}$), резонансній ($\lambda_{рез} = \lambda$) і короткохвильовій ($\lambda < \lambda_{рез}$).

Сумарне розорієнтаційне поле в цьому випадку матиме вигляд:

$$\alpha(\vec{r}) = \alpha_0 - \alpha_u - \alpha_m, \quad (5)$$

де α_m , α_u - функції локальних розорієнтацій для мікрodefектів і акустичного поля.

Резонансна ультразвукова дія, як слідує із секційних топограм рис.1-4 і відповідних просторових розподілів $I_h(x)$, суттєвим чином впливає не тільки на контраст (значно зростає видність), але й на розміри дифракційної області (збільшується приблизно на 10-20%) як при $\mu t = 0,44$ (рис.1а), так і при $\mu t = 4,4$ (рис.3а) за рахунок подавлення фону і когерентної складової розсіяння. Тому тут в більш повній мірі проявляються динамічна і кінематична складові зображення [6-8]. Збільшення амплітуди ультразвуку викликає, як видно з топограми рис.1в, не тільки розширення дифракційної області зображення мікрodefекту (другого знизу) перпендикулярно вектору дифракції, але й проявляє його тонку структуру, зображення якої буквально пронизує центральну екстинкційну смугу. Поява цієї смуги обумовлена осцилюючою залежністю періоду хвильового рентгенівського поля від амплітуди ультразвуку [1]. Аналогічна структура зображення також добре спостерігається і для мікрodefекту (третього знизу), який був до того малопомітним. Аналогічна картина має місце і для кристалу проміжної товщини (рис.3в), де значне подавлення інтенсивності спостерігається в центрі топограми. Тут тонка структура зображення виявляється у вигляді осцилюючого чорно-білого контрасту по ширині проміжної області розсіяння. Це пояснюється багатохви-

льовим характером взаємодії хвильових полів, які розповсюджуються в кристалі поза мікрodefектами і хвильовими полями, народженими на них. Внаслідок цього відбуваються різноманітні трансформації динамічної частини зображення. При цьому, ефект підсилення дифракційного контрасту суттєво різний для мікрodefектів, які знаходяться на різних глибинах в кристалі. Наприклад, ті мікрodefекти, які знаходяться біля вхідної поверхні кристалу і є майже непомітними (рис.2е, 4е) на топограмах при ультразвуковому збудженні кристалу стають значно контрастнішими (рис.2б, 4б - в центрі топограм).

Аналіз впливу довго- і короткохвильової областей ультразвукових коливань на формування дифракційного контрасту мікрodefектів не виявляє значних трансформацій зображення. В цілому спостерігається подавлення динамічної складової зображення. І тільки для мікрodefектів, які попадають в пучність рентгенівського і ультразвукового поля спостерігається характерний смугастий контраст в проміжній області зображення (рис.1д, ж). Таке зображення обумовлене накладанням екстинкційних контурів на проміжне зображення мікрodefекту.

Для кількісних оцінок структурної досконалості кристалів, як відомо, використовують аналіз просторових розподілів $I_h(x)$ інтегральної відбиваючої здатності кристалу, а також амплітудної залежності $I_h(U)$. Їх аналіз дає можливість вирішувати так звану пряму задачу рентгенівської дифракційної оптики - визначити тип, розміри і концентрацію мікрodefектів [2-4].

Як впливає з амплітудної залежності $I_h(U)$ на рис.5 наявність в кристалі мікрodefектів подавляє рентгеноакустичну взаємодію - зменшується глибина провалу в центрі просторового розподілу. Для розв'язання прямої рентгенодифракційної задачі проаналізуємо залежність інтегральної відбиваючої здатності кристалу від амплітуди ультразвуку на рис.5. Для цього використаємо співвідношення роботи [2]. Це дасть змогу розділити вклади дифузної і когерентної складових розсіяння і таким чином визначити інтегральні характеристики структурної досконалості кристалу: фактор Дебая-Валера L і коефіцієнт додаткових втрат енергії при дифузному розсіянні на дефектах μ_d . Згідно роботи [5] інтегральна інтенсивність є сумою когерентної і дифузної складових: $I_h = I_B + I_D$. Збудження в кристалі ультразвукових коливань приводить до

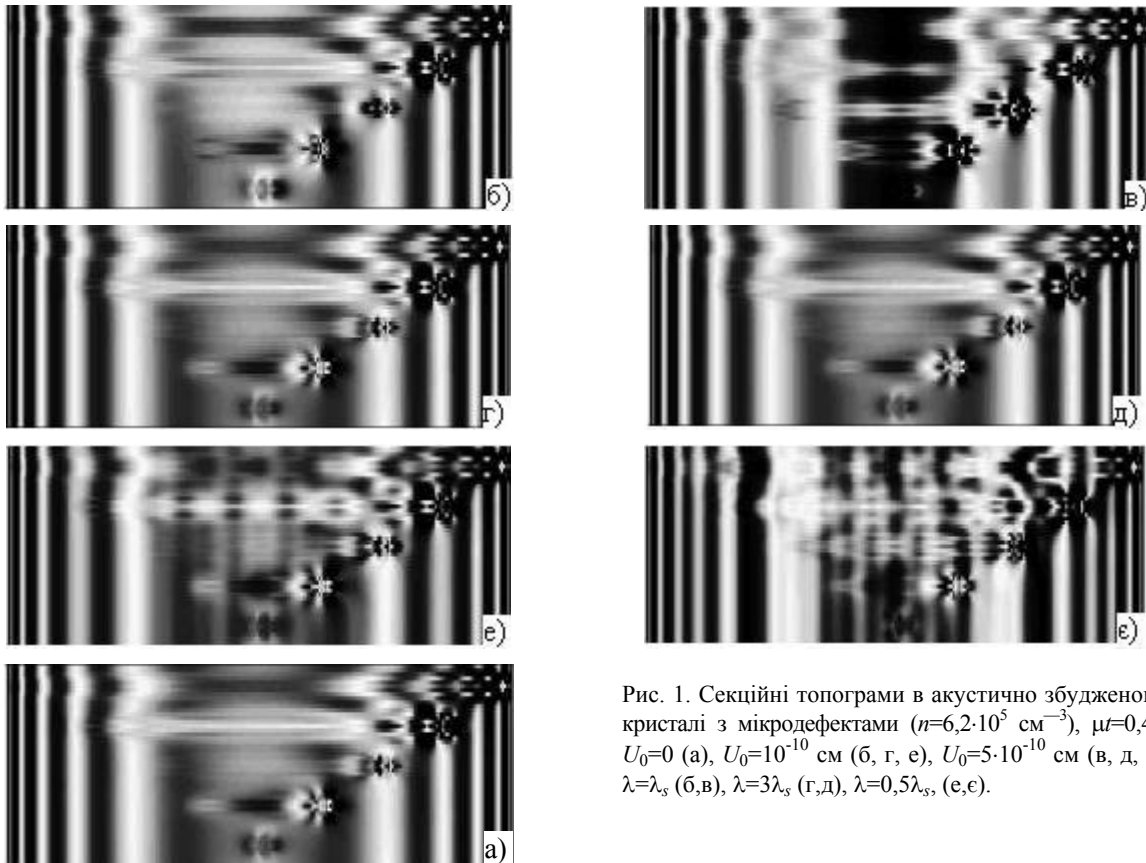


Рис. 1. Секційні топограми в акустично збудженому кристалі з мікродефектами ($n=6,2 \cdot 10^5 \text{ см}^{-3}$), $\mu t=0,44$: $U_0=0$ (а), $U_0=10^{-10}$ см (б, г, е), $U_0=5 \cdot 10^{-10}$ см (в, д, е). $\lambda=\lambda_s$ (б,в), $\lambda=3\lambda_s$ (г,д), $\lambda=0,5\lambda_s$ (е,е).

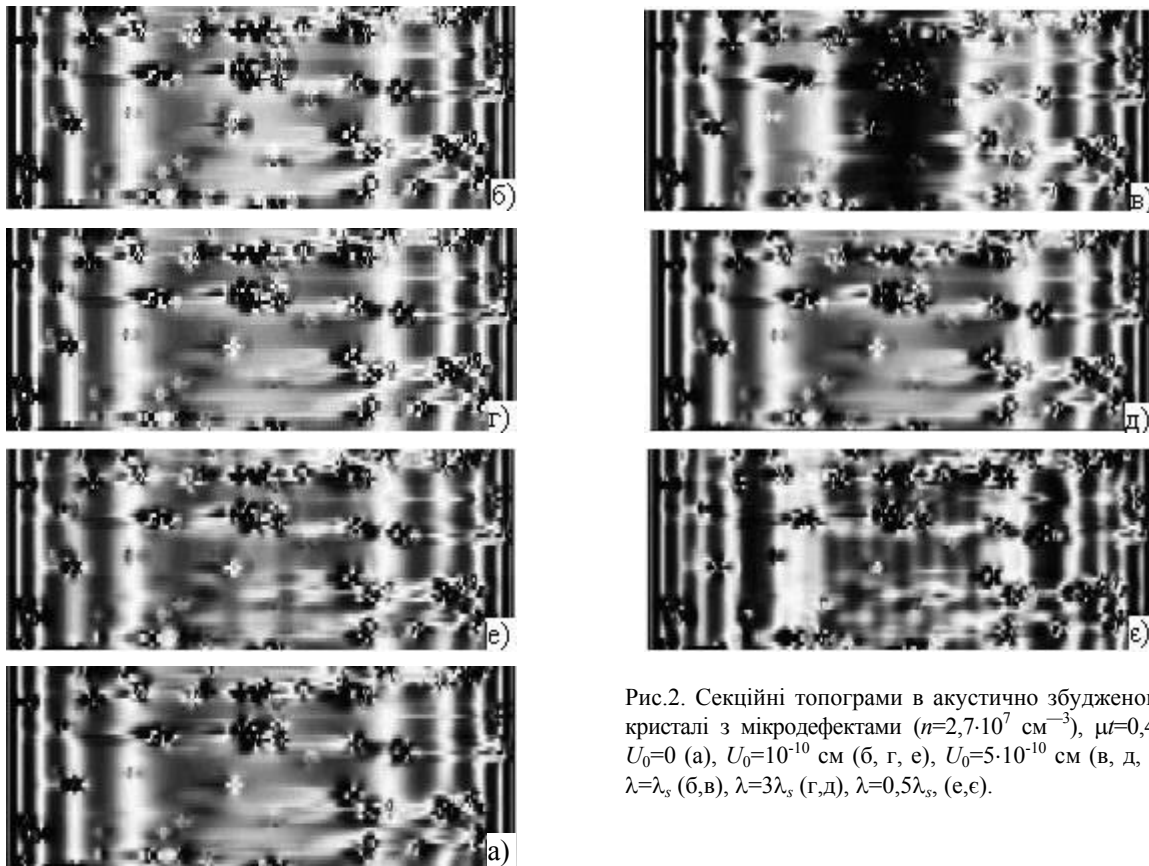


Рис.2. Секційні топограми в акустично збудженому кристалі з мікродефектами ($n=2,7 \cdot 10^7 \text{ см}^{-3}$), $\mu t=0,44$: $U_0=0$ (а), $U_0=10^{-10}$ см (б, г, е), $U_0=5 \cdot 10^{-10}$ см (в, д, е). $\lambda=\lambda_s$ (б,в), $\lambda=3\lambda_s$ (г,д), $\lambda=0,5\lambda_s$ (е,е).

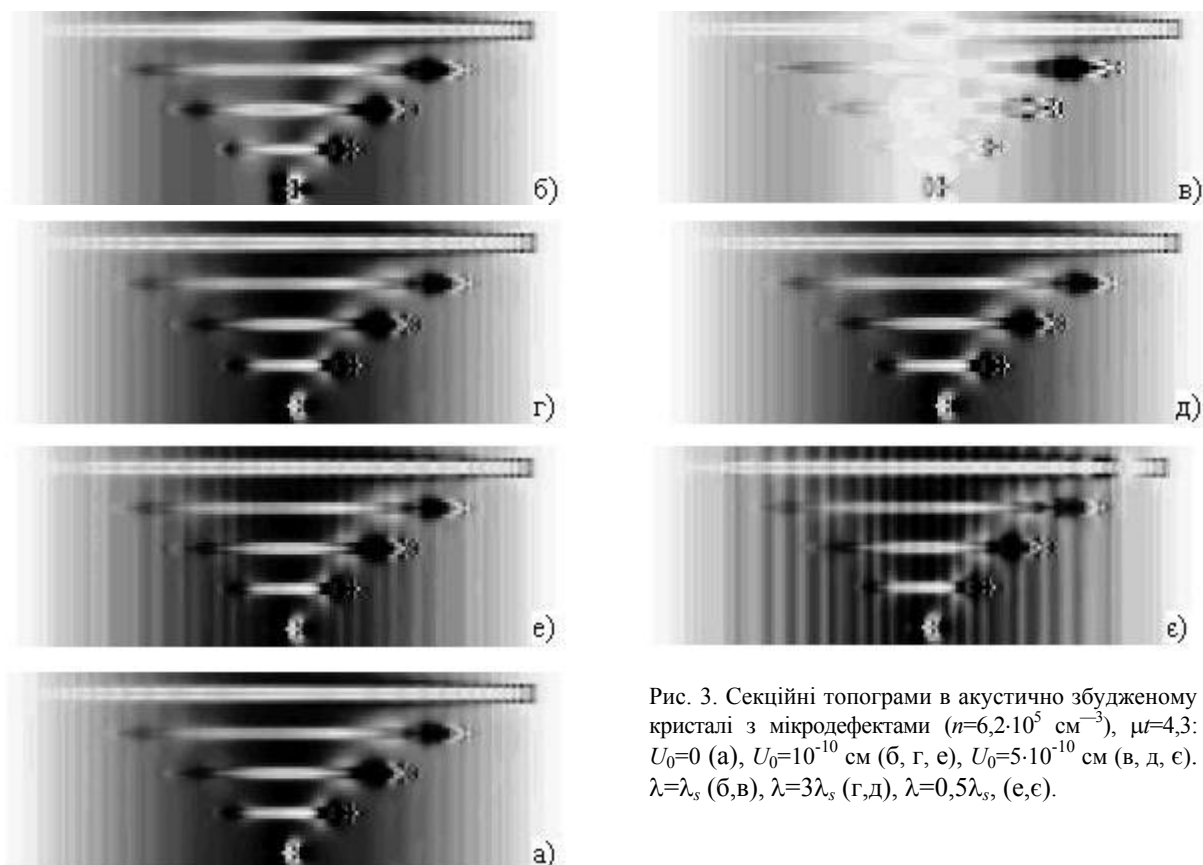


Рис. 3. Секційні топограми в акустично збудженому кристалі з мікроефектами ($n=6,2 \cdot 10^5 \text{ см}^{-3}$), $\mu=4,3$: $U_0=0$ (а), $U_0=10^{-10} \text{ см}$ (б, г, е), $U_0=5 \cdot 10^{-10} \text{ см}$ (в, д, е). $\lambda=\lambda_s$ (б,в), $\lambda=3\lambda_s$ (г,д), $\lambda=0,5\lambda_s$, (е,е).

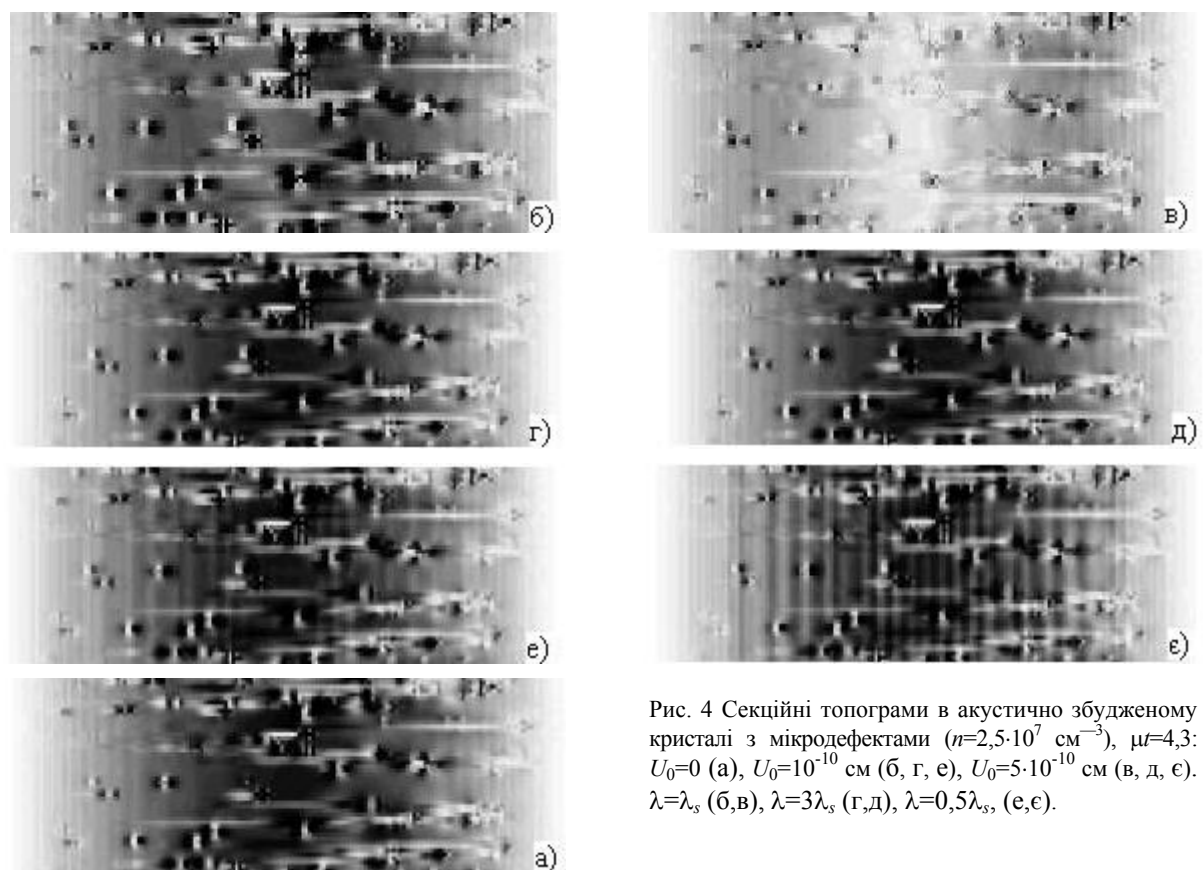


Рис. 4 Секційні топограми в акустично збудженому кристалі з мікроефектами ($n=2,5 \cdot 10^7 \text{ см}^{-3}$), $\mu=4,3$: $U_0=0$ (а), $U_0=10^{-10} \text{ см}$ (б, г, е), $U_0=5 \cdot 10^{-10} \text{ см}$ (в, д, е). $\lambda=\lambda_s$ (б,в), $\lambda=3\lambda_s$ (г,д), $\lambda=0,5\lambda_s$, (е,е).

подавлення аномального проходження [1]. Формально пригнічення ефекту Бормана можна описати заміною інтерференційного коефіцієнта μ_i поглинання на нормальний μ . Якщо товщина кристалу незначна ($\mu t \sim 3$), то фактор поглинання не дуже великий, і інтенсивність при подавленому ефекті Бормана має суттєву величину, хоча значно меншу, ніж при відсутності ультразвуку. Це слідує з кривих рис.5. Починаючи з деяких значень амплітуди ультразвуку інтенсивність $I_h(U)$ осцилює і повільно росте. Це явище пов'язане із збільшенням структурних факторів сателітів і характерне для тонкого кристалу [1], коли пригнічення ефекту Бормана не суттєве.

Для слабо спотвореного, достатньо товстого кристалу інтенсивність когерентної компоненти розсіювання I_B в центральній дельті Бормана може бути представлена, згідно [2] у вигляді:

$$I_B = \frac{I_0}{4} \frac{s}{2t \sin \theta} \sum_{\sigma, \pi} \Delta \theta e^{-\mu_i t / \gamma} e^{-z}, \quad (6)$$

де I_0 - інтенсивність первинного променя, s - ширина вхідного вікна детектора, $\Delta \theta = d / \Lambda$, d - міжплощинна відстань, Λ - екстинкційна довжина, $\mu_i = \mu(1 - C\varepsilon e^{-L})$ - інтерференційний коефіцієнт поглинання, $\varepsilon = \chi_{hi} / \chi_{oi}$, $z = \mu_d t / \gamma$, $\gamma = \cos \theta$.

Наявність в кристалі дефектів враховується в (6) множителем e^{-z} , який описує додаткові втрати енергії рентгенівських променів при дифузному розсіянні на дефектах, а також введенням в μ_i статичного фактора Дебая-Валера e^{-L} . Досить детальні дослідження впливу структурних дефектів на величину μ_i проведені в роботі [5]. Відповідна дифузна складова інтенсивності, що попадає у вікно детектора представляється наступним чином:

$$I_D = I_0 R_D s / 2t \sin \theta, \quad (7)$$

$$R_D = 2LQ(t/\gamma)e^{-h}(1 - e^{-z})/z,$$

де Q - кінематична відбивна здатність кристалу, $h = \mu t / \gamma$.

Зростаючи вітку залежності $I_h(U)$ можна досить задовільно апроксимувати прямою, перетин якої з віссю абсцис дає значення близьке до інтенсивності незбудженого ідеального кристалу при відсутності ефекту Бормана, тобто

$$I_p^* \approx 2I_p e^{-C\tilde{\varepsilon}\mu t / \gamma} = 2I_p e^{-C\tilde{\varepsilon}h}, \quad (8)$$

де I_p - вихідна інтенсивність. Множник 2 обумовлений наявністю двох хвильових полів, одне з яких в незбудженому ультразвуком кристалі

аномально сильно поглинається.

Подавлення слабким ультразвуковим полем когерентної складової I_B дозволяє розділити вклади в інтегральну інтенсивність I_h , так як дифузне розсіяння при не великих рівнях поглинання носить, в основному, кінематичний характер [4]. Тоді амплітудна залежність для слабо спотвореного кристалу подібна для такої в ідеальному кристалі:

$$I_d^* = I_B \sum_{\sigma, \pi} e^{-C\tilde{\varepsilon}h} + I_D. \quad (9)$$

При характерних значеннях L і μ_d інтенсивність когерентного розсіяння зменшується в основному внаслідок впливу фактора $e^{-z} \approx 1$, в той же час інтенсивність дифузного розсіяння залежить тільки від фактора L .

Залежність $I_p(U)$ для досконалого кристалу, як правило, отримують розрахунковим шляхом а в роботі [4] розроблено метод, який дозволяє без втрати інформативності обмежитися тільки виміром однієї амплітудної залежності для реального кристалу. Це досягається шляхом вибору такого рівня поглинання ($\mu t \approx 3$), при якому дефекти практично не міняють інтенсивність відбивання, тобто $I_p \approx I_d$. Тоді отримаємо:

$$\mu_d = -\frac{\gamma}{t} \ln \frac{1 - I_N}{1 - 2e^{-C\varepsilon h}}, \quad (10)$$

$$L = \frac{I_N - 2e^{-C\varepsilon h} e^{-z}}{1 - 2e^{-C\varepsilon h}} \frac{\Lambda}{4\pi^2 t (1 - e^{-z})} \sum_{\sigma, \pi} e^{C\varepsilon h}$$

У співвідношеннях (10) тільки один параметр $I_N = I_d^* / I_d$ визначається експериментально, або в нашому випадку вираховується.

З іншої сторони, параметри μ_d і L безпосередньо зв'язані з концентрацією n і радіусом R мікродфектів наступним чином:

$$\mu_d = 8\pi^2 \gamma^2 LR / \Lambda^2; \quad (11)$$

$$L = 8nR^{9/2} (\beta_0 H)^{3/2}.$$

Підставляючи $\beta_0 = 0,01$, $R = 2$ мкм і $n = 6,210^5$ см⁻³ із співвідношення (11) отримаємо, що $L_{440} = 1,6 \times 10^{-2}$, а $\mu_d = 4,3$ см⁻¹.

В той же час, використовуючи рис.5 та співвідношення (10) отримаємо відповідні значення інтегральних характеристик шляхом розв'язання, так званої, оберненої задачі - $L_{440} = 1,9 \times 10^{-2}$, $\mu_d = 8,5$ см⁻¹. Відзначимо їх задовільне співпадання.

Таким чином, вибрані певним чином пара-

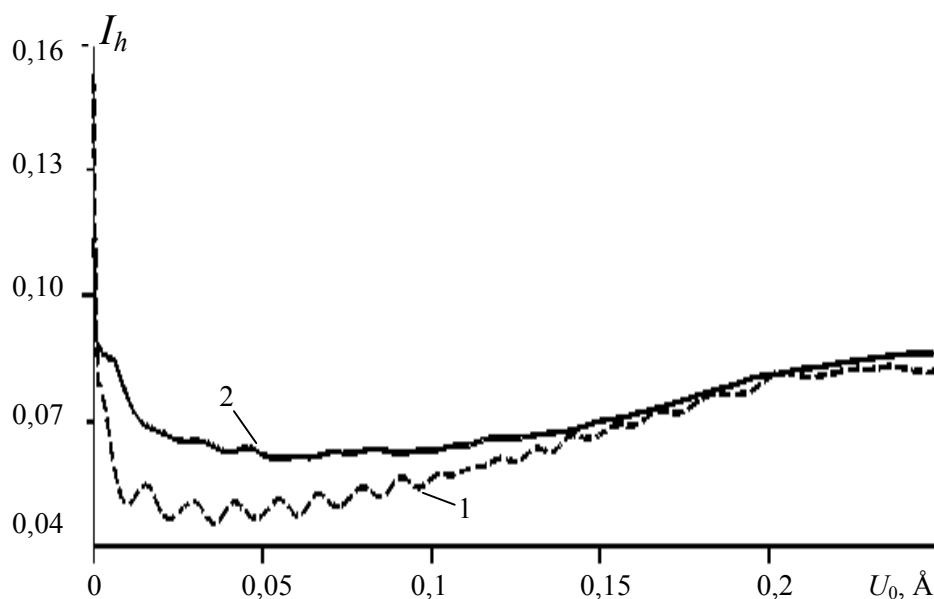


Рис. 5. Амплітудні залежності $I_h(U_0)$ при $\Lambda=\lambda_s$ в ідеальному кристалі (1), в кристалі з мікрodefektами (2). ($\mu t=3$). Відбивання (440), $\text{MoK}\alpha$ -випромінювання.

метри акустичної хвилі дозволяють провести топографічну та дифрактометричну експресну структурну діагностику кристалів. Це значно розширює можливості використання традиційних рентгенівських методів. При виконанні умови рентгеноакустичного резонансу в кристалі, спостерігається не тільки значне збільшення дифракційного контрасту зображень мікрodefektів, а також підвищується роздільна здатність (майже на порядок) рентгеноакустичної топографії.

СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. *Энтин И.Р.* Эффект резонансного подавления ультразвуком аномального прохождения рентгеновских лучей // Письма в ЖЭТФ. -1977. - **26**, №5. - С.392-395.
2. *Entin I.R., Khruva V.I.* Spatial intensity profile of X-ray beam reflected from nearly perfect silicon and diffuse scattering measurement // J.Appl. Crystallogr. - 1991. - **24**, No. 4. - P.403-404.
3. *Даценко Л.И., Хрупа В.И., Энтин И.Р.* Отражательная способность искаженных ультразвуком совершенных и реальных кристаллов при промежуточных уровнях поглощения рентгеновских лучей // УФЖ. - 1990. - **35**, №4. - С.591-593.
4. *Хрупа В.И., Энтин И.Р.* Влияние ультразвуковых колебаний на пространственную структуру отраженного рентгеновского пучка // Металлофизика. - 1991. - **13**, №1. - С.120-124.
5. *Молодкин В.Б.* Динамическая теория диффузного рассеяния в кристаллах с хаотически распределенными дефектами // Металлофизика. - 1981. - **3**, № 4. - С.27-38.
6. *Раранский Н.Д., Фодчук И.М., Новиков С.Н., Коровяно О.Ж., Гимчинский А.Г.* Особенности рассеяния рентгеновских лучей в акустически возбужденном кристалле, содержащем микроdefекты // Металлофизика. - 1994. - **16**, №4. - С.33-37.
7. *Раранский Н.Д., Фодчук И.М., Коровяно О.Ж., Слипченко К.В.* Плоскостолновые изображения микроdefектов в кристаллах с периодическим полем деформации // Металлофизика. - 1995. - **17**, №6. - С.58-62.
8. *Раранский Н.Д., Фодчук И.М., Новиков С.Н., Слипченко К.В.* Исследования влияния экспоненциального и эквидистантного изгибов атомных плоскостей на рентгеноакустическое взаимодействие в кристалле Si // Металлофизика и новейшие технологии. - 1997. - **19**, №9 - С.47-51.
9. *Takagi S.* Dynamical Theory of Diffraction Applicable to Crystals With any Kind of Small Distortion // Acta crystallogr. - 1962. - **15**, №12. - P.1311-1312.
10. *Epelboin Y.* Simulation of X-ray Topographs // Materials Science and Engineering. -1985. - **73**. - P.1-43.